МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

Турутин Андрей Владимирович

МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В КОМПОЗИТНЫХ МУЛЬТИФЕРРОИКАХ НА ОСНОВЕ БИДОМЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ

Специальность:

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

к.ф.-м.н., доцент,

Кобелева С.П.

Научный консультант:

Dr. rer. nat., профессор,

Соболев Н.А.

Москва, 2021

Введение ... 3

Глава I. Аналитический обзор литературы ... 11

1.1 Магнитоэлектрический эффект в композитных структурах ... 11

1.2 Теория квазистатического магнитоэлектрического эффекта в композитных мультиферроиках типа 2-2 ... 16

1.3 МЭ эффект в композитных мультиферроиках ... 26

1.4 Биморфные МЭ композитные структуры ... 39

1.5 Измерение переменных сверхслабых магнитных полей при помощи композитных мультиферроиков ... 45

Выводы по литературному обзору и постановка задач исследования ... 59

Глава II. Расчёт МЭ коэффициента для композитной структуры $LiNbO_3$ / метглас ... 62

Выводы к разделу ... 75

Глава III. Техника измерения МЭ эффекта динамическим методом ... 77

Выводы к разделу ... 92

Глава IV. Экспериментальные результаты ... 94

4.1 Измерение анизотропного прямого МЭ эффекта и эквивалентного магнитного шума в композитных структурах на основе бидоменных кристаллов $LiNbO_3$ y+128º-срез / метгласа. ... 94

Выводы к разделу ... 111

4.2 Детектирование полей уровня фТл магнитоэлектрическим композитным материалом на основе бидоменного кристалла LN *y*+140°-среза / метгласа. ... 112

Выводы к разделу ... 122

4.3 Измерение низкочастотных магнитных полей при помощи МЭ композитных материалов на основе бидоменных кристаллов $LiNbO_3$ y+128º-среза / метгласа. ... 123

Выводы к разделу ... 135

4.4 Высокочувствительный магнитоэлектрический сенсор магнитных полей на основе бидоменного кристалла $LiNbO_3$ y+128º-среза / метгласа в форме камертона ... 136

Выводы к разделу ... 147

Основные результаты и выводы ... 148

Список использованных источников ... 150

Введение

Актуальность темы

Композитные мультиферроики – это структуры, в компонентах которых по отдельности существуют ферромагнитное и сегнетоэлектрическое упорядочение [1]. Магнитоэлектрический (МЭ) эффект в композитных мультиферроиках возникает за счёт упругой связи между магнитострикционным и пьезоэлектрическим материалами. Термин «МЭ эффект» в самом общем смысле описывает влияние намагниченности на электрическую поляризацию образца (прямой МЭ эффект) и наоборот, влияние электрической поляризации на намагниченность (обратный МЭ эффект) [2].

В настоящее время отмечается значительный всплеск публикационной активности по тематикам, посвященным изготовлению и исследованию свойств композитных мультиферроиков. В частности, поиск по ключевым словам «composite multiferroic» в наукометрической базе данных Web of Science Core Collection показывает стабильный ежегодный рост количества публикаций и количества цитирований на 10 - 15% с 2010 г. Такой интерес к композитным мультиферроикам связан, в первую очередь, с возможностью изготовления на их основе целого ряда устройств, обладающих уникальными свойствами, таких как, например, микроволновые фазовращатели, электронно-настраиваемые СВЧ-резонаторы и линии задержки, системы сбора бросовой тепловой энергии, магнитоэлектрическая энергонезависимая память, микромеханические магнитоэлектрические антенны, магнитоэлектрические гираторы и сверхчувствительные сенсоры магнитных полей [2–6]. Было показано, что МЭ слоистые композиты, содержащие параллельные друг другу механически связанные магнитострикционные и пьезоэлектрические слои, способны генерировать большой электрический сигнал в ответ на слабые изменения внешнего магнитного поля [2, 4, 7–9].

Одним из наиболее перспективных и близких к практической реализации направлений является создание на основе композитных мультиферроиков высокочувствительных сенсоров сверхслабых магнитных полей [10–12]. Отсутствие необходимости охлаждения таких сенсоров является значительным техническим преимуществом перед безальтернативно применяемыми сейчас для этих целей сверхпроводящими квантовыми интерферометрами (СКВИДами). Очевидно, что датчики магнитного поля на основе композитных мультиферроиков не могут полноценно заменить СКВИДы, способные детектировать отдельные кванты магнитного потока [13]; однако существует ряд приложений, в которых использование сенсоров магнитного поля на основе композитных мультиферроиков, не требующих охлаждения до криогенных температур, является оправданным. К таким областям применения можно отнести высокочувствительные миниатюрные магнитометры промышленного и исследовательского классов для бесконтактного измерения сверхслабых токов, магнитных полей в живых организмах в применении к магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии, визуализации магнитных наночастиц, измерения магнитных аномалий, магнитной геологоразведки и др.

На сегодняшний день с помощью датчиков на основе композитных мультиферроиков достигнут предел детектирования магнитных полей порядка единиц пТл/Гц$^{1/2}$, причем регулярно выходят новые работы, снижающие этот порог за счет совершенствования обрабатывающей электроники и изменения конструкции датчика [10, 14, 15]. Такого порога чувствительности достаточно для детектирования магнитных полей, индуцируемых токами α-ритма головного мозга с амплитудами в единицы пТл (магнитоэнцефалография) и токами, протекающими в сердце человека (магнитокардиография) [11, 16]. С другой стороны, для исследования активности коры головного мозга необходимо уметь с высокой степенью достоверности измерять магнитные поля, на 1 - 2 порядка меньшие. В настоящий момент такой уровень чувствительности датчика на основе композитного мультиферроика не реализован ни одним из исследовательских коллективов мира.

Для достижения высокой чувствительности к магнитному полю на низких частотах МЭ магнитные датчики должны обладать большим коэффициентом преобразования магнитного поля в электрическое, а также низкими внутренним и внешним уровнями шума. Подавляющее большинство научных коллективов, занимающихся изготовлением и изучением свойств композитных мультиферроиков, применяют в своих исследованиях материалы на основе пьезокерамики типа PZT (цирконат-титанат свинца) или сегнетоэлектриков-релаксоров типа PMN-PT (ниобат магния-свинца - титанат свинца). Несмотря на выдающиеся пьезоэлектрические характеристики, эти материалы обладают рядом недостатков, таких как низкая температура Кюри, значительный механоэлектрический гистерезис, ползучесть (временная задержка между механической деформацией и электрическим сигналом) и насыщение, нелинейная зависимость свойств от температуры и большие диэлектрические потери. Являясь многокомпонентными твердыми растворами, вышеназванные вещества могут сильно различаться по своим свойствам у различных производителей, а управление сегнетоэлектрической доменной структурой и электропроводностью становится сложной технической задачей. Использование пьезоэлектрических керамик типа PZT или сегнетоэлектриков-релаксоров типа PMN-PT с высокими значениями пьезоэлектрических модулей d_{ij} позволяет значительно повысить коэффициент преобразования механической деформации в электрический сигнал; однако в то же время, вследствие огромных величин диэлектрической проницаемости ε и, следовательно, большой емкости, генерируемое посредствам пьезоэлектрического эффекта напряжение будет относительно небольшим. Таким образом, эффективность преобразования механической деформации в электрический сигнал определяется, в частности, соотношением d/ε [15, 17].

Одним из перспективных подходов к получению больших коэффициентов преобразования энергии магнитного поля в электрический сигнал является использование пьезоэлектрических монокристаллов со средними по величине значениями пьезомодулей, но с низкими механическими и диэлектрическими потерями. Интересным вариантом для этой цели являются монокристаллы классических 180°-ных сегнетоэлектриков, таких как, например, ниобат лития ($LiNbO_3$, LN) и танталат лития ($LiTaO_3$, LT) [18, 19]. Эти материалы демонстрируют превосходную температурную стабильность, имеют высокие температуры Кюри (1140°C у LN и 620°C у LT), не обладают

ползучестью и механоэлектрическим гистерезисом [20]. При этом, являясь в первую очередь материалами для лазерной оптики и акустики, ниобат лития и танталат лития выпускаются промышленностью в больших объемах и обладают отличной воспроизводимостью свойств.

Чувствительность МЭ датчика лимитируется, в основном, собственным шумом, в котором доминируют тепловой шум Найквиста и 1/f-шум [2, 17]. Тепловой шум может быть сведен к минимуму за счет использования соответствующих схем детектирования слабого выходного сигнала от МЭ структур [21]. Правильно спроектированные схемы детектирования, основанные на усилителях напряжения или заряда, должны иметь амплитуду шума на уровне предела чувствительности данных компонентов [22, 23]. С другой стороны, внешние шумы, вызванные вибрациями пьезоэлектрика, пироэлектрические шумы и магнитные источники шума требуют более сложных стратегий борьбы с ними [10, 24, 25].

Известно, что асимметричные двухслойные системы, содержащие механоэлектрический преобразователь биморфного типа, показывают особенно большие магнитоэлектрические коэффициенты при изгибном резонансе [26–29]. При этом для значительного увеличения магнитоэлектрического эффекта на низких частотах можно закреплять биморф в виде консоли [10]. Кроме увеличения чувствительности на низких частотах и повышения магнитоэлектрического коэффициента, такая конфигурация способна частично компенсировать вибрационные и тепловые шумы [17, 30].

Обычно биморфные пьезоэлектрические структуры изготавливают путем склеивания или спекания вместе пьезоэлектрических пластин на основе цирконата-титаната свинца (ЦТС) [26, 31, 32]. Как правило, такая методика приводит к появлению межфазных границ и клеевых слоёв, из-за чего возникают большие механические потери и нестабильность свойств материала. С этой точки зрения преимуществом LN и LT является возможность получения на их основе монокристаллических биморфов (не содержащих клеевого слоя или межкристаллитной границы) за счет создания встречно поляризованных сегнетоэлектрических бидоменных структур типа «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» [33]. Бидоменные кристаллы получают с помощью импульсного инфракрасного отжига, сопровождающегося возникновением в объеме образца заданного градиента температуры и, как следствие, внутреннего электрического поля, поляризующего домены навстречу друг другу [20]. Применение бидоменного кристалла в качестве пьезоэлектрической части композитного мультиферроика исключает потери, связанные с границей спекания или склеивания в пьезоэлектрическом материале.

Для того, чтобы увеличить чувствительность МЭ композитных мультиферроиков к сверхслабым низкочастотным магнитным полям, в настоящей работе было предложено использовать бидоменные кристаллы LN, соединенные с магнитострикционными слоями метгласа (аморфного металлического сплава) для создания композитных мультиферроиков. Метглас в качестве магнитострикционного слоя был выбран по нескольким причинам: высокое значение пьезомагнитного коэффициента, низкое поле насыщения магнитострикции, коммерческая доступность, потенциал миниатюризации (возможность создания тонких плёнок данного материала

методом магнетронного распыления или лазерной абляции). Для увеличения МЭ эффекта можно использовать низкочастотный изгибный электромеханический (ЭМ) резонанс композитных структур. Анизотропия свойств бидоменных кристаллов LN также имеет большой потенциал для увеличения МЭ эффекта в композитных мультиферроиках. В работе были проведены исследования МЭ эффекта в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.

Исследования выполнялись на базе НИТУ «МИСиС» в рамках НИР, поддержанных по следующим проектам:

- грант РНФ № 18-79-10265 «Исследование композитных мультиферроиков на основе сегнетоэлектрических монокристаллов с целью создания высокочувствительных магнитных сенсоров, в том числе для медицинских приборов» (2018-2021 гг.);
- грант РФФИ Экспансия № 20-12-50229\20 «Сверхчувствительные магнитоэлектрические сенсоры магнитных полей для биомедицинских применений» (2020-2021 гг.);
- Государственное задание проект № 0718-2020-0031 «Новые магнитоэлектрические композитные материалы на основе оксидных сегнетоэлектриков с упорядоченной доменной структурой: получение и свойства» (2020-2023 гг.);
- грант УМНИК Фонда содействия инновациям № 11028ГУ/2016 «Разработка векторного датчика магнитного поля на основе мультиферроиков» (2017-2019 гг.).

Цели работы

Создание новых композитных мультиферроиков на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, разработка методов их теоретического описания, исследование МЭ эффекта, установление основных физических процессов, влияющих на предел чувствительности к низкочастотным сверхслабым магнитным полям в данных структурах, и разработка оптимальной конструкции МЭ сенсора на их основе.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи

1. Теоретическое описание МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.
2. Анализ фундаментальных основ возникновения шумов в композитных мультиферроиках.
3. Теоретическое описание эквивалентного магнитного шума в МЭ композитных материалах на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.
4. Сравнение МЭ эффекта в композитных структурах, изготовленных на основе пьезоэлектрических подложек LN с монодоменной, бидоменной и биморфной структурой.
5. Экспериментальное исследование анизотропного прямого МЭ эффекта и эквивалентного магнитного шума в композитных структурах на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза / метгласа.
6. Исследование МЭ эффекта в композитной структуре на основе бидоменного кристалла LN y+140°-среза / метгласа.

7. Разработка структуры МЭ сенсора на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, позволяющей подавлять паразитные вибрационные и тепловые шумы, не уменьшая МЭ сигнал от сенсора.

Объекты и методы исследования

В качестве объекта исследования были выбраны композитные мультиферроики на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа. В данных материалах были проведены измерения величины прямого МЭ коэффициента в зависимости от напряженности постоянного магнитного поля и от частоты переменного магнитного поля. Был измерен импеданс исследуемых структур с целью определения ёмкости, тангенса угла диэлектрических потерь, резонансных частот, эффективного коэффициента электромеханического преобразования и механической добротности образцов. Данные измерения проводились с помощью синхронного детектора при подаче на образец переменного сигнала и одновременного измерения тока в цепи и падения напряжения на структуре. Измерения МЭ коэффициента и предела чувствительности к магнитному полю изучаемых МЭ образцов производились на созданной в рамках диссертационной работы измерительной системе, состоящей из катушек Гельмгольца, усилителя мощности и синхронного детектора.

Основные положения, выносимые на защиту

– Расчёт МЭ коэффициента и эквивалентного магнитного шума для композитных структур на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.

– Оптимизация соотношения толщин пьезоэлектрической и магнитострикционной компонент в композитной структуре на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза / метгласа повышает максимальное значение статического МЭ коэффициента до 95 В/(см·Э) при соотношении толщины пьезоэлектрической фазы к общей толщине композитной структуры t_p/t = 0,6.

– Экспериментально показано, что максимальное значение МЭ коэффициента в МЭ композитных структурах на основе бидоменных кристаллов LN выше, чем в композитном образце на основе монодоменного кристалла LN, что согласуется с расчетом МЭ коэффициента по предложенной модели.

– Динамический МЭ коэффициент в МЭ образцах на основе бидоменных кристаллов LN (y+128º-срез) со структурой «хвост-к-хвосту», полученных по технологии диффузионного отжига (ТДО), в два раза больше, чем в МЭ композитах на основе бидоменных образцов LN (y+128º-срез) со структурой «голова-к-голове» (ТДО) либо на основе биморфных кристаллов LN (y+128º-срез).

– За счёт использования анизотропии пьезоэлектрических свойств бидоменных кристаллов LN получено рекордное значение чувствительности к магнитному полю и высокое значение МЭ коэффициента.

– Предложенная конструкция композитного мультиферроика на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза / метгласа в форме камертона с асимметричным расположением

магнитострикционных слоёв позволяет подавить паразитные акустические сигналы и усилить полезный МЭ сигнал, что приводит к увеличению чувствительности к магнитному полю.

Научная новизна работы

– Впервые в качестве пьезоэлектрического слоя в композитном мультиферроике использованы бидоменные кристаллы LN.

– Разработана теоретическая модель расчёта МЭ коэффициента для композитных структур на основе моно- и бидоменных кристаллов LN / метгласа. Установлено, что МЭ коэффициент выше в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов.

– Применение в композитном мультиферроике в качестве пьезоэлектрического слоя бидоменных кристаллов LN позволяет достигать высокой чувствительности к магнитным полям на низких частотах изгибного резонанса.

– В композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN y+140º-среза / метгласа получен гигантский МЭ коэффициент 1704 В/(см·Э). Достигнута рекордная чувствительность к переменному магнитному полю среди композитных мультиферроиков, которая составила 92 фТл/Гц$^{1/2}$ при комнатной температуре на частоте резонанса 6862 Гц.

– Разработан и запатентован МЭ сенсор в форме камертона на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза / метгласа.

– Установлено, что применение МЭ сенсора с чувствительным элементом, выполненным в форме камертона, позволяет увеличить чувствительность к магнитному полю на резонансной частоте в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком. На резонансной частоте спектральные плотности магнитного шума составляли 3 пТл/Гц$^{1/2}$ и 20 пТл/Гц$^{1/2}$ для МЭ камертона и единичного МЭ сенсора, соответственно. Усиление шумоподавления на нерезонансных частотах составляло от 7 до 25 раз для МЭ камертона в сравнении с единичным МЭ датчиком.

Практическое значение полученных результатов

Предложенная модель расчёта МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа позволяет предсказывать оптимальный срез бидоменных кристаллов LN для создания МЭ сенсоров с максимальной чувствительностью к магнитному полю. Разработанный МЭ сенсор в форме камертона на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза/ метгласа позволяет увеличить чувствительность к низкочастотному магнитному полю в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком. Данная разработка получила патент на полезную модель (RU188677U1). В результате исследований предложена оптимальная структура композитного мультиферроика на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза / метгласа для создания коммерческих сенсорных систем детектирования сверхслабых магнитных полей. Использование данных сенсоров наряду со СКВИД-магнетометрами в устройствах магнитокардографии и магнитоэнцефалографии в перспективе позволит снизить стоимость такого

оборудования и создаст условия для более широкого распространения и применения его в медицинской практике.

Личный вклад автора

Личный вклад автора в работу состоит в разработке измерительной системы МЭ эффекта, проведении всех экспериментальных работ, подготовке композитных образцов, расчёте МЭ коэффициента в исследуемых структурах, анализе и обобщении полученных результатов и написании статей по результатам исследований. Экспериментальные результаты были получены в Департаменте Физики Университета Авейру (Португалия), а также на кафедрах Полупроводниковой электроники и физики полупроводников и Материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ «МИСиС».

Апробация работы

Результаты исследований были представлены в виде докладов на следующих конференциях:

1. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Magnetoelectric Properties of Laminates Based on Y+140°-cut Bidomain Lithium Niobate Crystals. 10th International Conference of the Africa Material Research Society (AMRS 2019). Arusha, Tanzania. 10/12/2019 – 13/12/2019. Устный доклад.
2. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Suppression of acoustic and thermal noises in magnetoelectric sensors based on bidomain lithium niobite. 4th European Symposium on Intelligent Materials. Kiel, Germany, 17/06/2019 – 19/06/2019. Устный доклад.
3. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. High-sensitivity magnetic field sensors based on metglas / bidomain lithium niobate composites. EMRS 2019 Spring meeting. Nice, France 27/05/2019 – 31/05/2019. Устный доклад.
4. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Pushing of acoustic and thermal noises in magnetoelectric sensors based on bidomain lithium niobite. 7th International Symposium on Sensor Science, Napoli, Italy, 09/05/2019 - 11/05/2019. Устный доклад.
5. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Magnetoelectric composite based on bidomain lithium niobite / metglas laminate shaped in form of a tuning fork. Fourth International Symposium on Dielectric Materials and Applications (ISyDMA 4) Amman, Jordan, 02/05/2019 – 04/05/2019. Устный доклад.
6. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Pushing acoustic noises in magnetoelectric

sensors based on bidomain lithium niobate. International Workshop on Advanced Magnetic Oxides 2019. Aveiro, Portugal, 15/04/2019 – 17/04/2019. Устный доклад.

7. A.V. Turutin, J.V. Vidal, I.V. Kubasov, A.M. Kislyuk, M.D. Malinkovich, S.P. Kobeleva and N.A. Sobolev. Sensing fT magnetic fields by magnetoelectric metglas / bidomain y+140°-cut lithium niobate composite. 2018 4th Edition Smart Materials & Surfaces conference, SMS 2018, Venice, Italy, 23/10/2018 – 25/10/2018. Устный доклад.

8. A. V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Y. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. “Sensing of pT magnetic field by magnetoelectric metglas/bidomain LiNbO3 long bars”. 12th European Magnetic Sensors and Actuators Conference EMSA 2018, Athens, Greece, 01/07/2018 – 04/07/2018. Устный доклад.

9. A. V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Y. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. “Magnetoelectric Properties of Laminates Based on Y+140°-cut Bidomain Lithium Niobate Crystals”. 12th European Magnetic Sensors and Actuators Conference EMSA 2018, Athens, Greece, 01/07/2018 – 04/07/2018. Устный доклад.

10. Andrei V. Turutin, João V. Vidal, Ilya V. Kubasov, Mikhail D. Malinkovich, Svetlana P. Kobeleva, Andrei L. Kholkin, and Nikolai A. Sobolev. “Low-frequency magnetic noise measurements by magnetoelectric composites based on bidomain LiNbO3/metglas long bars”. E-MRS Spring Meeting 2018, Strasbourg, France, 18/06/2018 – 22/06/2018. Постер.

11. Andrei V. Turutin, João V. Vidal, Ilya V. Kubasov, Mikhail D. Malinkovich, Svetlana P. Kobeleva, Andrei L. Kholkin, and Nikolai A. Sobolev. Highly thermally stable magnetoelectric composite. 17th Non - Volatile Memory Technology Symposium 2017. Aachen, Germany, I. Institute of Physics, 30/08/2017 – 01/09/2017. Постер.

По теме диссертации опубликовано 7 статей.

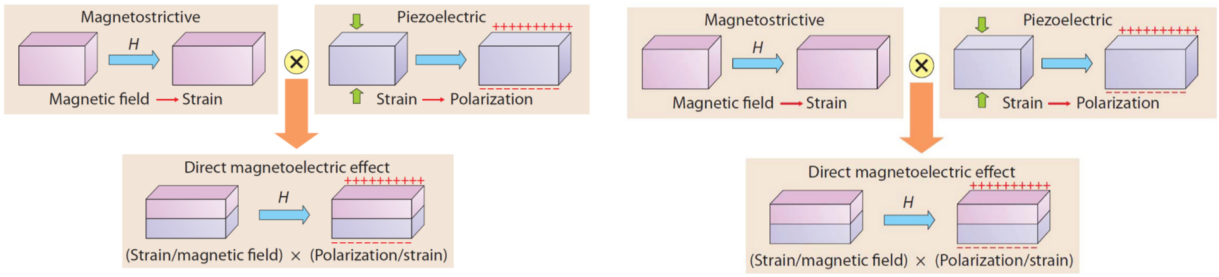
Структура и объём работы

Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов и списка используемых источников из 188 наименований, изложена на 164 страницах, включая 86 рисунков и 7 таблиц.

Глава I. Аналитический обзор литературы

1.1 Магнитоэлектрический эффект в композитных структурах

Линейный магнитоэлектрический эффект (МЭ), в соответствии с первоначальным определением, предложенным Дебаем в 1926 году [34], описывается как возникновение электрической поляризации (P) образца при приложении к нему магнитного поля (H). Это явление называется прямым МЭ эффектом. Также существует обратный МЭ эффект, который определяется как возникновение намагниченности (M) образца при приложении к нему электрического поля (E). Иллюстрация данного эффекта для композитной структуры приведена на рисунке 1.1 [35].



(а) (б)

Рисунок 1.1 – Схематичное изображение МЭ эффекта, возникающего в результате деформации одного из слоёв (магнитострикционного слоя или пьезоэлектрического слоя). (а) Прямой МЭ эффект. (б) Обратный МЭ эффект [35].

Прямой и обратный линейный МЭ эффекты могут быть выражены в как [1, 36]:

$$P_i = \alpha_{ij} H_j, \quad (1.1)$$

$$M_i = \alpha_{ji}/\mu_0 E_j, \quad (1.2)$$

где α_{ij}– линейный магнитоэлектрический коэффициент; P_i – вектор поляризации материала; M_i – вектор намагниченности материала; H_j – вектор напряженности магнитного поля; E_j – вектор напряженности электрического поля; μ_0 – магнитная проницаемость вакуума. Здесь и далее используется суммирование по Эйнштейну.

Графически связь вектора поляризации $\vec{P}$, вектора намагниченности $\vec{M}$ материала, вектора напряженности электрического поля $\vec{E}$ и напряженности магнитного поля $\vec{H}$ можно изобразить в виде диаграммы, которая представлена на рисунке 1.2.

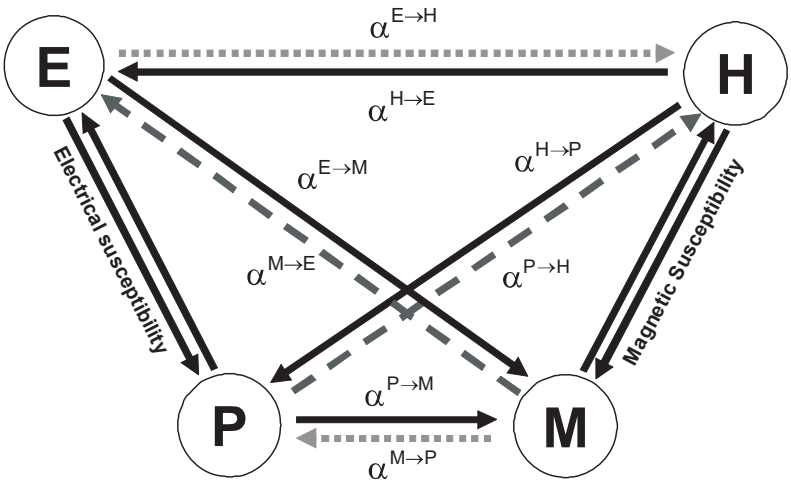


Рисунок 1.2 – Магнитоэлектрические коэффициенты и их обратные величины [36].

Для того, чтобы лучше понять возникновение МЭ эффекта в композитных структурах, рассмотрим концепцию физических свойств, появляющихся в результате сочетания различных однофазных соединений. Как известно, составные системы могут не только обладать свойствами, аналогичными свойствам их составляющих фаз, но и иметь совершенно новые, отсутствующие в исходных соединениях. В то время как суммарные и пропорциональные свойства определяют усреднение или усиление эффекта, умножаемые свойства приводят к новым эффектам, образующимся от взаимодействия между составляющими композит материалами [37]. Умножаемые свойства используются для создания структур, обладающих МЭ эффектом, из материалов, им не обладающих.

МЭ эффект в композитных мультиферроиках возникает за счёт взаимодействия между пьезоэлектрической и магнитострикционной фазами [4, 37, 38]. Прямой МЭ эффект в такой композитной системе возникает при приложении магнитного поля к образцу. Приложенное магнитное поле деформирует магнитострикционный материал, что приводит к механической деформации пьезоэлектрического материала, который поляризуется за счёт прямого пьезоэлектрического эффекта [рисунок 1.1(а)].

Качественно прямой и обратный МЭ эффекты в композитных структурах можно описать следующими выражениями [38]:

$$ME_H \text{ эффект} = \frac{\text{Электрические}}{\text{Механические}} \times \frac{\text{Механические}}{\text{Магнитные}}, \quad (1.3)$$

$$ME_E \text{ эффект} = \frac{\text{Магнитные}}{\text{Механические}} \times \frac{\text{Механические}}{\text{Электрические}}, \quad (1.4)$$

где отношение свойств электрические/механические – это генерация пьезоэлектрического заряда ($d_{ij}=\partial D_i/\partial T_j$); механические/магнитные – это деформация вследствие эффекта магнитострикции ($q_{ij}=\partial S_j/\partial H_i$); магнитные/механические – это пьезомагнитная индукция ($q_{ij}=\partial B_i/\partial T_j$); механические/электрические – это пьезоэлектрическая деформация ($d_{ij}=\partial S_j/\partial E_i$).

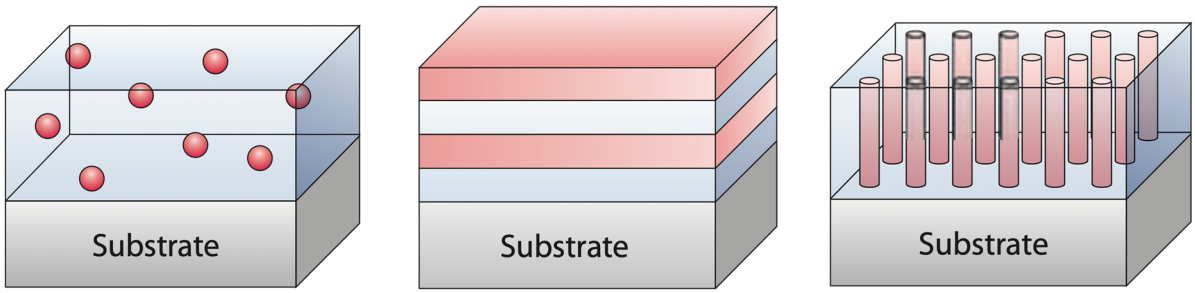
В рамках этой концепции при условии, что $E_i = 0$, эффективный МЭ коэффициент может быть выражен как [39]:

$$\alpha_{ij} = k_c\left(\partial P_i/\partial H_j\right) = k_c(\partial P_i/\partial S_k)\left(\partial S_k/\partial H_j\right) = k_c d_{ik} q_{jk}, \quad (1.5)$$

где k_c – это коэффициент связи ($0 \le |k_c| \le 1$), который количественно определяет эффективность переноса деформации между фазами композитного материала; d_{ik} – пьезоэлектрический коэффициент; q_{jk} – пьезомагнитный коэффициент.

Таким образом, композитная структура обладает МЭ эффектом, который не наблюдается в отдельно взятых фазах данных материалов.

Рассмотрим типы соединений в композитных структурах. Используя концепцию Ньюмана [40, 41] для описания структур, состоящих из различных фаз, МЭ композиты можно разделить на 3 основных типа. При этом используются следующие обозначения: 0 – однофазные частицы, взвешенные в матрице другой фазы, которая обозначается цифрой 3; 1 – однофазные волокна; 2 – пленки или слои одной из фаз. Обозначения 0-3, 2-2, 1-3 используют для описания структуры композитных МЭ материалов, где каждый номер обозначает связь с фазой материала (рисунок 1.3). Композиты типа 0-3 и 1-3 демонстрируют низкие значения МЭ эффекта (не более 500 мВ/(см·Э)) из-за больших токов утечки по ферромагнитным включениям и диссипации энергии механических колебаний магнитострикционной фазы на эпоксидной пленке, которая связывает сегнетоэлектрическую и магнитную фазы [35, 42–44].



0-3 (а) 2-2 (б) 1-3 (в)

Рисунок 1.3 – Схематичное изображение трёх наиболее распространённых типов соединения МЭ структур: (а) 0-3 – композитные пленки, состоящие из пьезоэлектрической матрицы (3), в структуру которой встроены магнитные частицы (0); (б) 2-2 – горизонтальная гетероструктура с чередующимися сегнетоэлектрическими (2) и магнитными (2) слоями; (в) 1-3 – вертикальная гетероструктура с волокнами магнитного (или сегнетоэлектрического) материала, встроенными в виде столбиков в матрицу сегнетоэлектрического (или магнитного) материала [35].

В горизонтальных гетероструктурах типа 2-2 с послойной структурой проблемы с токами утечки отсутствуют из-за высокого сопротивления сегнетоэлектрического слоя. Каждый из слоёв изготавливается в независимом технологическом процессе, что увеличивает число возможных

параметров, с помощью которых можно влиять на величину МЭ эффекта в композитной структуре. Наибольший МЭ эффект наблюдался именно в структурах типа 2-2, что можно увидеть на диаграмме, приведенной на рисунке 1.4 [7]. Авторы статьи [7] собрали лучшие экспериментальные значения квазистатического МЭ коэффициента, полученные для различных комбинаций материалов в объемных и пленочных МЭ композитах, имеющих связь типа 0-3, 1-3 и 2-2.

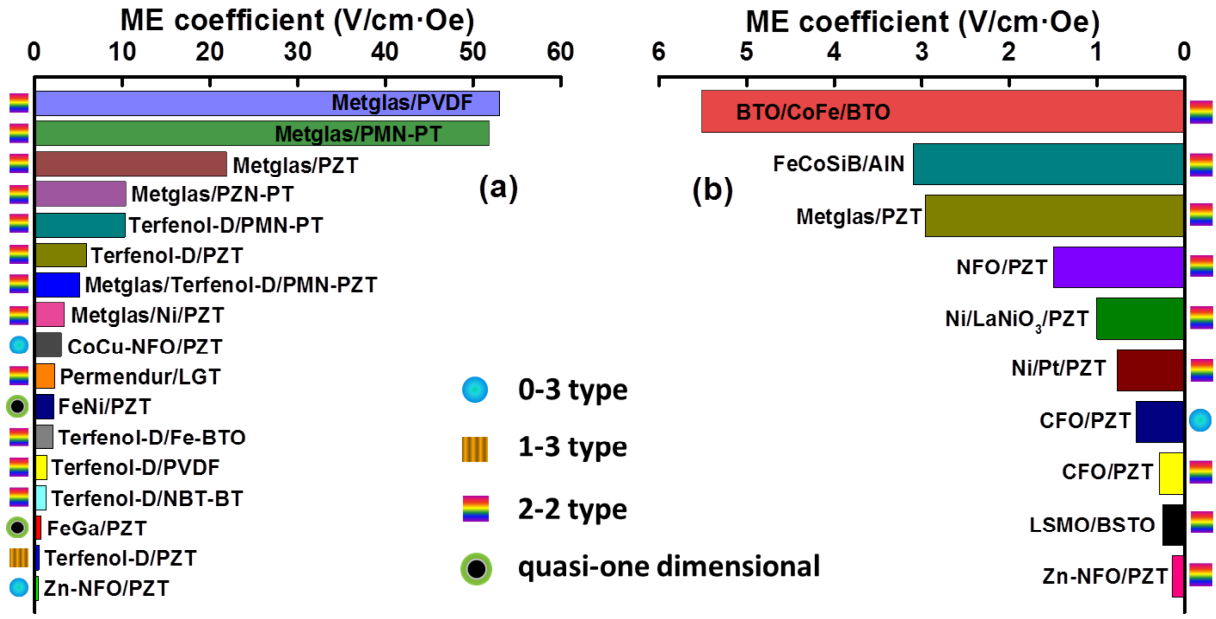


Рисунок 1.4 –Значения нерезонансных МЭ коэффициентов для различных материалов: (a) объемные и (b) пленочные МЭ композиты [7].

Прямой и обратный МЭ эффект можно применить в широком наборе новых устройств. В таблице 1.1 приведены основные типы МЭ устройств и их классификация относительно МЭ эффекта, ссылки на последние научные статьи и обзоры по данной тематике.

Таблица 1.1 – Применение композитных мультиферроиков.

МЭ эффект	Физический механизм, используемый в устройствах	Устройства
Прямой	Изменение электрической поляризации материала при приложении магнитного поля	Магнитные сенсоры [6, 11, 12, 16, 31, 45–49]; датчики тока [7, 50–53]; гираторы [54–59]; устройства для сбора бросовой энергии [60–64] и детектирования магнитных наночастиц [65].
Обратный	Изменение намагниченности материала электрическим полем	Спинтроника, включая МЭ память с произвольным доступом (MERAM) [35, 39, 66, 67].

	Изменение магнитной проницаемости μ электрическим полем	Подстраиваемые напряжением индуктивности [68–70] и полосовые фильтры [71–73]. Механические антенны [74, 75].
	Управление спиновыми волнами электрическим полем	Подстраиваемые напряжением фильтры, резонаторы, фазовращатели [6, 69, 71, 76, 77].

1.2 Теория квазистатического магнитоэлектрического эффекта в композитных мультиферроиках типа 2-2

Пьезоэлектрический и магнитострикционный эффекты в композитных мультиферроиках можно описать методом термодинамических потенциалов [2, 78, 79]. Единое рассмотрение данных свойств в композитном материале возможно только, если материалы находятся в термодинамическом равновесие. Рассмотрим свободную энергию Гиббса для пьезоэлектрического материала [2, 78, 80]:

$$G(E,T) = -\frac{1}{2}\left({}^{p}s^{E}_{ijkl}\,{}^{p}T_{ij}\,{}^{p}T_{kl} + 2\,{}^{p}d_{kij}\,{}^{p}E_{k}\,{}^{p}T_{ij} + {}^{p}\varepsilon^{T}_{kl}\,{}^{p}E_{k}\,{}^{p}E_{l}\right), \tag{1.6}$$

где ${}^{p}s^{E}_{ijkl}$ – тензор упругой податливости, ${}^{p}d_{kij}$ – тензор пьезоэлектрического коэффициента деформации, ${}^{p}\varepsilon^{T}_{kl}$ – тензор диэлектрической проницаемости, ${}^{p}T_{ij}$ – тензор упругих напряжений, ${}^{p}E_{k}$ – вектор напряженности электрического поля. Верхние индексы E и T для материальных констант показывают, что они определены при постоянном электрическом поле или механическом напряжении, соответственно. Индекс p указывает на принадлежность данных констант или переменных пьезоэлектрическому материалу. Для того чтобы получить основные уравнения пьезоэлектрического эффекта, необходимо продифференцировать энергию Гиббса в уравнении (1.6) следующим образом:

$${}^{p}D_{k} = -\frac{\partial G}{\partial\,{}^{p}E_{k}} = {}^{p}\varepsilon^{T}_{kl}\,{}^{p}E_{l} + {}^{p}d_{kij}\,{}^{p}T_{ij}, \tag{1.7}$$

$${}^{p}S_{ij} = -\frac{\partial G}{\partial\,{}^{p}T_{ij}} = {}^{p}s^{E}_{ijkl}\,{}^{p}T_{kl} + {}^{p}d_{kij}\,{}^{p}E_{k}, \tag{1.8}$$

где ${}^{p}D_{k}$ – вектор электрического смещения, ${}^{p}S_{ij}$ – тензор упругой деформации. Данная форма записи основных уравнений пьезоэлектрического эффекта соответствует записи вида напряжение-заряд.

Вышеперечисленные преобразования для пьезоэлектрических материалов могут быть применены к пьезомагнитным материалам. Предполагается, что магнитострикционная фаза имеет кубическую симметрию, и, следовательно, деформация и магнитная индукция могут быть описаны уравнениями [81, 82]:

$${}^{m}B_{k} = -\frac{\partial G}{\partial\,{}^{m}H_{k}} = {}^{m}\mu^{T}_{kl}\,{}^{m}H_{l} + {}^{m}q_{kij}\,{}^{m}T_{ij}, \tag{1.9}$$

$${}^{m}S_{ij} = -\frac{\partial G}{\partial\,{}^{m}T_{ij}} = {}^{m}s^{E}_{ijkl}\,{}^{m}T_{kl} + {}^{m}q_{kij}\,{}^{m}H_{k}, \tag{1.10}$$

где ${}^{m}B_{k}$ – вектор магнитной индукции, ${}^{m}H_{k}$ – напряженность магнитного поля, ${}^{m}\mu^{T}_{kl}$ – магнитная проницаемость, ${}^{m}q_{kij}$ – пьезомагнитный коэффициент. Индекс m указывает на принадлежность данных констант или переменных к магнитострикционному материалу.

Уравнения (1.7)-(1.10) можно записать в более компактной форме, используя матричное

представление [79, 81]. При матричной записи тензоры ε_{kl}^{T}, d_{kij}, s_{ijkl}^{E} представляются как матрицы 3x3, 3x6 и 6x6, соответственно. Таким образом, основные уравнения пьезоэлектрического и магнитострикционного эффекта могут быть записаны более компактно в матричной форме [83]:

$$ {}^{p}D_k = {}^{p}\varepsilon_{kn}^{T}\,{}^{p}E_n + {}^{p}d_{ki}\,{}^{p}T_i, \tag{1.11} $$

$$ {}^{p}S_i = {}^{p}s_{ij}^{E}\,{}^{p}T_j + {}^{p}d_{ki}\,{}^{p}E_k, \tag{1.12} $$

$$ {}^{m}B_k = {}^{m}\mu_{kn}^{T}\,{}^{m}H_n + {}^{m}q_{ki}\,{}^{m}T_j, \tag{1.13} $$

$$ {}^{m}S_i = {}^{m}s_{ij}^{E}\,{}^{m}T_j + {}^{m}q_{ki}\,{}^{m}H_k. \tag{1.14} $$

Свойства каждого из приведенных тензоров будут напрямую зависеть от симметрии материала. Элементы симметрии накладывают определенные ограничения на свойства, которые может проявлять тот или иной материал в определенных кристаллографических направлениях. В общем случае тензор третьего ранга имеет 27 независимых компонент, но, накладывая ограничения, связанные с симметрией кристалла и свойствами тензора, можно показать на примере широко применяемого сегнетоэлектрического кристалла LN, что количество независимых компонент тензора того или иного свойства можно уменьшить. LN принадлежит к точечной группе симметрии 3m, и можно показать, что физические свойства будут связаны только с двумя независимыми компонентами диэлектрической проницаемости (ε_{11}^{T} и ε_{33}^{T}), четырьмя константами пьезомодулей (d_{31}, d_{33}, d_{22} и d_{15}) и шестью константами упругой податливости (s_{11}^{E}, s_{12}^{E}, s_{13}^{E}, s_{14}^{E}, s_{33}^{E} и s_{44}^{E}) [84]. Для остальных 32 точечных групп их свойства и тензоры, связанные с ними, можно найти в книге [85].

Большинство приведенных выше рассуждений можно применить и к магнитострикционным материалам. Нужно учитывать, что некоторые свойства, например магнитострикция или ферромагнитный момент, определяются одной из 122 магнитных точечных групп, а не одной из 32 кристаллографических точечных групп. В общем случае магнитострикция $\lambda_{ij} = q_{kij}H_k$ имеет нелинейную зависимость от магнитного поля. Но при малых изменениях магнитного поля наклон $\lambda_{ij}/\partial H_k(H)$ кривой магнитострикции можно принять приблизительно линейным в небольшом интервале вокруг H_0. В данном случае можно записать линейное приближение уравнения магнитострикции $\lambda_{ij} = q_{kij}H_k$ и определить пьезомагнитный коэффициент как $q_{kij}(H_0) = \partial\lambda_{ij}/\partial H_k(H_0)$.

Для того, чтобы рассчитать максимальный ожидаемый МЭ коэффициент, рассмотрим усредненный квазистатический метод, представленный в публикациях [80–83]. В первом случае для расчёта была предложена трехслойная структура в виде квадратной пластинки, которая состоит из слоев Метглас / Пьезоэлектрик (ПЭ) / Метглас, где в качестве ПЭ слоя используются разные типы кристаллов (рисунок 1.6). В данной модели пренебрегают эффектами, связанными с высокой частотой (электромеханический резонанс), потерями в виде вихревых токов в проводящем слое образца (токи Фуко) и потерями, возникающими на границе соединения данных материалов [80].

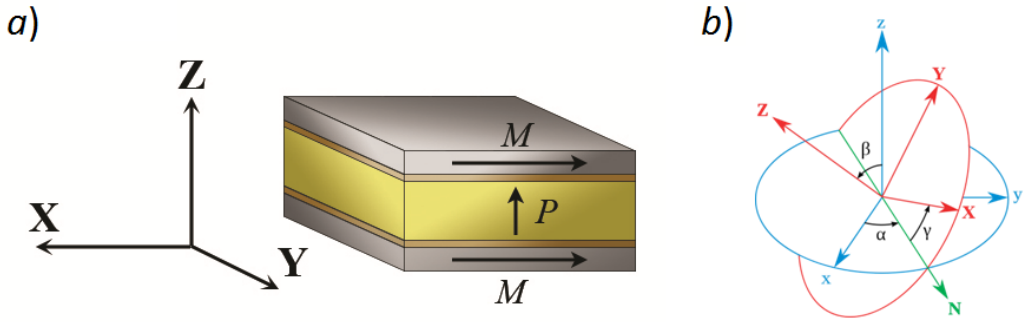


Рисунок 1.6 – (а) Трехслойный МЭ композитный материал, где *P* обозначает направление поляризации пьезоэлектрического кристалла, а *M* - направление намагниченности магнитострикционного слоя. (б) Схема углов Эйлера, которая используется в модели для поворота кристаллографических осей кристаллов в систему координат структуры.

Как видно на рисунке 1.6(а), трехслойный композитный материал типа 2-2 имеет намагниченность магнитострикционного слоя в плоскости образца (вдоль оси X), а вектор спонтанной поляризации направлен перпендикулярно данной плоскости (вдоль оси Z). Приложение магнитного поля $\delta H_j(t)$ вдоль оси X или Y будет приводить к возникновению разности потенциалов $\delta V_3(t)$ в направлении оси Z.

Уравнения (1.11)-(1.14) решаются в приближении постоянства тока смещения, полей, возникающих в материале, и механических напряжений в каждом из слоёв. Также вводится условие, что к системе не прикладывается никаких внешних напряжений [81]. Из этого следует первое граничное условие:

$$ {}^{m}T_{3i} = {}^{p}T_{3i} = 0, \tag{1.15} $$

$$ {}^{p}T_{ab}\,{}^{p}\nu + {}^{m}T_{ab}\,{}^{m}\nu = 0, \tag{1.16} $$

где ${}^{p}\nu$ и ${}^{m}\nu$ - объемные доли пьезоэлектрической и магнитострикционной фаз, соответственно. Объемная доля каждого из материалов определяется как ${}^{p}\nu = {}^{p}t/({}^{p}t + 2{}^{m}t)$ и ${}^{m}\nu = 2{}^{m}t/({}^{p}t + 2{}^{m}t)$, где ${}^{p}t$ и ${}^{m}t$ - толщины пьезоэлектрического и магнитострикционного слоёв, соответственно. В модели пьезоэлектрический и магнитострикционный слои идеально соединены друг с другом. Граничные условия для компонент деформации боковых поверхностей композитной структуры вводятся следующим образом [80–83]:

$$ {}^{p}S_{ab} = k_c\,{}^{m}S_{ab} + (1 - k_c)\,{}^{p}S_{a0}, \tag{1.17} $$

где k_c - коэффициент связи между слоями композита, введенный в работе [86]. Данный параметр позволяет учитывать неидеальность соединения между слоями композитной структуры и определяется как $k_c = ({}^{p}S_{ab} - {}^{p}S_{0\,ab})/({}^{m}S_{ab} - {}^{p}S_{0\,ab})$, где ${}^{p}S_{0\,ab}$ и ${}^{m}S_{0\,ab}$ - компоненты тензоров деформации в отсутствие трения между слоями, а ${}^{p}S_{ab}$ и ${}^{m}S_{ab}$ - компоненты тензоров деформации в пьезоэлектрическом и магнитострикционном слоях, соответственно.

Электрические и магнитные поля в плоскости образца, а также нормальная магнитная

индукция непрерывны, изменение электрического смещения на границах раздела равно плотности поверхностного заряда σ[80, 86]:

$$ {}^{p}E_1 = {}^{m}E_1,\ {}^{p}E_2 = {}^{m}E_2,\ {}^{p}D_3 - {}^{m}D_3 = \sigma, \tag{1.18} $$

$$ {}^{p}H_1 = {}^{m}H_1,\ {}^{p}H_2 = {}^{m}H_2,\ {}^{p}B_3 = {}^{m}B_3. \tag{1.19} $$

Выражение для прямого МЭ коэффициента напряжения найдем в виде $\alpha_{Eij} = \partial {}^{p}E_i / \partial {}^{m}H_j$. Подставляя уравнения (1.12) и (1.14) в уравнение (1.17) и учитывая граничные условия (1.15) и (1.16), получим:

$$ s_{mn}\,{}^{p}T_n + k_c d_{km}\,{}^{p}E_k = k_c({}^{m}S_{0m}(H_0) + q_{km}(H_0)\,{}^{m}H_k), \text{ для m, n = 1, 2, 6,} \tag{1.20} $$

где $s_{mn} = {}^{p}s^{E}_{mn} + k_c f\,{}^{m}s^{E}_{mn}$ - эффективный тензор упругой податливости и f - соотношение между объемными долями пьезоэлектрической и магнитострикционной фазы (${}^{p}v/{}^{m}v$). Выразим тензор упругих напряжений пьезоэлектрического материала ${}^{p}T_n$ из уравнения (1.20).Учитывая граничные условия (15), подставим полученное уравнение в (11):

$$ {}^{p}D_k = (\varepsilon^{T}_{kl} - k_c d_{km} s^{-1}_{mn} d_{ln})\,{}^{p}E_l + k_c d_{km} s^{-1}_{mn}({}^{m}S_{0n}(H_0) + q_{jn}(H_0)\,{}^{m}H_j), \text{ для } m, n = 1, 2, 6. \tag{1.21} $$

Так как магнитный слой изготовлен из проводящего материала, электрическое смещение в нем будет равно нулю. Запишем уравнение (1.21) с учетом граничных условий (1.18) и (1.19), тогда получим ${}^{p}D_3$ в виде функции электрического и магнитного полей:

$$ {}^{p}D_3 = (\varepsilon^{T}_{33} - k_c d_{3m} s^{-1}_{mn} d_{3n})\,{}^{p}E_3 + k_c d_{3m} s^{-1}_{mn}({}^{m}S_{0n}(H_0) + q_{jn}(H_0)\,{}^{m}H_j), \text{ для } m, n = 1, 2, 6 \tag{1.22} $$

Рассмотрим режим «холотого хода» ($I = \int_A {}^{p}\dot{D}_3\, dA = 0$, где I - ток через образец в направлении Z). Дифференцируя уравнение ${}^{p}E_3$ по ${}^{m}H_k$, получим искомый МЭ коэффициент [80]:

$$ \alpha_{E3k}(H) = \frac{\partial {}^{p}E_3}{\partial {}^{m}H_k}(H) = \frac{-k_c d_{3m} s^{-1}_{mn} q_{kn}(H)}{\varepsilon^{T}_{33} - k_c d_{3m} s^{-1}_{mn} d_{3n}} \tag{1.23} $$

Анализ уравнения (1.23) показывает, что МЭ коэффициент будет выше в композитных материалах, в которых пьезоэлектрическая фаза будет обладать большими пьезоэлектрическими коэффициентами (d_{3m}), малой диэлектрической проницаемостью (ε^{T}_{33}), малыми продольными и поперечными коэффициентами упругой податливости (${}^{p}s^{E}_{11} + {}^{p}s^{E}_{12}$). Магнитострикционная фаза должна иметь большие продольные и поперечные пьезомагнитные коэффициенты (${}^{m}q_{k1} + {}^{m}q_{k2}$) и малые продольные и поперечные коэффициенты упругой податливости (${}^{m}s^{E}_{11} + {}^{m}s^{E}_{12}$). Также

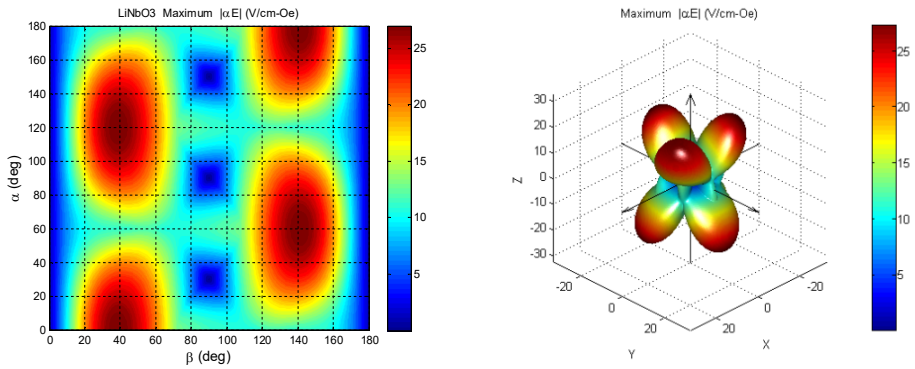
отношение толщин пьезоэлектрического и магнитострикционного слоев должно быть как можно меньше (малый коэффициент *f*), что увеличит упругое напряжение ${}^{p}T_n$, приложенное к пьезоэлектрическому слою через растяжение или сжатие магнитострикционного материала во внешнем магнитном поле.

Существенным потенциалом обладают МЭ композитные материалы на основе монокристаллических пьезоэлектриков из-за высоких значений механической добротности, меньших значений токов утечки по сравнению с керамиками и высокой повторяемости свойств от кристалла кристаллу. Монокристаллические материалы являются анизотропными, т. е. электрические и упругие свойства зависят от кристаллографической ориентации кристалла. Поэтому для получения максимального МЭ коэффициента в таких композитах необходимо найти оптимальную с точки зрения уравнения (1.23) ориентацию кристалла.

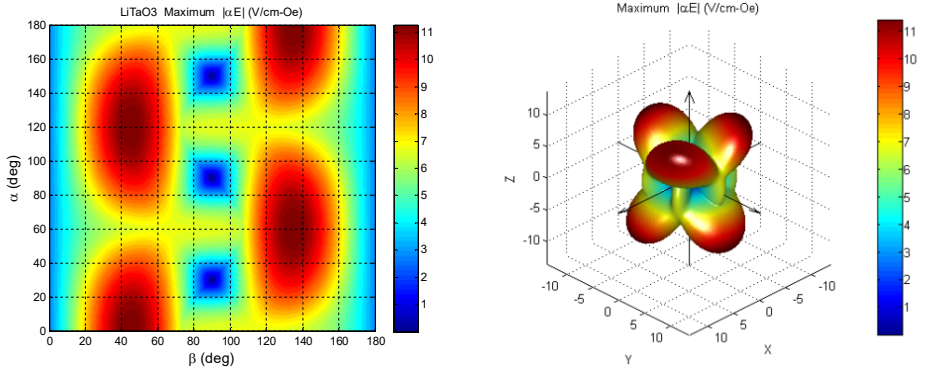
В работе [80] были проведены расчёты и моделирование МЭ коэффициента в зависимости от кристаллографического среза пьезоэлектрического материала с целью получить максимальные значения МЭ эффекта для структуры, представленной на рисунке 1.6 (а). В качестве магнитострикционного слоя использовали пластину метгласа размерами 10 x 10 x 0.029 мм^3. Было принято, что метглас идеально соединен (k=1) с пьезоэлектрическим кристаллом размерами 10 x 10 x 0.5 мм^3. В работе были рассчитаны МЭ коэффициенты для следующих пьезоэлектрических кристаллов: LN, α-$GaPO_4$, α-кварц, лангатат (LGT, $Ca_3Ga_2Ge_4O_{14}$), лангасит (LGS, $La_3Ga_{5.5}SiO_{14}$), AlN, $LiTaO_3$, $BaTiO_3$, PZT-2, PMN-33%PT ([111] поляризованный), PMN-30%PT ([011] поляризованный), PMN-33%PT ([001] поляризованный), PZN-9%PT ([011] поляризованный) и PZN-8%PT ([001] поляризованный) [80]. Результаты вычислений максимальных МЭ коэффициентов представлены на рисунке 1.7. Однако свойства материала обычно описываются в собственных кристаллографических координатах (xyz), поэтому их необходимо преобразовать в координаты структуры (XYZ) для использования в уравнении (1.23). Для этого вводится матрица поворота a_{ij}, описывающая последовательный поворот на три угла Эйлера (α, β, γ). Схема данного преобразования представлена на рисунке 6(б). Тогда матрица поворота будет следующей [85]:

$$a_{ij} = \begin{bmatrix} \cos(\gamma)\cos(\alpha) - \cos(\beta)\sin(\alpha)\sin(\gamma) & \cos(\gamma)\sin(\alpha) + \cos(\beta)\cos(\alpha)\sin(\gamma) & \sin(\gamma)\sin(\beta) \\ -\sin(\gamma)\cos(\alpha) - \cos(\beta)\sin(\alpha)\cos(\gamma) & -\sin(\gamma)\sin(\alpha) + \cos(\beta)\cos(\alpha)\cos(\gamma) & \cos(\gamma)\sin(\beta) \\ \sin(\beta)\sin(\alpha) & -\sin(\beta)\cos(\alpha) & \cos(\beta) \end{bmatrix}. \quad (1.24)$$

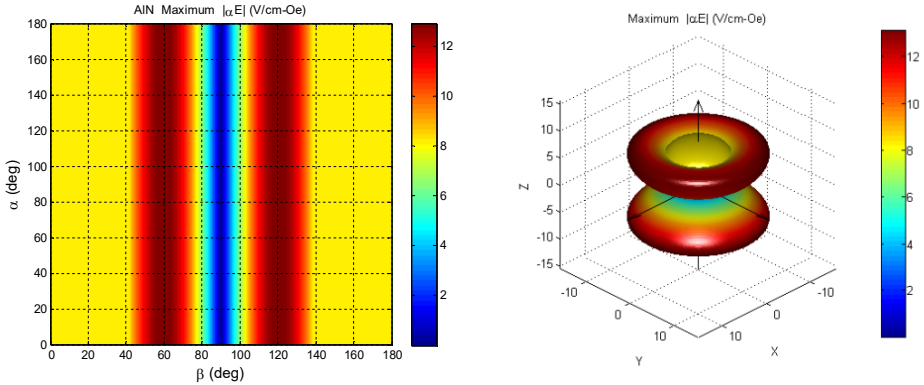
Данная матрица описывает последовательность трех элементарных вращений: первое вокруг оси Z на угол α, второе вокруг оси X на угол β и третье снова вокруг оси Z на угол γ. В этом случае после применения матрицы поворота к кристаллу углы α и β будут определять вектор, нормальный к плоскости композитной структуры, а угол γ будет определять ориентацию боковых граней композитной структуры в этой плоскости (и, следовательно, направление приложенных в плоскости магнитных полей) [80]. Таким образом, на рисунке 1.7 показаны максимальные абсолютные поперечные МЭ коэффициенты (в диапазоне всех углов γ) как функция углов α и β.


LiNbO3 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)
Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

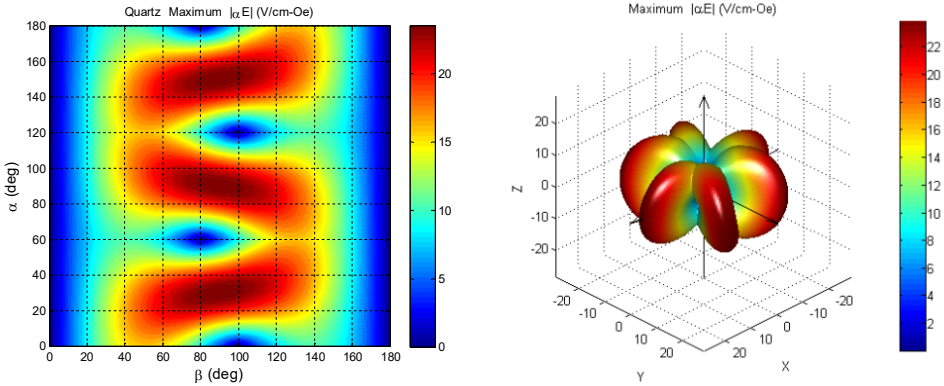
(а)


LiTaO3 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)
Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

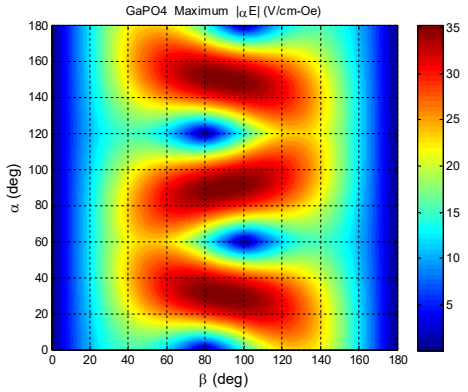
(б)

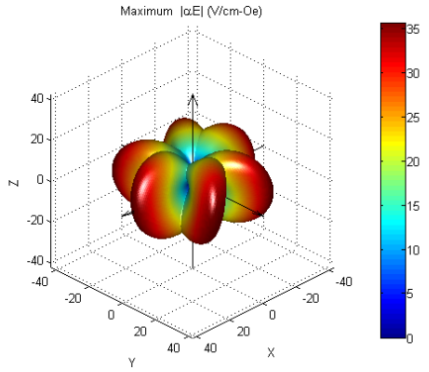

AlN Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)
Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

(в)

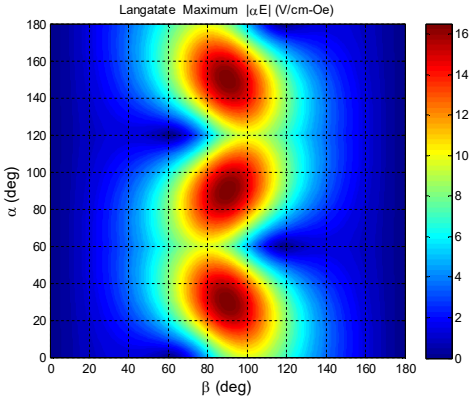

Quartz Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)
Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

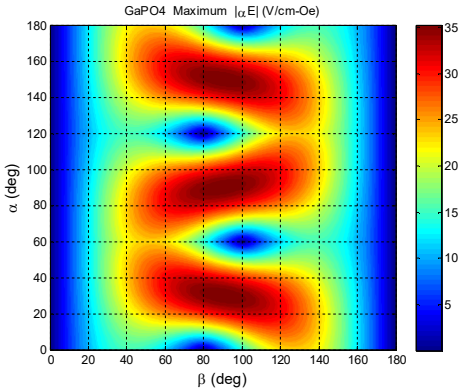
(г)


GaPO4 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)

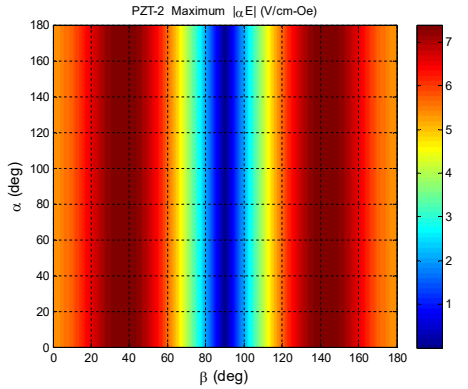

Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

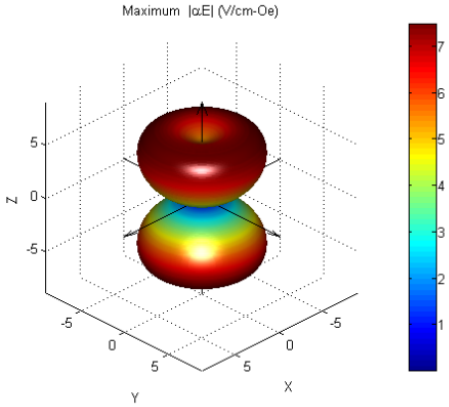
(д)


Langatate Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)

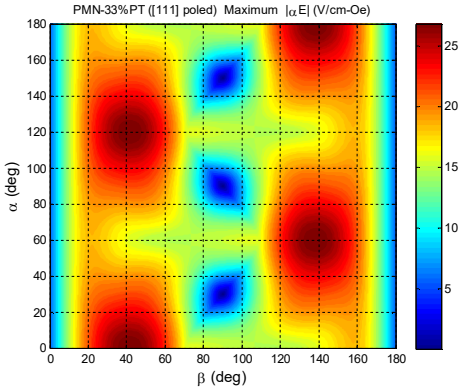

GaPO4 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)

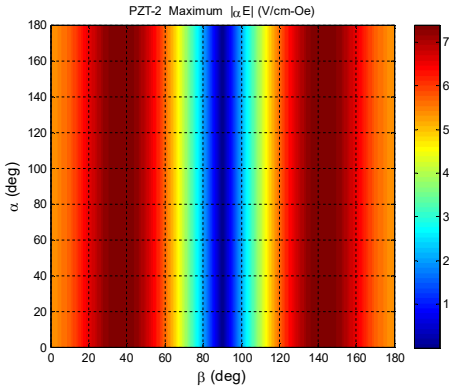
(ж)


PZT-2 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)

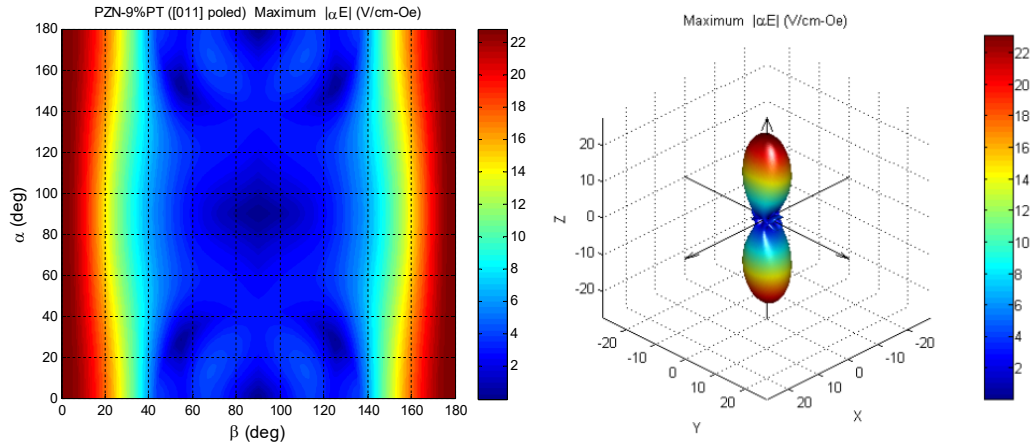

Maximum |αE| (V/cm-Oe)
Z
Y
X

(з)


PMN-33%PT ([111] poled) Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)


PZT-2 Maximum |αE| (V/cm-Oe)
α (deg)
β (deg)

(е)



(и)

Рисунок 1.7 – Контурные графики и поверхности для $|\alpha_{E3i}|$, которые показывают максимальное абсолютное значение поперечного МЭ коэффициента напряжения (при $0 < \gamma < 180°$), как функцию угла среза кристалла (от углов α и β) для трехслойного МЭ композита, где в качестве пьезоэлектрического кристалла использовали следующие материалы: (а) $LiNbO_3$, (б) $LiTaO_3$, (в) AlN, (г) α-кварц, (д) α-$GaPO_4$, (ж) лангатат, (з) PZT-2, (е) PMN-33%PT (поляризованный вдоль [111]), PZN-9%PT (поляризованный вдоль [011]) [80].

Максимальный МЭ коэффициент, вычисленный для структуры на основе LN, составил 27 В/(см·Э) для кристалла с ориентацией $\alpha = 0°$, $\beta = 39°$ и $\gamma = 90°$, на коммерческом языке чаще обозначаемый как *y*+129°-срез. В тоже время $LiTaO_3$, очень близкий к $LiNbO_3$ и имеющий ту же симметрию, показал значение МЭ коэффициента, равное 11.4 В/(см·Э), что в 2.36 раза меньше, чем у ниобата лития. Данную разницу можно объяснить меньшими значениями пьезоэлектрического коэффициента при сравнимых значениях диэлектрических констант. Максимальный эффекта для танталата лития наблюдается для среза кристалла *y*+45°, или в терминах углов Эйлера $\alpha = 0°$, $\beta = 45°$ and $\gamma = 90°$. Для пьезоэлектрического кристалла AlN с гексагональной симметрией 6mm МЭ коэффициент составил 13.06 В/(см·Э) для направления $0° \leq \alpha < 360°$, $\beta = 60°$ и $\gamma = 90°$.

α-$GaPO_4$ и α-кварц - бессвинцовые пьезоэлектрические кристаллы с тригональной симметрией (точечная группа 32). Они так же, как и ниобат лития, имеют сравнительно большое соотношение между пьезоэлектрическими и диэлектрическими константами. Максимальный МЭ коэффициент для α-$GaPO_4$ равен 35.6 В/(см·Э), что является достаточно большим значением и максимальным среди материалов, исследованных в статье [80]. Данный максимальный МЭ коэффициент соответствует срезу кристалла $\alpha = 90°$, $\beta = 90°$ и $\gamma = 12°$. α-Кварц также демонстрирует достаточно большой МЭ коэффициент, сравнимый с кристаллами LN, равный 23.8 В/(см·Э). Оптимальный срез кристалла соответствует углам Эйлера $\alpha = 90°$, $\beta = 90°$ и $\gamma = 11°$.

Для кристалла лангатата, который также относится к точечной группе 32, максимальный МЭ коэффициент соответствует срезу кристалла $\alpha = 90°$, $\beta = 90°$, $\gamma = 24°$ и равен 16.7 В/(см·Э). Пьезоэлектрические коэффициенты для лангатата сравнимы с коэффициентами α-$GaPO_4$, но при этом кристалл обладает большими значениями диэлектрических констант, что приводит к

уменьшению МЭ эффекта.

Также в расчётах были рассмотрены [80] следующие пьезоэлектрические материалы на основе свинца PZT-2, PMN-33%PT (поляризованный вдоль направления [111]) и PZN-9%PT (поляризованный вдоль направления [011]). PZT-2 является одним из наиболее часто используемых на практике пьезоэлектрических материалов. Однако данный материал показал наименьший МЭ коэффициент (7,5 В/(см·Э)) среди всех пьезоэлектрических материалов, рассмотренных в работе [80]. Максимальный МЭ коэффициент соответствует направлению $0° \leq \alpha < 360°$, $\beta = 37°$ и $\gamma = 90°$. Малый МЭ коэффициент связан с большими значениями диэлектрических констант в PZT-2 [87].

PMN-33%PT ([111] поляризованный) принадлежит к семейству пьезоэлектрических кристаллов на основе свинца с тригональной симметрией (3m), которые демонстрируют рекордные значения пьезоэлектрических констант и коэффициентов электромеханической связи [88, 89]. Максимальный МЭ коэффициент для среза кристалла $\alpha = 0°$, $\beta = 42°$, $\gamma = 90°$ составил 27 В/(см·Э), что совпадает со значением для ниобата лития и является наибольшим значением среди исследованных в статье [80] кристаллов на основе свинца.

Для другого интересного по своим пьезоэлектрическим свойствам кристалла PZN-9%PT ([011] поляризованный) с орторомбической симметрией (mm2) [90] был расчитан максимальный МЭ коэффициента. Данный материал продемонстрировал значение 23 В/(см·Э). Максимальный МЭ эффект соответствует Z-срезу кристалла.

Стоит отметить работу [81], в которой провели расчеты МЭ эффекта для двухслойной структуры, представленной на рисунке 1.8. В качестве магнитострикционного слоя в работе использовали терфенол-Д ($Tb_{0.27}Dy_{0.73}Fe_2$) и $CoFe_2O_4$, пьезоэлектрическими материалами являлись LN и PZT-5A. Соотношение толщин было выбрано равным единице.

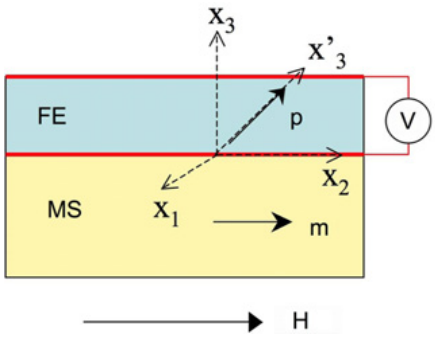


Рисунок 1.8 – Двухслойная структура МЭ композитного материала, исследованная в работе [81],с обозначением магнитострикционного и пьезоэлектрического слоёв и системой координат.

Для двуслойной структуры LN / терфенол-Д максимальный поперечный МЭ коэффициент составил 8.7 В/(см·Э) для оптимального среза кристалла $\alpha = 0°$, $\beta = 40°$, $\gamma = \pm 90°$ (рисунок 1.9), что согласуется с представленными ранее результатами. Разница в амплитуде МЭ коэффициента может быть связана со свойствами магнитострикционного материала. У метгласа на порядок меньше

константы упругой податливости по сравнению с терфенолом-Д ($Tb_{0.27}Dy_{0.73}Fe_2$) [81, 82, 91, 92].

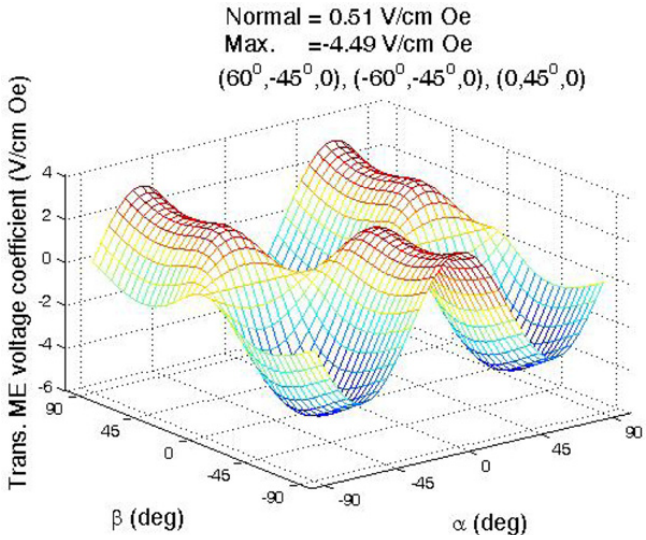


Рисунок 1.9 – Поперечный МЭ коэффициент как функция углов α и β для структуры LN / терфенол-Д [81].

Композитная структура на основе PZT-5A / терфенол-Д с оптимальной ориентацией $0° \leq \alpha < 180°$, $\beta = 0°$ и $\gamma = 0°$ продемонстрировала значение поперечного МЭ коэффициента 1 В/(см·Э). Результаты расчетов представлены на рисунке 1.10.

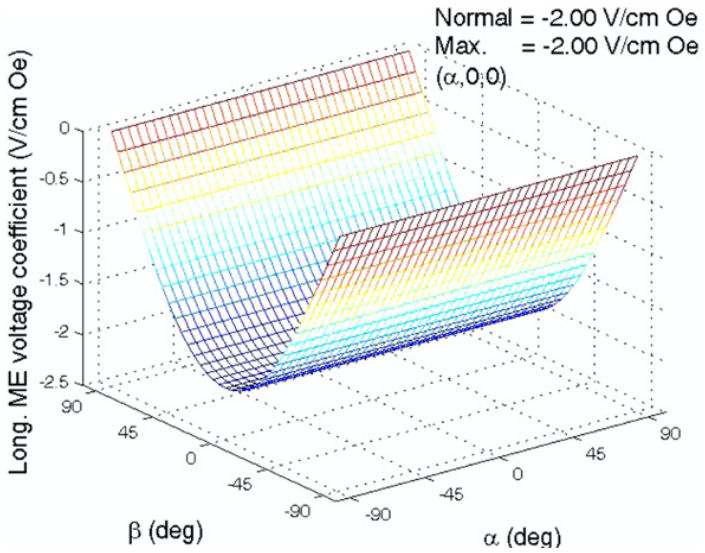
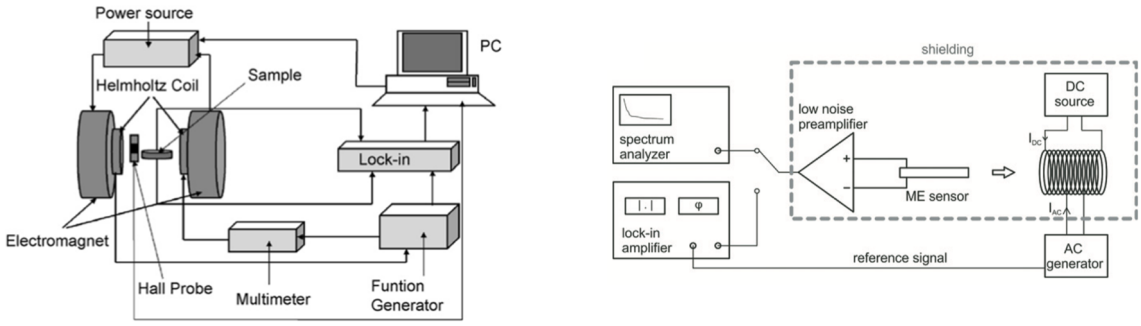


Рисунок 1.10 – Поперечный МЭ коэффициент для структуры PZT-5A / терфенол-Д в зависимости от ориентации пьезоэлектрического материала [81].

1.3 МЭ эффект в композитных мультиферроиках

В подавляющем большинстве работ, посвящённых исследованию МЭ эффекта в композитных мультиферроиках, используют технику измерения МЭ коэффициента динамическим методом [93–96]. Идея метода заключается в том, чтобы измерять эффективное значение небольшого переменного электрического напряжения (V_{out}), возникающего на образце, при приложении к нему небольшого переменного магнитного поля (δH). Значение МЭ коэффициента может быть получено из выражения $\alpha_{ME} = V_{out}/(t \cdot \delta H)$, где t – толщина пьезоэлектрического слоя МЭ композитного материала. Для реализации динамического метода используют следующие приборы: синхронный детектор (или осциллограф), генератор сигнала, катушки Гельмгольца (соленоид, электромагнит), усилитель тока, мультиметр. Варианты реализации данной системы представлены на рисунке 1.11. Такая система позволяет получить информацию о влиянии ряда параметров (материалы композитной структуры, связь между компонентами в композитной структуре, режим работы МЭ образца, методы получения материалов и т.д.) на величину МЭ эффекта, а также предсказать МЭ материалы, наиболее подходящие для разных применений.



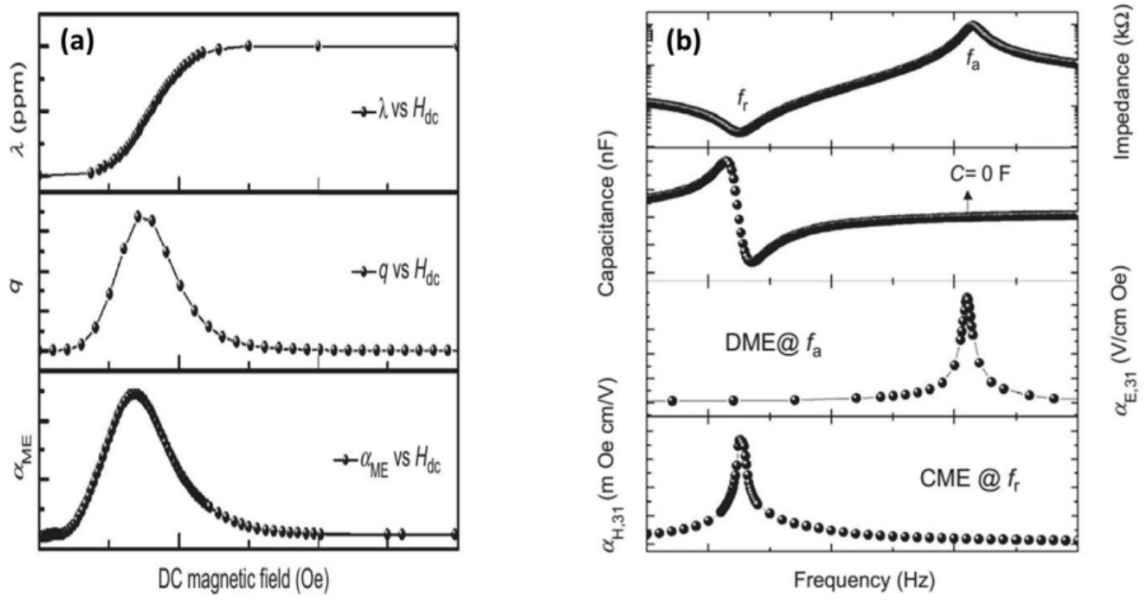
(а) (б)

Рисунок 1.11 – Измерительные системы МЭ эффекта при помощи динамического метода (а) с использованием электромагнита для подачи постоянного магнитного поля на образец [93] и (б) экранированная измерительная система с соленоидом для подачи переменного и постоянного магнитного поля [96]

Этот метод также позволяет измерять фазовый сдвиг полезного сигнала относительного поданного сигнала на катушки Гельмгольца и изменение фазового сигнала от образца в процессе измерения. Изменяя величину постоянного магнитного поля, можно исследовать МЭ эффект в различных рабочих точках магнитострикционного материала, а изменяя частоту переменного магнитного поля, можно изучить отклик образца при различных частотах магнитного поля. Поскольку переменный МЭ сигнал отклика от образца в этом методе измеряется с помощью синхронного детектора в узкой окрестности вблизи частоты возбуждения, шум и другие паразитные

наводки значительно уменьшаются из-за фильтрации сигнала и по частоте, и по фазе [97], что позволяет измерять слабые электрические сигналы от МЭ образцов.

Как показано в формуле 1.23 МЭ коэффициент α_{ME} пропорционален пьезомагнитному коэффициенту магнитострикционного материала $q_{ij} = \partial\lambda_{ij}/\partial H$. Коэффициент магнитострикции λ_{ij} имеет нелинейную зависимость от постоянного магнитного поля для большинства магнитных материалов. Типичная зависимость коэффициента магнитострикции от постоянного магнитного поля для такого класса магнитных материалов как аморфные металлические стёкла представлена на рисунке 1.12 (а). Таким образом существует постоянного магнитное поле, при котором пьезомагнитный коэффициент максимален [98]. Значение этого магнитного поля называют рабочей точкой композитного МЭ материала, т.к. при данном значение магнитного поля наблюдается максимальный МЭ эффект.



(а) (б)

Рисунок 1.12 – (а) Типичные зависимости магнитострикции, пьезомагнитного и МЭ коэффициентов от постоянного магнитного поля. (б) Зависимости импеданса, ёмкости, прямого и обратного МЭ коэффициентов от частоты модулирующего магнитного поля для композитного мультиферроика [7].

Другой важной характеристикой композитных мультиферроиков является зависимость МЭ коэффициента от переменного магнитного поля (рисунок 1.12 (б)). В зависимости от геометрии структур на определенной частоте можно наблюдать многократное увеличение МЭ коэффициента, что соответствует электромеханическому резонансу образца. Величина прямого МЭ коэффициента достигает максимума на антирезонансной частоте (f_a) [99].

По данным, представленным на рисунке 1.5, наибольший МЭ эффект наблюдается в слоистых композитных мультиферроиках. Такие структуры можно разделить на четыре основных категории в зависимости от того, как направлены намагниченность (М) магнитострикционного слоя

и поляризация (P) пьезоэлектрического слоя друг относительно друга. Основные четыре типа структур и три производных от них представлены на рисунке 1.13 [4].

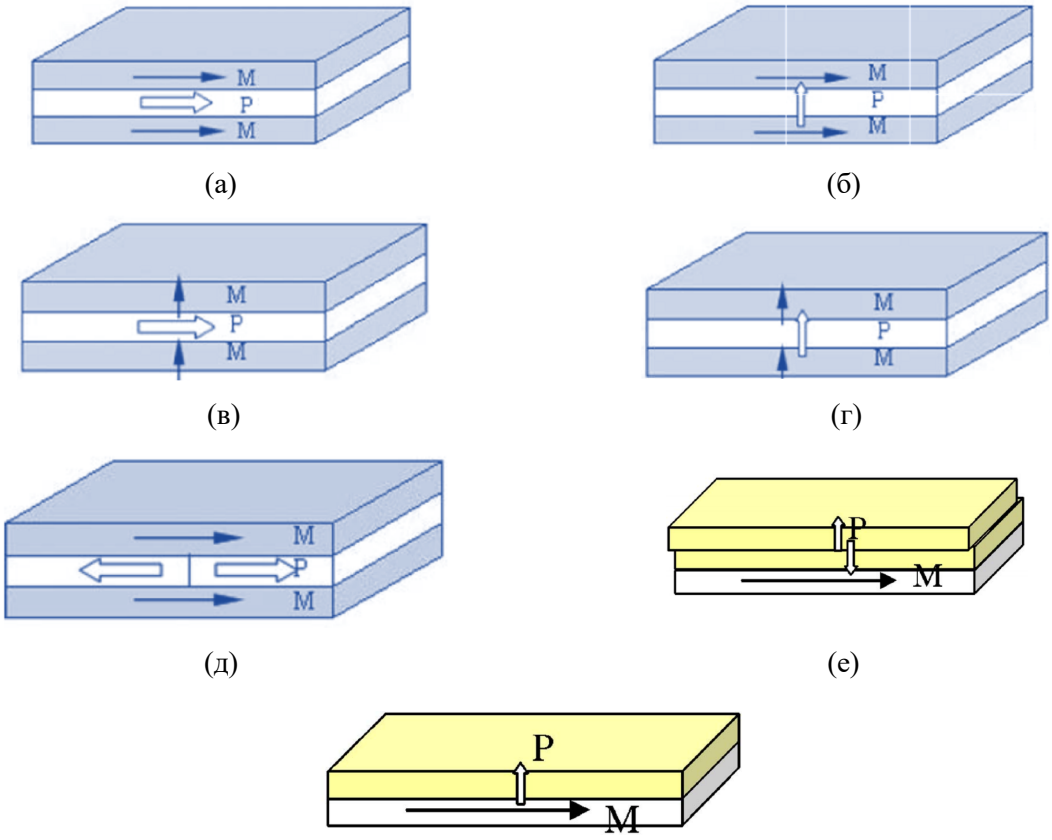


Рисунок 1.13 – Схематическое изображение слоистых композитных материалов, состоящих из магнитострикционного и пьезоэлектрического слоёв с разным направлением вектора поляризации (P) и намагниченности (M) со следующими конфигурациями структур: (а) «продольный (M) – продольный (P)» (*L*-*L*), (б) «продольный (M) – поперечный (P)» (*L*-*T*), (в) «поперечный (M) – продольный (P)» (*T*-*L*), (г) «поперечный (M) – поперечный (P)» (*T*-*T*), (д) конфигурация (*L*-*L*) с симметричной поляризацией пьезоэлектрика (P) относительно центральной разделяющей линии (*push-pull*) [30], (е) биморфный композитный материал, (ж) однодоменный композитный материал с одним магнитострикционным слоем [4].

В случае пьезоэлектрических керамик PZT и PMN-PT было показано [100], что максимальный МЭ эффект можно получить для конфигурации композита со структурой *L*-*L*. Это объясняется наибольшим пьезоэлектрическим коэффициентом d_{33} в PZT и PMN-PT. С целью устранения данных недостатков была предложена [30, 101, 102] модифицированная структура с симметричной поляризацией пьезоэлектрического слоя относительно центральной линии (рисунок 1.13 (д)). Данная конфигурация называется *push-pull* [101]. Конструкция *push-pull* позволяет повысить значение снимаемого напряжения в два раза по сравнению с обычной *L*-*L* конфигурацией. Было предложено использовать в качестве пьезоэлектрического материала пьезофайбер из PZT с

нанесенным на его поверхность встречно-штыревые (ВШ) электроды [103]. В качестве магнитострикционного материала использовали метглас, которой наносили при помощи эпоксидного клея с двух сторон на пьезоэлектрический материал. Схематичное послойное изображение композитной структуры пьезофайбер / метглас (*L-L*) и измеренная зависимость МЭ коэффициента от частоты магнитного поля представлены на рисунке 1.14.

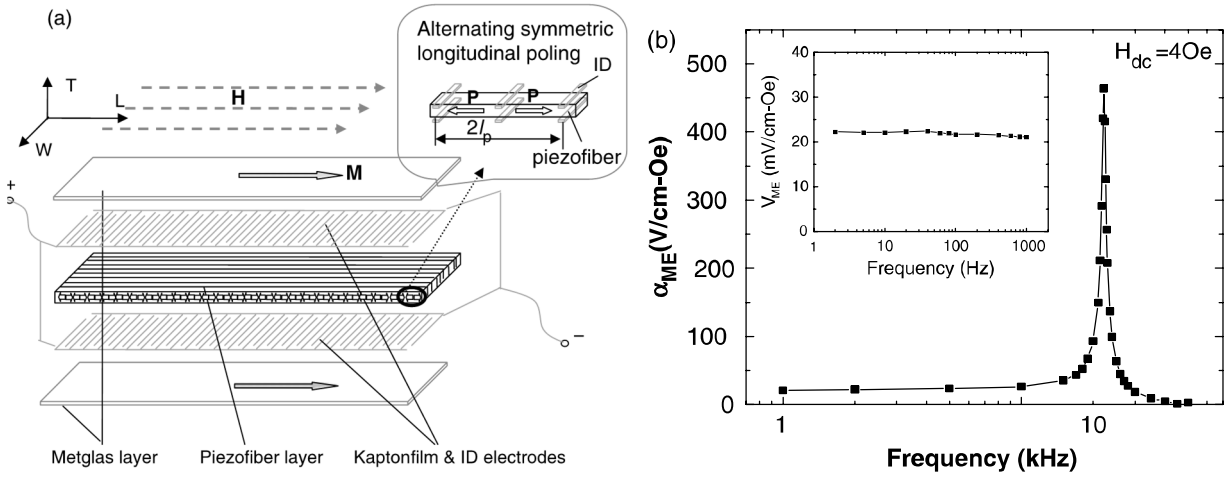


Рисунок 1.14 – (а) Послойная схема композитного мультиферроика пьезофайбер / метглас (*L-L*). (б) Зависимость МЭ коэффициента от частоты модулирующего поля для данной структуры. На вставке к графику представлена низкочастотная часть зависимости МЭ коэффициента от частоты магнитного поля [103].

Пьезофайбер был выполнен из керамики PZT-5A толщиной 100 мкм, шириной 350 мкм и длиной 30 мм. Ширина метгласа равна 7 мм, а его длина 100 мм. Для того, чтобы изолировать ВШ электроды от проводящего метгласа, между ними была проложена плёнка полиимида. Пьезофайбер состоит из множества чередующихся симметричных продольно поляризованных блоков длиной $2l_p$=1 мм, к которым подведены ВШ электроды для сбора зарядов, как показано на вставке к рисунку 1.14 (а). Такая конфигурация увеличивает ёмкость структуры и оптимизирует передачу механического напряжения [104].

На рисунке 1.14 (б) приведены измерения МЭ коэффициента композитной структуры пьезофайбер / метглас (*L-L*) в зависимости от частоты магнитного поля. Максимум МЭ коэффициента соответствует электромеханическому резонансу структуры на частоте 10,5 кГц и составляет ≈ 470 В/(см·Э). На низкой частоте (в диапазоне от 1 Гц до 1000 Гц) МЭ коэффициент слабо зависит от частоты магнитного поля и равен 23 В/(см·Э). Данные измерения проводились при приложении оптимального магнитного поля 4 Э. Использование *push-pull* МЭ композитных материалов позволило получить один из максимальных МЭ коэффициентов вне электромеханического резонанса для композитных мультиферроиков.

Другая широко используемая конструкция МЭ композитных материалов является *L-T*. В сравнение с *L-L* конфигурацией в *L-T* возможно получить большую электрическую ёмкость МЭ

структур при одинаковых геометрических размерах, что увеличивает МЭ коэффициент [105]. Поперечный пьезоэлектрический эффект меньше, чем продольный практически для всех материалов, что является преимуществом для *L-L* конфигурации.

В работе [105] исследовали композитную структуру с конструкцией *L-T* на основе Метглас / $Pb(Zn_{1/3}, Nb_{2/3})O_3$–7 % $PbTiO_3$ (PZN-PT). Схематичное изображение слоёв композитного материала представлено на рисунке 1.15.

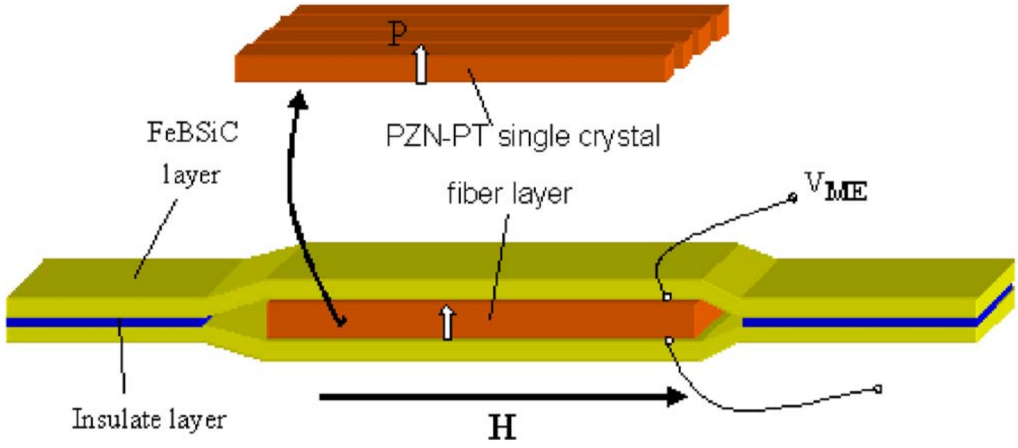


Рисунок 1.15 – Иллюстрация композитного мультиферроика на основе трехслойного материала FeBSiC / PZN-PT пьезофайбер / FeBSiC с конструкцией *L-T*. Вектор *P* обозначает направление поляризации в слое пьезофайбера PZN-PT [106].

В эксперименте использовали коммерческий аморфный сплав Метглас в качестве магнитострикционного материала и PZN-PT кристалл пьезофайбера, поляризованного вдоль d_{31}, как пьезоэлектрический материал. Магнитострикционные и пьезоэлектрический слои были склеены при помощи эпоксидной смолы. Тонкий кристалл PZN-PT, ориентированный длинной стороной вдоль направления [100], был вырезан в виде столбиков длиной 15 мм, шириной 0.4 мм и толщиной 0.1 мм. Метглас был вырезан длиной 100 мм, шириной 5 мм, а его толщина равнялась 25 мкм.

На рисунке 1.16 представлены измерения МЭ коэффициента в квазистатическом и динамическом режиме.

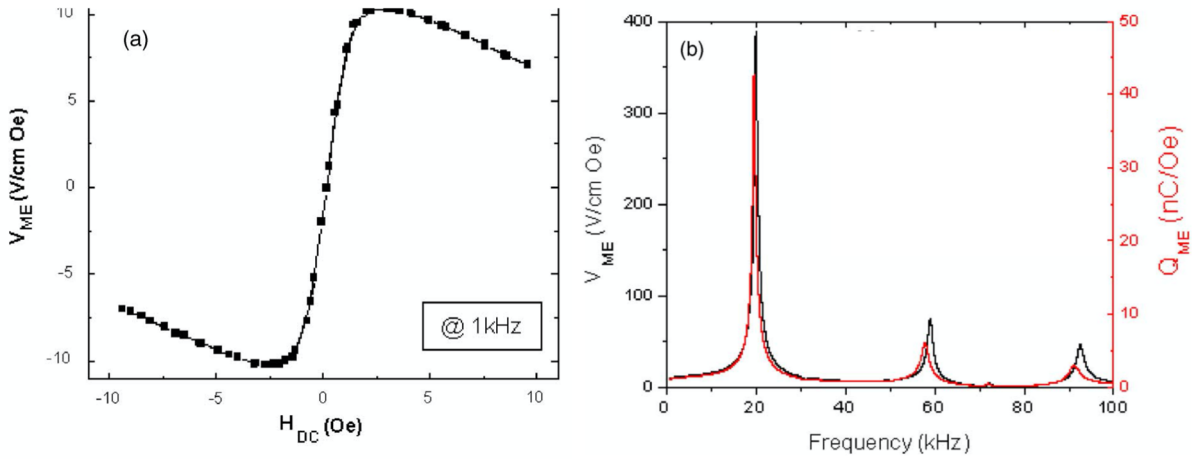


Рисунок 1.16 – (а) Зависимость МЭ коэффициента трехслойного композитного материала FeBSiC / PZN-PT пьезофайбера / FeBSiC от постоянного магнитного поля при частоте модулирующего магнитного поля 1 кГц. (б) МЭ коэффициент как функция частоты переменного магнитного поля при подаче оптимального постоянного магнитного поля H_{dc}=2 Э [106]. Красная кривая соответствует зарядовому МЭ коэффициенту (пересчитан из V_{ME}).

Максимальное значение квазистатического МЭ коэффициента составило 10 В/(см·Э) при постоянном магнитном поле 2 Э. Данный эффект всего в два раза меньше, чем в структуре пьезофайбер / метглас (*L-L*) [103]. Однако динамический МЭ коэффициент на частоте электромеханического резонанса (20 кГц) составил 400 В/(см·Э), что одного порядка в сравнении с предыдущим результатом для конфигурации (*L-L*).

В другой работе авторы статьи [107] предложили использовать в композитном мультиферроике в качестве пьезоэлектрического компонента кристалл PMN-PT, легированный Mn, с поперечным значением пьезоэлектрического коэффициента d_{31}= 1800 пКл/Н и очень низким значением тангенса угла диэлектрических потерь $\tan\delta$ = 0,07 %. Размеры кристалла PMN-PT: 30 x 2 x 0.2 мм^3. В качестве магнитострикционного материала был выбран Метглас ($Fe_{74.4}Co_{21.6}Si_{0.5}B_{3.3}Mn_{0.1}C_{0.1}$). Полученный композитный материал относится к конфигурации *L-T*. Толщина ленты Метгласа составляет 25 мкм, длина 80 мм и ширина 8 мм. Для увеличения МЭ коэффициента в работе было предложено увеличить объём магнитострикционной фазы путём склеивания друг с другом 12 образцов Метгласа. Для создания композитного мультиферроика пьезоэлектрический материал PMN-PT (легированный марганцем) был приклеен при помощи непроводящей эпоксидной смолы к подготовленному многослойному образцу Метгласа. Послойная схема композитного материала и его фотография приведены на рисунке 1.17.

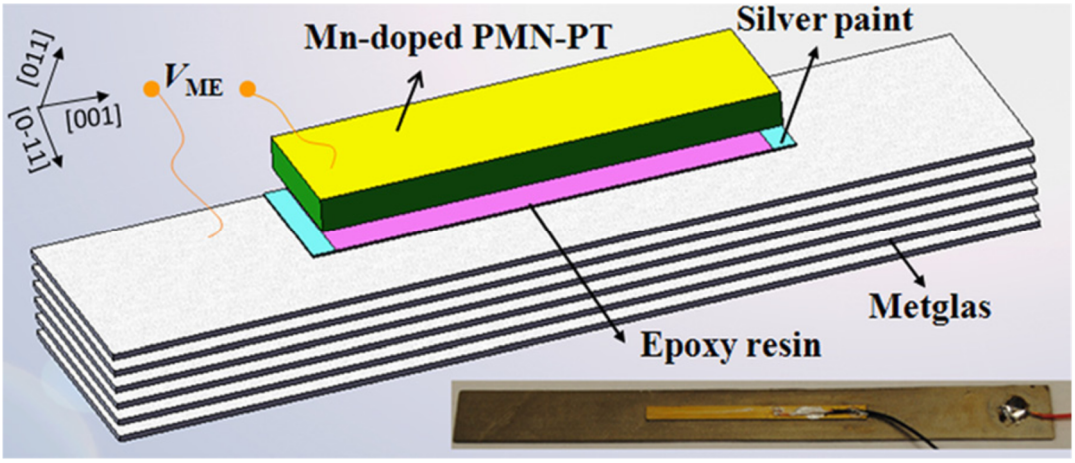


Рисунок 1.17 – Схематическое изображение и фотография композитного мультиферроика на основе структуры метглас / PMN-PT (легированный марганцем) [108].

Квазистатические измерения МЭ коэффициента в зависимости от величины постоянного магнитного поля проводились при подаче переменного магнитного поля H_{ac}= 0.1 Э на частоте 1 кГц. В процессе измерений число слоёв метгласа N уменьшали от 12 до 3. Результаты измерения приведены на рисунке 1.18 (а). На рисунке 1.18 (б) показано измерение зарядового МЭ коэффициента в зависимости от частоты для оптимального числа (N=5) слоёв метгласа при приложении оптимального постоянного магнитного поля.

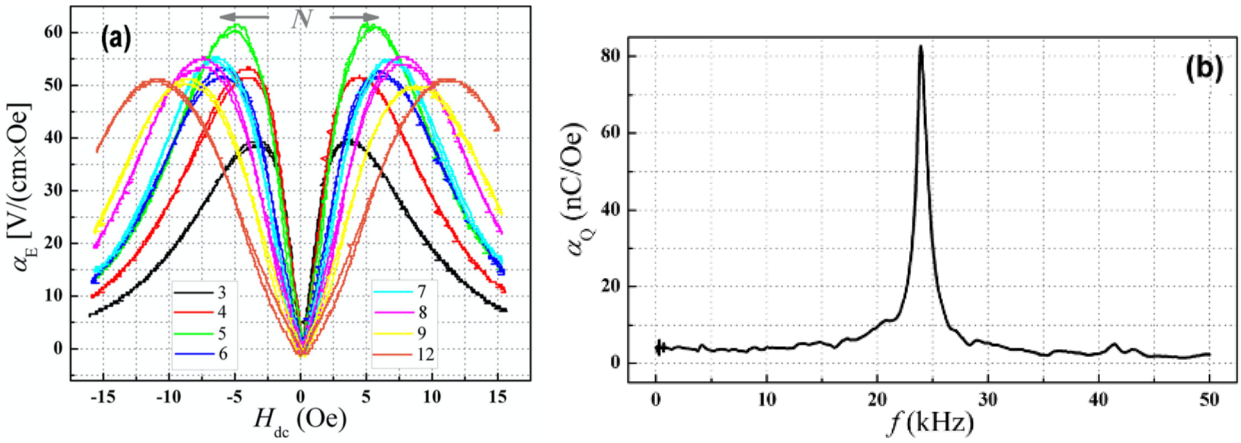


Рисунок 1.18 – (а) МЭ коэффициент как функция постоянного магнитного поля для структуры метглас / PMN-PT, легированный Mn, с разным числом N слоёв метгласа. (б) Зарядовый МЭ коэффициент в зависимости от частоты переменного магнитного поля (H_{ac}= 0.05 Э) при подаче оптимального постоянного магнитного поля H_{dc}= 5 Э для N= 5 [108].

В квазистатических измерениях МЭ коэффициент составил 61.5 В/(см·Э) при числе слоёв метгласа N= 5 и оптимальном значении постоянного поля H_{dc}= 5 Э. Динамические измерения зарядового МЭ коэффициента (α_Q) показывают максимальное значение на частоте продольного электромеханического резонанса структуры f= 25 кГц. Максимальное значение составляет α_Q=

80 нКл/Э, что соответствует МЭ коэффициенту по напряжение $\alpha_E = \alpha_Q/(C \cdot t)$= 1280 В/(см·Э), где C=3120 пФ – это ёмкость пьезоэлектрического материала и t = 0.02 см – толщина пьезоэлектрического слоя.

В большинстве работ для создания композитных мультиферроиков применяют свинецсодержащие сегнетоэлектрические материалы (PZT, PMN-PT, PZN-PT). Однако данные материалы имеют ряд недостатков: низкая температура Кюри, нелинейная зависимость свойств от температуры, значительный механоэлектрический гистерезис и паразитный пироэлектрический эффект [109]. В работе [109] было предложено провести измерения МЭ эффекта в композитных структурах на основе бессвинцовых пьезоэлектрических кристаллов на основе лангатата (LGT, $Ca_3Ga_2Ge_4O_{14}$) x-среза и сравнить с PZT (#APC85) и PMN-PT [001]. В работе были изучены трёхслойные образцы со структурой L-T (рисунок 1.13 (б)). В качестве магнитострикционного слоя был использован пермендюр (сплав Fe-Co-V). Пермендюр обладает большим значением магнитострикции $\lambda \approx 70$ ppm (при $H_{dc} \approx 100$ Э). Тройные структуры P - LGT - P, P - PZT - P и P - PMN-PT - P были подготовлены методом склеивания слоёв пермендюра с пьезоэлектрическим кристаллом при помощи эпоксидного клея. Размеры пьезокристалла LGT и пьезокермики PZT были одинаковы и равны 25 × 4.5 × 0.4 мм^3. Пьезокерамика PMN-PT была немного короче и имела размер 20 × 4.5 × 0.3 мм^3. Слои пермендюра имели одинаковую длину и ширину с пьезоэлектрическим слоем, и толщину 0.16 мм. Были измерены квазистатический МЭ коэффициент в зависимости от приложенного постоянного магнитного поля (рисунок 1.19 (а)) и динамический МЭ коэффициент в зависимости от частоты модуляции магнитного поля (рисунок 1.19 (б)).

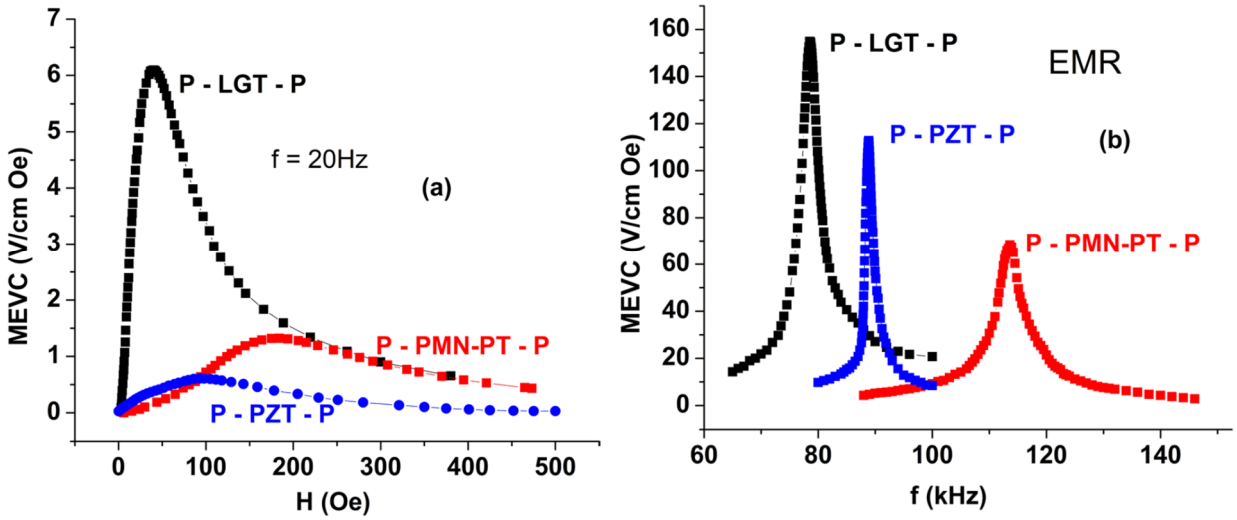
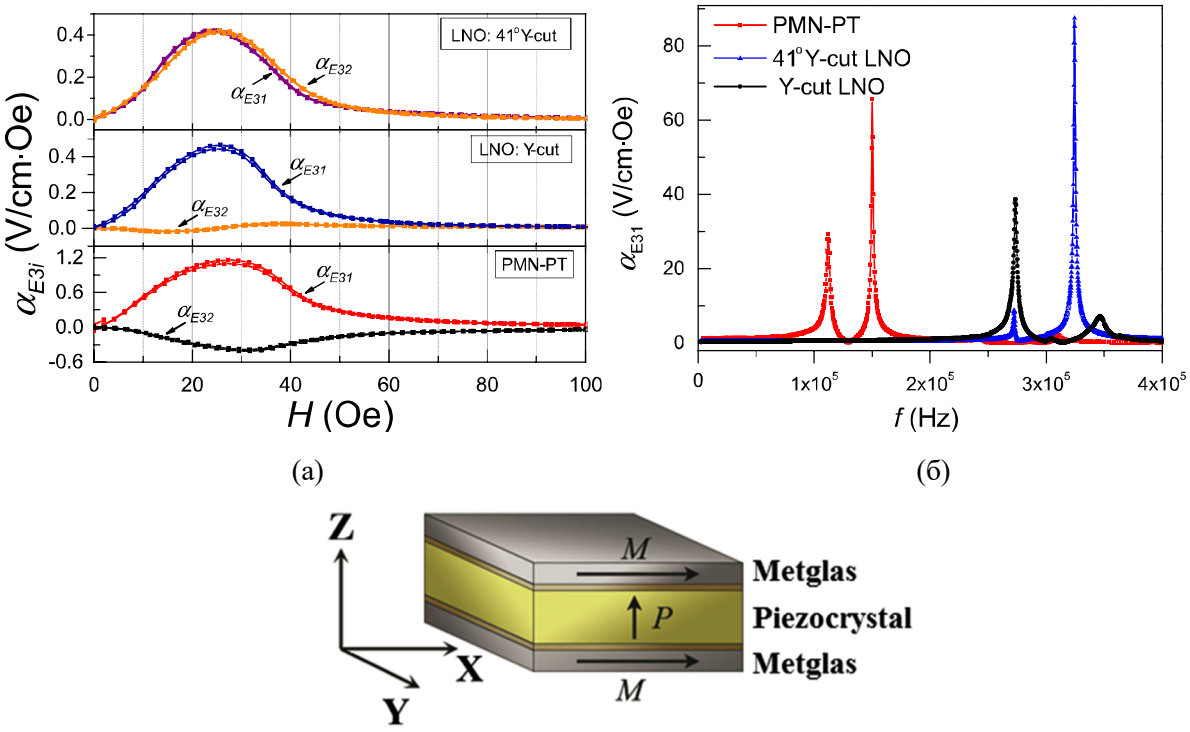


Рисунок 1.19 – (а) Зависимость МЭ коэффициента от постоянного магнитного поля при частоте модулирующего поля 20 Гц и амплитуде H_{ac}= 1 Э. (б) МЭ коэффициент в зависимости от частоты переменного магнитного поля (H_{ac}= 1 Э) при подаче оптимального постоянного магнитного поля. Максимальные значения МЭ коэффициента соответствуют продольному электромеханическому резонансу структур [109].

МЭ коэффициент прямо пропорционален отношению поперечного пьезоэлектрического коэффициента к диэлектрической проницаемости материала (d/ε). Для LGT d_{11}/ε_{11}= 0.25 пм/В, для PZT данное соотношение равно d_{13}/ε_{33}= 0.1 пм/В, и для PMN-PT d_{13}/ε_{33}= 0.15 пм/В. Данное соотношение указывает на то, что МЭ коэффициент должен быть больше в структуре на основе LGT. Действительно наибольший МЭ коэффициент в квазистатических измерениях показал образец на основе P – LGT - P – $\alpha_{\mathrm{E}} = 6.3$ В/(см·Э), затем образец P - PMN-PT - P – $\alpha_{\mathrm{E}} = 1.4$ В/(см·Э), а наименьший МЭ эффект показал образец P - PZT - P – $\alpha_{\mathrm{E}} = 0.6$ В/(см·Э). На резонансной частоте образец P - LGT - P также продемонстрировал наибольший МЭ коэффициент ($\alpha_{\mathrm{E}} = 155$ В/(см·Э)), тогда как структура P - PMN-PT - P показала минимальный МЭ эффект ($\alpha_{\mathrm{E}} = 70$ В/(см·Э)). Таким образом, бессвинцовые пьезоэлектрические материалы с малыми значениями пьезоэлектрического коэффициента могут быть полезны в МЭ композитных структурах и показывать результаты, превосходящие композитные мультиферроики на основе широко применяемых свинецсодержащих сегнетоэлектриков.

В другой работе [18] было проведено исследование МЭ эффекта в композитных образах на основе кристаллов LN в сравнении со структурой на основе кристалла PMN-PT. Сегнетоэлектрические кристаллы ниобата лития обладают рядом преимуществ: относительно низкая стоимость, высокая химическая и температурная стабильность, отсутствие ползучести и механоэлектрического гистерезиса, высокая температура Кюри (1140 °C), они выпускаются промышленностью в больших объемах и обладают отличной воспроизводимостью свойств. В работе в качестве пьезоэлектрической фазы МЭ образца были предложены кристаллы LN со срезами *y*+41°и *y*, а также PMN-PT (011)-среза поляризованного параллельно направлению ⟨011⟩ (вдоль толщины образца). Все образцы были квадратной формы и имели размер 10 × 10 × 0.5 мм^3. В качестве магнитострикционного слоя использовали Метглас толщиной 29 мкм. Трехслойные образцы со структурой *L-T* (рисунок 1.20 (г)) были подготовлены при помощи склеивания эпоксидным клеем. Измерения МЭ коэффициента были проведены для двух направлений (*x* и *y*) в плоскости образцов. Измерения в разных направлениях необходимы из-за анизотропии пьезоэлектрического эффекта в кристаллах LN и PMN-PT. В кристалле PMN-PT при растяжении вдоль направления *x* пьезоэлектрический коэффициент равен d_{31}= -1700 пм/В и d_{32}= 850 пм/В в направлении *y*. Диэлектрическая проницаемость ε_{33} (вдоль толщины образца), измеренная при частоте *f*=1 кГц, составляет 4440. Для кристаллов LN *y*+41°-среза и *y*-среза пьезоэлектрические коэффициенты равны d_{31}= -16 пм/В и d_{32}= -17.5 пм/В, d_{31}= -20.8 пм/В и d_{32}= 0 пм/В, соответственно. Диэлектрические проницаемости ε_{33} данных кристаллов равны 45 и 69 для *y*+41°-среза и *y*-среза, соответственно. Таким образом, можно ожидать, что в определённом направлении МЭ коэффициент будет больше, чем в других.

МЭ коэффициент был измерен в двух режимах: квазистатическом ($\alpha_{\mathrm{E}3i}$ в зависимости от постоянного магнитного поля) и динамическом ($\alpha_{\mathrm{E}31}$ в зависимости от частоты магнитного поля). Амплитуда переменного магнитного поля была равна H_{ac}= 1 Э. Квазистатические измерения проводили на частоте 5 кГц. Результаты измерений представлены на рисунке 1.20 [18].



(а) (б)

(г)

Рисунок 1.20 – (а) Квазистатические измерения прямого МЭ коэффициента в зависимости от величины постоянного магнитного поля вдоль направлений *x* и *y* в структурах метглас / пьезоэлектрик / метглас. (б) Динамические измерения МЭ коэффициента в зависимости от частоты магнитного поля при приложенном оптимальном постоянном магнитном поле H_{dc}= 30 Э. (г) Схематичное изображение трехслойной *L-T* структуры с направлениями осей и обозначением электродов [18].

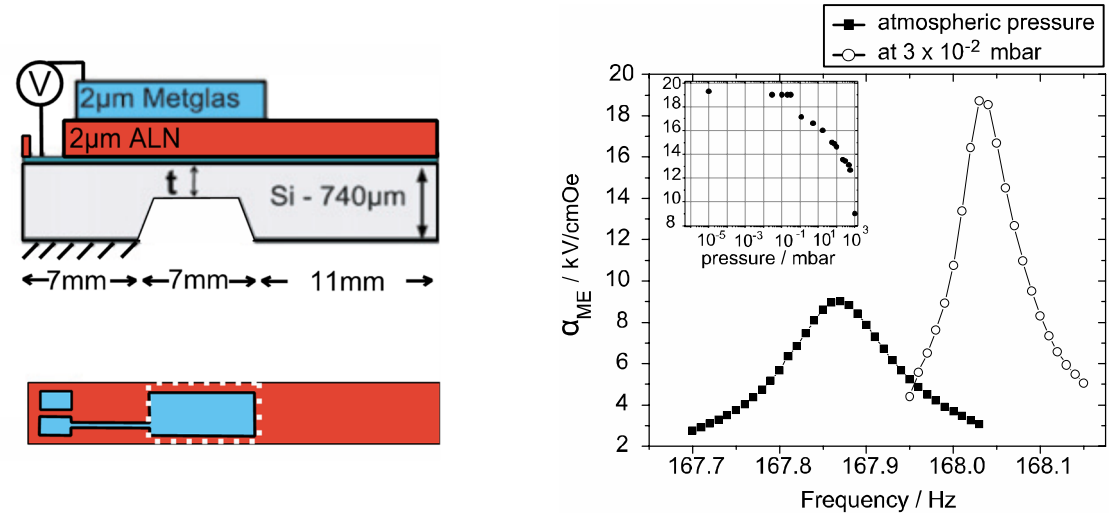
Трёхслойная композитная структура на основе кристалла LN *y*-среза обладает в квазистатическом случае (рисунок 1.20 (а)) МЭ коэффициентом α_{E31}= 0.46 В/(см·Э) при направлении магнитного поля вдоль оси *x*, в то время как α_{E32}= -0.024 В/(см·Э) при направлении магнитного поля вдоль оси *y*, что на порядок величины меньше. В идеальном случае α_{E32} должно быть равно нулю из-за нулевой величины пьезоэлектрического коэффициента направлении *y*, однако в эксперименте существуют паразитные сигналы в виде электромагнитной индукции Фарадея и других наводок на измерительную систему, что приводит к появлению ненулевого сигнала. В работе проведена коррекция измеряемого МЭ коэффициента на данную величину. Для структуры на основе кристалла PMN-PT МЭ коэффициент равен α_{E31}= 1.15 В/(см·Э), что соответствует направлению наибольшего пьезоэлектрического эффекта (d_{31}), когда как МЭ коэффициент α_{E32}= -0.41 В/(см·Э) меньше более чем в два раза. С другой стороны, для композитного мультиферроика на основе LN *y*+41°-среза наблюдается изотропное поведение МЭ коэффициента для данных двух направлений (*x* и *y*) $\alpha_{E31} \approx \alpha_{E32}$= 0.42 В/(см·Э). Таким образом, выбирая правильный срез кристалла, можно достаточно сильно менять МЭ свойства трёхслойных

композитных мультиферроиков. Отметим, что в квазистатическом режиме измерений оптимальное магнитное поле (соответствующее максимальному значению α_{E3i}) для всех трёх структур было около 25 Э. Структура на основе PMN-PT показала МЭ коэффициент в три раза больший, чем на основе кристаллов LN.

По результатам измерений зависимости МЭ коэффициента от частоты магнитного поля было обнаружено, что на частоте продольного электромеханического резонанса композитные мультиферроики на основе LN могут иметь больший МЭ отклик, чем структуры на основе PMN-PT (рисунок 1.20 (б)). Для трёхслойной структуры на основе LN *y*+41°-среза МЭ коэффициент составил 90 В/(см·Э), в то время как для PMN-PT всего 70 В/(см·Э) на резонансной частоте. Таким образом, трехслойные композитные мультиферроики на основе кристаллов LN могут быть использованы в качестве альтернативы МЭ структур на основе свинецсодержащих пьезоэлектриков.

Другим интересным направлением в развитии композитных МЭ материалов стали тонкоплёночные образцы, в которых функциональные слои пьезоэлектрического и магнитострикционного материала напыляются на подложку кремния методом магнетронного распыления мишени [96, 110, 111]. В качестве пьезоэлектрического материала используют AlN. Магнитострикционный материал - Метглас ($Fe_{70.2}Co_{7.8}Si_{12}B_{10}$). Послойная схема данного композитного материала представлена на рисунке 1.21 (а). Консольное закрепление структуры позволяет наблюдать низкочастотный изгибный резонанс, при котором происходит усиление МЭ сигнала. Такая конструкция привлекательна для высокочувствительных сенсоров магнитных полей на низких частотах. В работе [96] с целью увеличения МЭ коэффициента и уменьшения частоты изгибного резонанса в подложке кремния вытравливается канавка размером 7 мм в длину, 4 мм в ширину и 0.65 мм в глубину, таким образом подложка кремния утоняется до 90 мкм. Общая ширина структуры составляет 4 мм. Толщины пьезоэлектрического слоя AlN и магнитострикционного слоя метгласа равны 2 мкм. AlN был выбран из-за высокого соотношения d/ε = 0.23. Пьезоэлектрический коэффициент d_{31}= -2 пм/В и ε_{33}= 8.5 [22, 112, 113].

В работе [96] были проведены измерения МЭ коэффициента в зависимости от частоты модулирующего магнитного поля при подаче оптимального постоянного магнитного поля, равного 6 Э. Также были представлены результаты измерений МЭ коэффициента в зависимости от давления окружающей атмосферы. Экспериментальные результаты представлены на рисунке 1.21 (б).



(а) (б)

Рисунок 1.21 – (а) Схематическое изображение МЭ структуры. (б) МЭ коэффициент вблизи резонансной частоты (167.85 Гц) при атмосферном давлении и в вакууме. На вставке к рисунку представлена зависимость МЭ коэффициента на резонансной частоте от давления воздуха [96].

МЭ коэффициент на резонансной частоте 167.85 Гц составил 9 кВ/(см·Э) при атмосферном давлении. При давлении, равном 3 10^{-5} бар, МЭ коэффициент увеличивается до рекордного значения 19 кВ/(см·Э), что свидетельствует о том, что трение о воздух даже на низкой частоте в 167 Гц вносит большой вклад в уменьшение полезного сигнала от МЭ структуры. Данный экспериментальный результат можно в дальнейшем использовать при изготовлении сенсоров, создавая форвакуум при корпусировании устройства.

Стоит отметить, что при вычислении α_E необходимо проводить нормировку на толщину образца, в данном случае пьезоэлектрический материал - это плёнка AlN толщиной всего 2 мкм, хотя она наносится на подложку толщиной в 740 мкм, поэтому будет справедливо сравнивать данный результат с другими, умножив α_E на толщину пьезоэлектрического слоя ($\alpha_t = \alpha_E \cdot t$). Тогда получается, что МЭ коэффициент равен α_t= 3.8 В/Э, что сравнимо или даже меньше, чем в приведенных выше работах. Также коэффициент α_t используется для вычисления предельной чувствительности МЭ материала к магнитному полю, что важно для применения композитных мультиферроиков в сенсорах сверхслабых магнитных полей.

В таблице 1.2 приведены основные параметры рассмотренных выше композитных мультиферроиков.

Таблица 1.2 Основные результаты измерения МЭ коэффициента для рассмотренных в данной главе структур. Приведена структура образцов, соотношение $|d/\varepsilon|$, величины динамического и квазистатического МЭ коэффициента и резонансная частота структур.

Образцы	$\lvert d/\varepsilon \rvert$, пм/В	Динамические МЭ коэффициенты α_{E} (В/(см·Э)) и α_t (В/Э)	Резонансная частота, кГц	Квазистатический МЭ коэффициент, В/(см·Э)
Пьезофайбер (PZT) / метглас (*L*-*L*) [103]	0.33 [114]	470, 4.7	10.5	23
FeBSiC / PZN-PT (*L*-*T*) [106]	0.51	400, 4	20	10
Метглас / PMN-PT легированный Mn (*L*-*T*) [108]	1.38	1280, 25.6	25	61.5
Пермендюр / LGT / Пермендюр (*L*-*T*) [109]	0.25	155, 6.2	80	6.3
Пермендюр / PZT / Пермендюр (*L*-*T*) [109]	0.1	110, 4.4	90	1.4
Пермендюр / PMN-PT / Пермендюр (*L*-*T*) [109]	0.15	70, 2.1	110	0.6
y+41°-срез LN / метглас (*L*-*T*) [18]	0.39	90, 4.5	330	0.4
y-срез LN / метглас (*L*-*T*) [18]	0.3	40, 2	270	0.4
(011)-срез PMN-PT / метглас (*L*-*T*) [18]	0.38	70, 3.5	150	1.2
AlN / метглас на подложке кремния (*L*-*T*) [96]	0.23	9000, 1.8	0.167	-

Анализ приведенных работ показывает, что квазистатический МЭ коэффициент больше в структурах на основе свинецсодержащих кристаллов PZT или PMN-PT, PZN-PT, чем в образцах на основе бессвинцовых кристаллов. Однако это связано с большей толщиной магнитострикционной фазы. В работах [18, 109] было проведено сравнение в равных условиях, когда толщина магнитострикционного слоя была одинаковой. В этом случае структуры на основе бессвинцовых пьезоэлектрических кристаллов показали либо сравнимые, либо в несколько раз большие значения МЭ коэффициента. Однако, для корректного сравнения необходимо использовать теоретически предсказанные значения соотношение толщин пьезоэлектрического и магнитострикционного слоёв для каждого из материалов.

В случае измерения динамического МЭ коэффициента образцы, содержащие пьезоэлектрические кристаллы на основе LGT и LN показали большие значения МЭ эффекта, чем структуры на основе свинецсодержащих кристаллов PZT или PMN-PT.

С точки зрения применения композитных мультиферроиков в сенсорах магнитных полей немалую роль играют температурная стабильность пьезоэлектрических и механических свойств пьезоэлектрического материала, отсутствие нелинейности, гистерезиса и ползучести (крипа) при деформации, относительно низкая цена производства. Перечисленным требованиям удовлетворяют бессвинцовые кристаллы LN. Данный материал имеет большой потенциал для применения их в МЭ структурах и приборах на их основе.

1.4 Биморфные МЭ композитные структуры

Высокие значения МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках открывают путь к созданию высокочувствительных сенсоров магнитных полей и датчиков тока, которые потенциально могут быть пассивными (не требуют дополнительного электрического питания). В этой связи очень важным параметром для МЭ структур является предельная чувствительность к постоянному или переменному магнитному полю, которая определяется внешними и внутренними шумами МЭ композита. Внутренние шумы определяются тепловым шумом (шумом Джонсона-Найквиста). Однако на практике наибольший вклад вносят внешние шумы, возбуждаемые из окружающей среды, например, тепловые флуктуации, механические вибрации и электромагнитные наводки [17]. Дополнительный шум вносит пироэлектрический эффект. Вибрационный шум имеет пьезоэлектрическое происхождение. Поэтому необходимо искать пути снижения влияния данных шумов на полезный МЭ сигнал в композитных мультиферроиках.

В работе [17] была показана способность различных конфигураций МЭ структур подавлять как вибрационные шумы, так и внешние тепловые флуктуации (внешний тепловой шум). Вибрационный шум вызывает два типа деформаций в композитных структурах – растяжения (сжатия) и изгиба. Наибольший вклад вносят изгибные деформации из-за низкой частоты, так как вибрационный шум в окружающей среде чаще всего имеет низкочастотную природу. Такой шум можно подавить при помощи механически симметричных структур. Тепловой шум будет вызывать деформацию растяжения (сжатия) и изгибную деформацию материала.

На рисунке 1.22 представлена схема МЭ структуры состоящей из пьезоэлектрического и магнитострикционного материалов равной толщины. Показанная униморфная конфигурация является не симметричной. Поэтому разделить вибрационный шум и полезный МЭ сигнал будет невозможно. Аналогичным образом внешний тепловой шум не может быть подавлен в данной структуре.

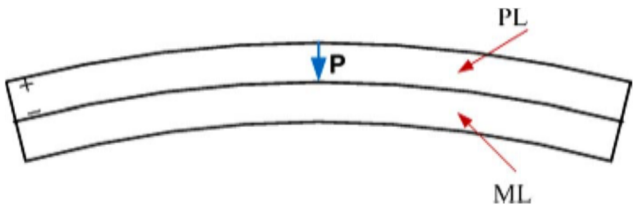
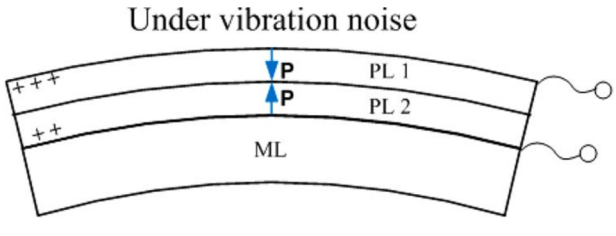


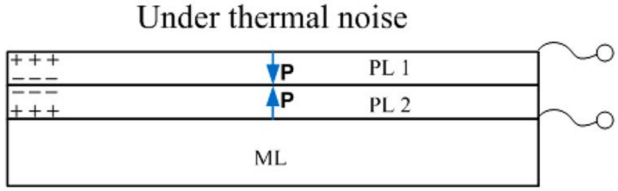
Рисунок 1.22 – Схематическая иллюстрация эффекта воздействия теплового и вибрационного шума на МЭ структуру на основе униморфной структуры (ML – магнитострикционный материал, PL – пьезоэлектрический материала, P – вектор поляризации, «+» и «-» - знаки зарядов, образовавшихся на поверхности пьезоэлектрического материала из-за паразитных вибраций и флуктуаций температуры) [17].

В случае, когда толщина магнитострикционного слоя много меньше толщины пьезоэлектрика с униморфной структурой изгибные моды колебания будут подавляться за счёт компенсации зарядов на поверхности пьезоэлектрика, таким образом вибрационный шум будет полностью компенсироваться. Однако усиления МЭ эффекта на частоте изгибного резонанса также не будет наблюдаться. Аналогичные рассуждения можно провести для теплового шума.

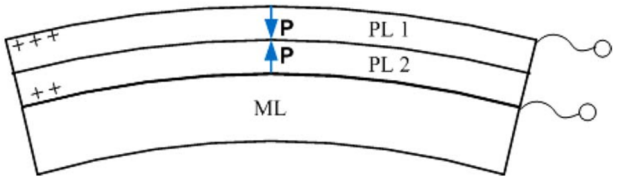
На рисунке 1.23 приведена схема МЭ образца на основе биморфного пьезоэлектрического материала. Толщины пьезоэлектрического и магнитострикционного материлов равны. Такая структра является несимметричной. Продольные моды колебаний в данной конструкции будут подавляться из-за биморфной структуры пьезоэлектрика. Поэтому наибольший вклад в шум будут давать вибрации, которые вызывают изгибную моду колебания образца. Однако из-за расположение нейтральной плоскости (плоскость в материале, которая не испытывает деформации) на границе между пьезоэлектрическим и магнитострикционным материалом в данной структуре будет наблюдаться частичная компенсация вибрационного шума. При воздействии тепловых флуктуаций на материал могут возникать как изгибные, так и продольные деформации структуры. Иллюстрация вышеописанных воздействий на структуру представлены на рисунке 1.23.



(а)



(б)



(в)

Рисунок 1.23 – Влияние шума окружающей среды на биморфный МЭ образец. (а) Вибрационный шум, который возбуждает изгибные колебания структуры. (б) Тепловой шум, который возбуждает продольные колебания структуры. (в) Тепловой шум, который возбуждает изгибные колебания структуры [17].

При воздействии теплового шума в случае продольных колебаний паразитный сигнал полностью подавляется. При изгибных колебаниях происходит частичная компенсация теплового шума из-за того, что нейтральная плоскость располагается на границе между пьезоэлектрическим и магнитострикционным материалом, поэтому заряды образующиеся на гранях пьезоэлектрика не полностью компенсируются [17, 30]. В тоже время МЭ сигнал будет также частично компенсироваться. Чем больше расстояние от нейтральной плоскости до пьезоэлектрического биморфа, тем меньше будет полезный сигнал. В случае, когда толщина магнитострикционного слоя во много раз меньше толщины биморфа нейтральная плоскость располагается по середине пьезоэлектрического материала. В этом случае тепловой шум будет полностью подавляться, а вибрации, которые вызывают изгибную моду деформации будут усиливаться также, как и полезный МЭ сигнал. Аналогичным образом будет работать структура, в которой есть два магнитострикционных слоя равной толщины, между которыми расположен биморф. Такая структура представлена на рисунке 1.24.

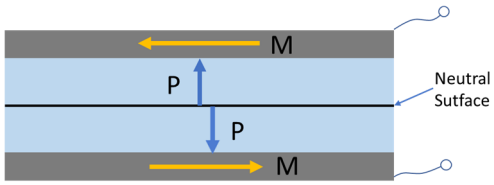


Рисунок 1.24 – МЭ структура с биморфным пьезоэлектриком и двумя симметрично расположенными магнитострикционными слоями.

Направление намагниченности в магитострикционных материалах противоположенное друг другу. В таком случае МЭ эффект будет увеличиваться за счёт увеличения толщины магнитострикционного слоя.

Рассмотрим другую биморфную МЭ структуру также с симметричным расположением магнитострикционных слоёв (рисунок 1.25). Биморфный пьезоэлектрический слой состоит из двух кристаллов (PL 1 и PL 2) со встречно направленными векторами поляризации. Контакты между

верхней гранью кристалла PL 1 и нижней гранью PL 2 подключены друг к другу. В месте соединения между кристаллами PL 1 и PL 2 находится второй контакт, который в эксперименте заземлён. Плоскость между кристаллами PL 1 и PL 2 является нейтральной. При воздействии на такую структуру вибрационного шума она будет испытывать изгибную деформацию. В результате на верхней и нижней гранях пьезоэлектрического образца будут образовываться заряды разного знака и равной величины, что приведет к их компенсации.

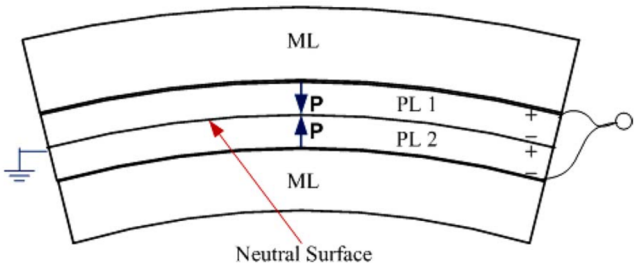


Рисунок 1.25 – Схематичное изображение симметричной биморфной МЭ структуры (LT-PP) [17].

Однако такая конструкция также будет подавлять и МЭ сигнал на частоте изгибного резонанса. Это приводит к тому, что такая структура является аналогом рассмотренной выше униморфной, в которой толщина магнитострикционного слоя много меньше толщины пьезоэлектрика.

Для большинства из представленных в работе [17] структур были проведены измерения отношения сигнал-шум (SNR) в зависимости от частоты (рисунок 1.26). Данные измерения показывают чувствительность каждой из структур к переменному магнитному полю при воздействии одинакового вибрационного сигнала.

На основе данных, представленных на графике 1.26, можно сделать вывод, что наибольшей чувствительностью к магнитному полю обладают образцы с симметричной биморфной МЭ структурой (LT-PP), МЭ образцы с симметричной структурой на основе униморфного пьезоэлектрического материала (LT) и несимметричные биморфные МЭ образцы (Bimorph). Наименьшей чувствительностью обладают образцы с несимметричной структурой МЭ на основе униморфного пьезоэлектрика.

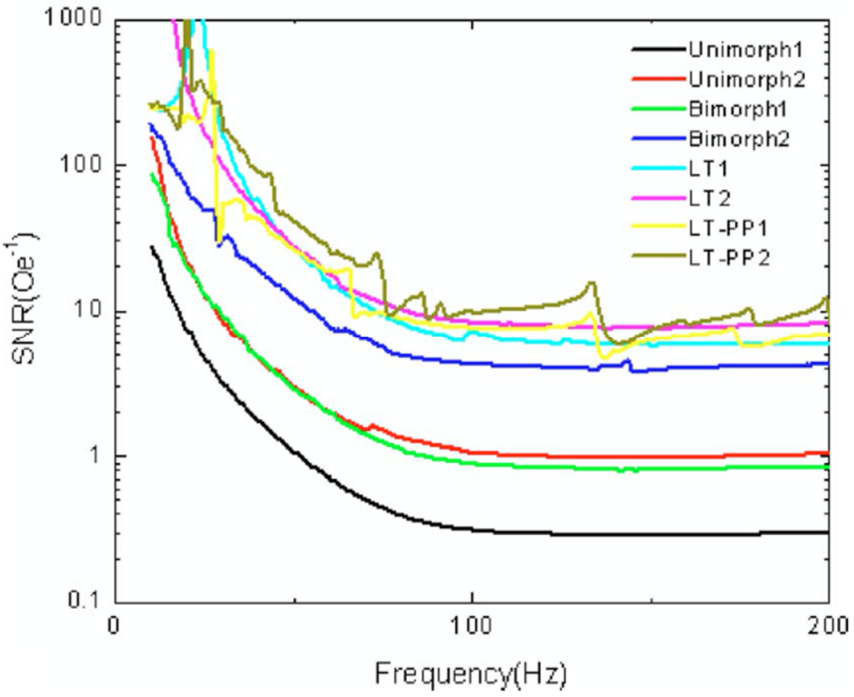
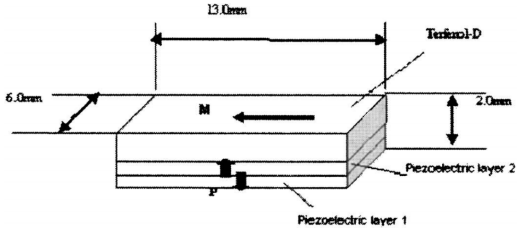


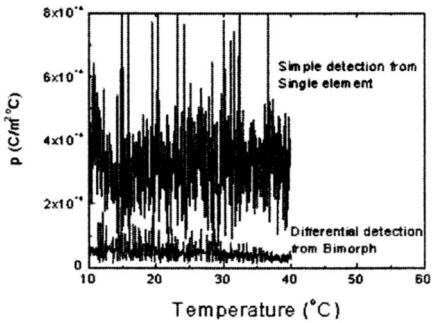
Рисунок 1.26 – Отношение сигнал-шум для различным типов МЭ структур [17].

Увеличение чувствительности к магнитному полю в области низких частот (1-200 Гц) для образцов LT-PP и LT связано с подавлением сигнала взникающем при изгибных колебаниях структуры. Однако в таких структурах будет невозможно получить усиление МЭ сигнала при изгибном низкочастотном электромеханическом резонансе. Несиметричны биморфны МЭ структуры способны частично подавлять вибрационный шум, так и шум, вызванный пироэлектрическим эффектом. Данная конструкция будет усиливать МЭ эффект на частоте изгибного резонанса, однако низкочастотный вибрационный шум также будет усиливаться.

Для МЭ биморфной структуры в работе [30] были проведены измерения пироэлектрического сигнала и предельной чувствительности к низкочастотному магнитному полю в сравнении с униморфным несимметричным МЭ образцом. Структура и линейные размеры МЭ биморфного образца предсталвены на рисунке 1.27 (а). Линейные размеры и материал магнитострикционного слоя в униморфном МЭ образце такие же, как и в биморфмном.



(а)



(б)

Рисунок 1.27 – (а) Схематичное изображение биморфного МЭ образца, состоящего из двух одинаковых пьезоэлектрических пластин PZT со встречной поляризацией («хвост-к-хвосту») и магнитострикционного материала терфенол-д ($Tb_{0,27}Dy_{0,73}Fe_2$). (б) Измерение пироэлектрического сигнала в зависимости от температуры для биморфного МЭ и униморфного МЭ образцов [30].

При измерении зависимости пироэлектрического сигнала от температуры в биморфном МЭ пироэлектрический ток уменьшается более чем в 10 раз по сравнению с монодоменным МЭ образцом (рисунок 1.27 (б)).

Были проведены измерения предельной чувствительности к магнитному полю МЭ образцов в низкочастотной области спектра (10^{-1}-10 Гц). На рисунке 1.28 представлены измерения плотности магнитного шума для биморфного и монодоменного МЭ образцов.

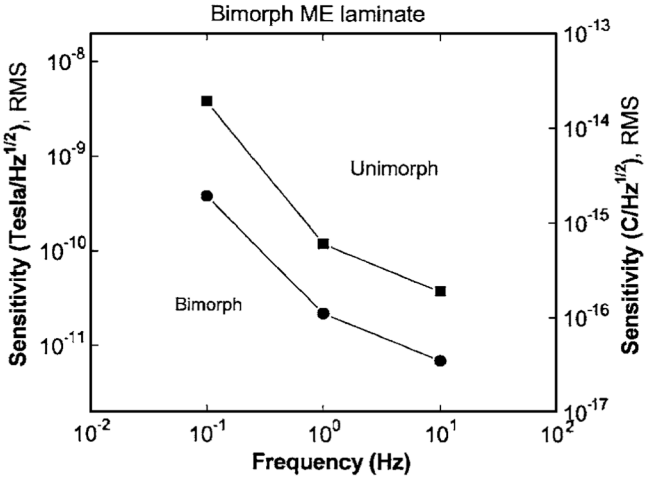


Рисунок 1.28 – Плотность магнитного шума для МЭ образцов с разной доменной структурой пьезоэлектрического слоя (биморф и униморф) [30].

Предел чувствительности к магнитному полю для биморфного образца равен 20 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 Гц. В то же время монодоменный образец показал чувствительность 1 нТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 Гц. Полученный результат показывает потенциал уменьшения эквивалентного шума за счёт снижения вклада пироэлектрического сигнала.

Биморфная МЭ структура, представленная на рисунке 1.27 (а), способна эффективно подавлять пироэлектрический шум, а также частично уменьшать внешний вибрационный шум.

Основные выводы по приведенным выше конструкциям МЭ структур слудеющие: невозможно одновременно подавить тепловой и вибрационный шумы в рамках одной конструкции, тем самым не исключив сигнал от изгибной моды деформации; для достижения максимальной чувствиетльности к магнитному полю МЭ структур необходимо использовать приемущества ассиметричных структур, где возможно разделить сигнал, вызванный шумом от полезного МЭ сигнала.

1.5 Измерение переменных сверхслабых магнитных полей при помощи композитных мультиферроиков

Одним из наиболее перспективных и близких к практической реализации направлений применения МЭ композитных мультиферроиков является создание на их основе высокочувствительных сенсоров сверхслабых магнитных полей [10–12]. Отсутствие необходимости охлаждения таких сенсоров является значительным техническим преимуществом перед безальтернативно применяемыми сейчас для этих целей сверхпроводящими квантовыми интерферометрами (СКВИДами). Очевидно, что датчики магнитного поля на основе композитных мультиферроиков не могут полноценно заменить СКВИДы, способные детектировать отдельные кванты магнитного потока [13]; однако существует ряд приложений, в которых использование сенсоров магнитного поля на основе композитных мультиферроиков, является оправданным. К таким областям применения можно отнести высокочувствительные миниатюрные магнитометры промышленного и исследовательского классов для бесконтактного измерения сверхслабых токов, магнитных полей в живых организмах в применении к магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии, визуализации магнитных наночастиц, измерения магнитных аномалий, применений в магнитной геологоразведке и др.

Магнитокардиография, магнитонейрография, магнитоэнцефалография и магнитомиография позволяют эффективно диагностировать и наблюдать болезни разного генезиса, проводить локальные, а также объёмные измерения (картирование органов) магнитных полей от исследуемых объектов. Важно отметить, что детектирование биомагнитных сигналов дает возможность получать безопорные и когерентные измерения, которые не зависят от диэлектрических свойств биологических систем, а также данные техники способны эффективно дополнять инвазивные исследования (например, глубокое стимулирования мозга электрическими сигналами). Также магнитокардиография дает возможность получать более раннюю информацию о сердечной фибрилляции в период развития плода у человека [115].

Перечисленные методики требуют высокой чувствительности к магнитным полям на низких частотах. Поэтому поиск и разработка простых, дешевых, миниатюрных и высокочувствительных магнитных сенсоров, которые могут работать при комнатной температуре, является важной задачей современной электроники и медицины. Однако на данный момент не существует одного сенсора, который бы удовлетворял всем вышеперечисленным характеристикам, поэтому исследование магнитных сигналов от органов и тканей человека недостаточно развито в наши дни. В работе [115] приведен обзор наиболее подходящих магнитных сенсоров, которые могут являться альтернативой СКВИД-магнитометру. Среди датчиков магнитного поля, подходящих для биомедицинских применений, можно назвать СКВИД-магнитометры, индукционные сенсоры, флюксметры, магнитоэлектрические магнитометры, сенсоры на эффекте гигантского магнитоимпеданса (GMI), сенсоры на эффекте гигантского магнитосопротивления (GMR), датчики на оптической накачке,

оптомеханические сенсоры, датчики на эффекте Холла, магнитоэластичные сенсоры, магнитометры на основе интерферометрии спиновых волн и сенсоры на основе азотно-вакансионных центров в алмазе [115].

На рисунке 1.29 представлена диаграмма, сопоставляющая чувствительности перечисленных магнитных датчиков и методики исследования магнитных сигналов от тканей и органов человека.

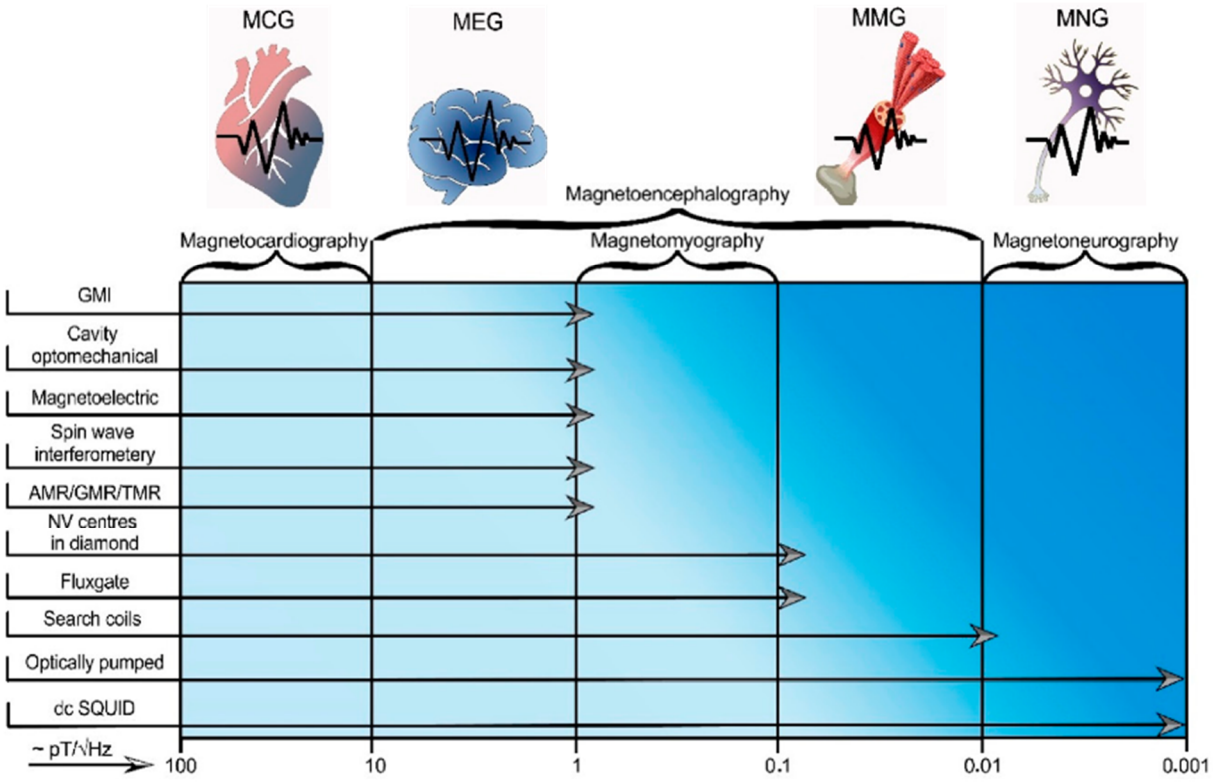


Рисунок 1.29 – Диаграмма, сопоставляющая чувствительности различных типов магнитных датчиков (ось Y) со способностью детектировать различные биомагнитные сигналы (ось X) [115].

Как следует из диаграммы, СКВИД-магнитометры способны достоверно детектировать сверхслабые магнитные поля на уровне 1 фТл/Гц$^{1/2}$. Альтернативой для СКВИД-магнетометров могут быть датчики на оптической накачке, индукционные сенсоры и магнитоэлектрические датчики. МЭ датчики имеют ряд преимуществ – малые линейные размеры (возможно совмещение с МЭМС технологией), низкая стоимость изготовления, способность работать при комнатной температуре, пассивность (не потребляют электроэнергию для детектирования сигналов). На рисунке 1.30 приведен график зависимости предельной чувствительности перечисленных выше сенсоров к магнитному полю от частоты сигнала [16].

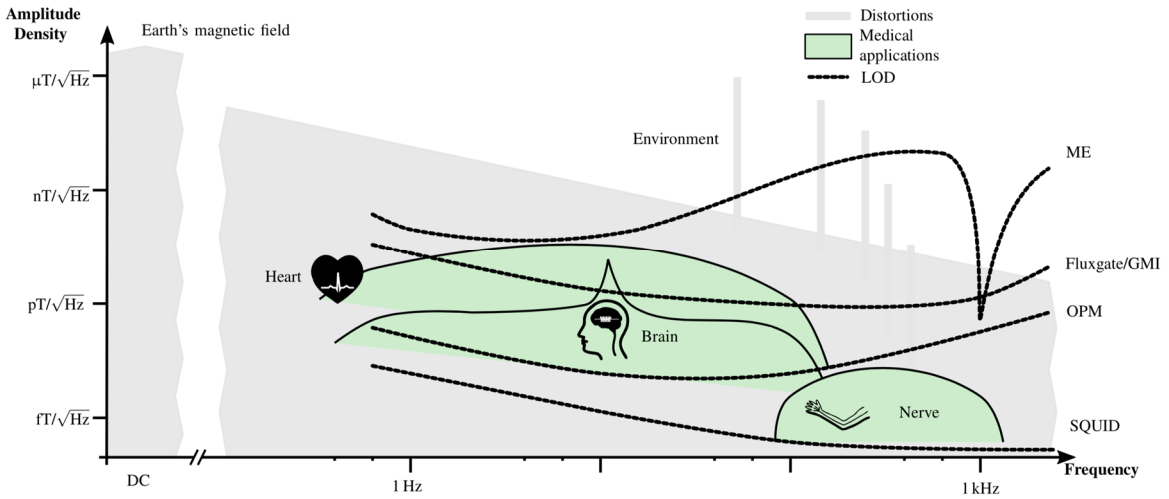


Рисунок 1.30 – Сравнение значений предельной чувствительности сенсоров к магнитным полям, необходимых для детектирования сигнала от различных биологических систем. Серым цветом на рисунке изображен уровень внешнего шума и гармоники паразитного сигнала от электрической сети общего пользования (50/60 Гц) [16].

Полезные магнитные сигналы от сердца и мозга человека имеют амплитуду от единиц фТл/Гц$^{1/2}$ до 100 пТл/Гц$^{1/2}$ в диапазоне частот от мГц до 300 Гц, которая является наиболее зашумленной областью низких частот. Это приводит к необходимости использовать вибро- и магнитозащищенные помещения для детектирования таких полей.

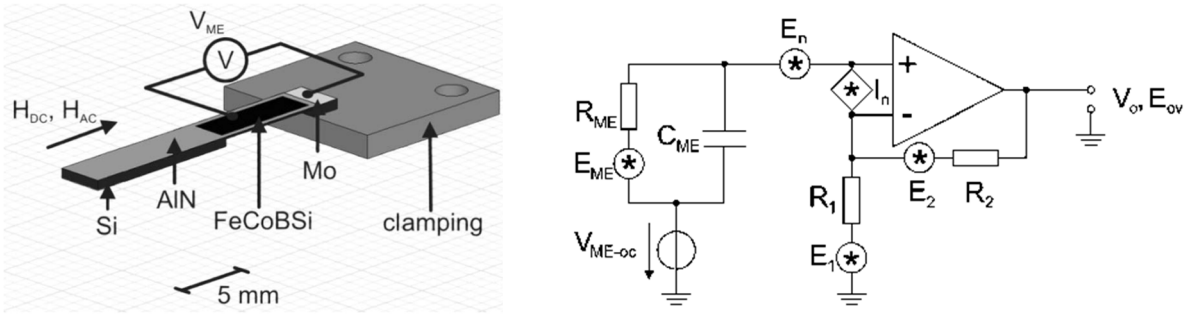
На сегодняшний день датчики на основе композитных мультиферроиков способны детектировать магнитные поля порядка единиц пТл/Гц$^{1/2}$, причем регулярно выходят новые работы, в которых этот порог снижается за счет совершенствования обрабатывающей электроники и изменения конструкции датчика [10, 14, 15]. Такой чувствительности достаточно для детектирования магнитных полей, индуцируемых токами α-ритма головного мозга с амплитудами в единицы пТл (магнитоэнцефалография) и токами, протекающими в сердце человека (магнитокардиография) [11, 16]. С другой стороны, для исследования активности коры головного мозга необходимо с высокой степенью достоверности измерять магнитные поля, на 1 - 2 порядка меньшие. В настоящий момент такой уровень чувствительности датчика на основе композитного мультиферроика не реализован ни одним из исследовательских коллективов мира.

Чувствительность МЭ датчика лимитирует в основном собственный шум, в котором доминируют тепловой шум Найквиста и 1/f-шум [2, 17]. Тепловой шум может быть сведен к минимуму за счет использования соответствующих схем детектирования слабого выходного сигнала от МЭ структур [21]. Правильно спроектированные схемы детектирования, основанные на усилителях напряжения или заряда, должны иметь амплитуду шума на уровне предела чувствительности данных компонентов [22, 23]. С другой стороны, внешние шумы, вызванные вибрациями пьезоэлектрика, пироэлектрические шумы и магнитные источники шума требуют более сложных стратегий борьбы с ними [10, 24, 25].

Известно, что асимметричные двухслойные системы, содержащие механоэлектрический преобразователь биморфного типа, показывают особенно большие магнитоэлектрические коэффициенты при изгибном резонансе [26–29]. При этом для значительного увеличения магнитоэлектрического эффекта на низких частотах можно закреплять биморф в виде консоли [10]. Кроме увеличения чувствительности на низких частотах и повышения магнитоэлектрического коэффициента, такая конфигурация способна частично компенсировать вибрационные и тепловые шумы [17, 30].

Рассмотрим влияние теплового шума МЭ структуры и входного шума детектирующей схемы (предусилителя) на величину предельной чувствительности МЭ датчика к переменному магнитному полю, следуя рассуждениям, приведенным в работе [22], в которой был проведен анализ указанных шумов для МЭ образца на основе композитного материала AlN/метглас, подключенного к операционному усилителю.

МЭ сенсор состоит из кремниевого кантилевера, на который были напылены функциональные слои нитрида алюминия и метгласа. Сенсор был приклеен при помощи эпоксидного клея к держателю. На рисунке 1.31 (а) представлена структура сенсора. Эквивалентная схема МЭ сенсора и операционного усилителя представлена на рисунке 1.31 (б).



(а) (б)

Рисунок 1.31 – (а) Схематичное изображение МЭ сенсора. (б) Эквивалентная схема МЭ сенсора, подключенного к операционному усилителю [22].

Основным источником собственного шума в МЭ композитах является тепловой шумсвязанный с конечным сопротивлением ПЭ фазы и описываемый напряжением E_{ME}:

$$E_{ME} = \sqrt{4 \cdot k_B \cdot T \cdot \Delta f \cdot R_{ME}}, \tag{1.25}$$

где k_B = 1,38·10^{-23} Дж/К – постоянная Больцмана; T – температура, К; Δf – ширина полосы сигнала, Гц; R_{ME} – эквивалентное сопротивление пьезоэлектрической фазы, Ом.

Тепловой шум обусловлен хаотичными колебаниями термически возбужденных носителей заряда в пьезоэлектрике. Метглас имеет низкое сопротивление, что позволяет пренебречь тепловым шумом в этом слое.

Напряжение тепловоого шума, приведенное к выходу сенсора, зависит от ёмкости (C_{ME}) МЭ образца, как [22]:

$$\mathrm{E}'_{\mathrm{ME}} = \frac{\mathrm{E_{ME}}}{\sqrt{1+(\omega \cdot \mathrm{C_{ME}} \cdot \mathrm{R_{ME}})^2}}. \quad (1.26)$$

Как следует из выражения (1.26) для того, чтобы напряжение теплового шума (E'_{ME}) сохранялось малым, нужно иметь как можно бóльшую ёмкость образца.

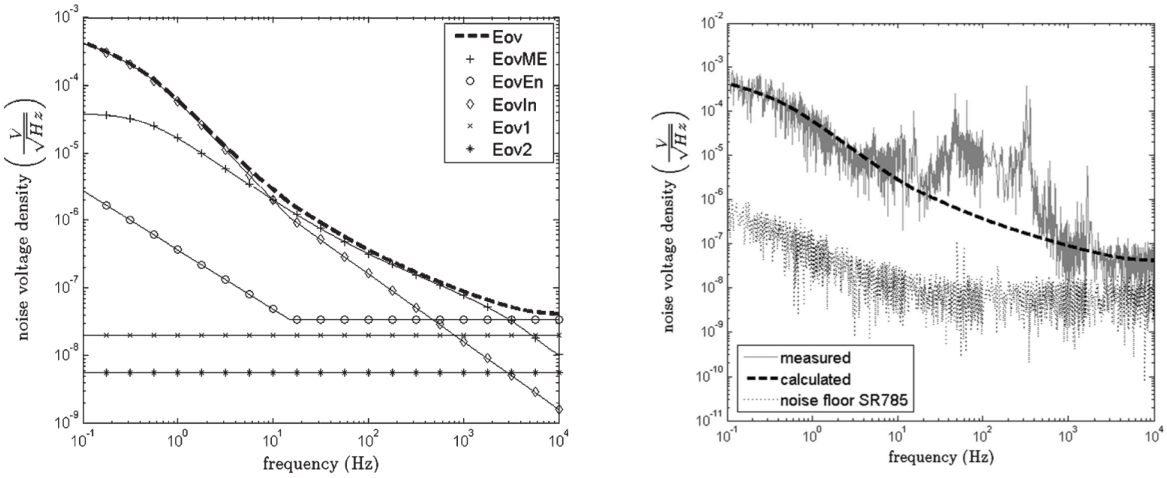
Другой источник шума – это входные шумовой ток и шумовое напряжение операционного усилителя (I_n и E_n), а также тепловой шум сопротивления обратной связи (R_j). Сопротивление обратной связи создаёт тепловой шум $E_j = \sqrt{4 \cdot k_B \cdot T \cdot R_j}$.

Полный шум, приведенный к выходу операционного усилителя E_{ov} будет следующим:

$$E_{ov}^2 = E_{ovEn}^2 + E_{ovIn}^2 + E_{ovE1}^2 + E_{ovE2}^2 + E_{ovME}^2, \quad (1.27)$$

где $E_{ovEn}^2 = G_v^2 \cdot E_n^2$, $E_{ovIn}^2 = (|Z_{ME}| \cdot G_v^2 + R_2^2) \cdot I_n^2$, $E_{ovE1}^2 = (G_v - 1)^2 \cdot E_1^2$, $E_{ovE2}^2 = E_2^2$, $E_{ovME}^2 = G_v^2 \cdot \frac{1}{1+(\omega \cdot C_{ME} \cdot R_{ME})^2} \cdot E_{ME}^2$. Сопротивления обратной связи R_1=150 Ом и R_2=1900 Ом, тогда коэффициент усиление G_v= 13.64.

В работе был рассчитан полный шум на выходе операционного усилителя AD745. График зависимости плотности шума от частоты на выходе усилителя для предложенной эквивалентной схемы представлен на рисунке 1.32 (а).



(а) (б)

Рисунок 1.32 – (а) Расчётная плотность шума для МЭ датчика и операционного усилителя. (б) Измеренные и рассчитанные значения плотности шума для МЭ датчика и усилителя напряжения. Также на графике представлено измерение входного шума синхронного детектора (тонкая пунктирная линия) [22].

Доминирующим шумом на низкой частоте является токовый шум операционного усилителя (I_n), поэтому для измерений на низких частотах необходимо подбирать операционные усилители с наименьшим значением входного токового шума.

Шум МЭ датчика и операционного усилителя был измерен при комнатной температуре с помощью синхронного детектора (SR785, Stanford Research Systems). Результаты измерения шума системы (МЭ датчик + операционный усилитель) и синхронного детектора представлены на рисунке 1.32 (б). Измерения проводились в магнитозащищенной камере. На графике также представлены результаты вычисления полного шума системы. Видно, что данные расчета хорошо описывают экспериментальный результат на очень низких частотах (10^{-1}-10 Гц) и на частотах выше 1 кГц. В области резонанса МЭ структуры шум сильно возрастает. Это связано с детектированием механических внешних вибраций.

Чувствительность (S_i) композитной структуры на резонансной частоте 330 Гц будет равняться шуму всей детектирующей системы:

$$S_i = \frac{E_{ov}}{G_v.\alpha_{ME}.t} = \frac{11.66\cdot10^{-9}}{1200\cdot1.75}\frac{T_{Л}}{\sqrt{Г_{Ц}}} \approx 5.4\frac{п\,T_{Л}}{\sqrt{Г_{Ц}}}. \quad (1.28)$$

Таким образом, среди множества параметров, которые влияют на конечное значение чувствительности МЭ сенсоров к низкочастотному магнитному полю, наибольший шум создают внешние вибрации и электромагнитные наводки.

Рассмотрим пути уменьшения влияния данных паразитных сигналов на работу сенсора и методы увеличения чувствительности МЭ структур к низкочастотному магнитному полю.

В работе [15] было показано, что изменение тангенса угла диэлектрических потерь в пьезоэлектрическом материале существенно увеличивает чувствительность композитных МЭ структур к магнитному полю. На рисунке 1.33 представлена исследованная МЭ структура и схема измерительной установки.

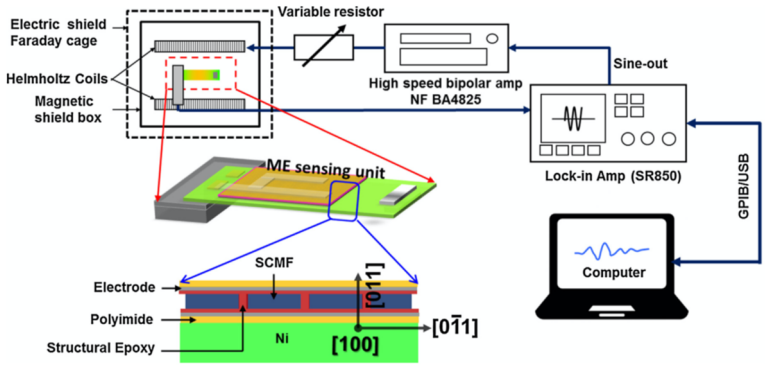


Рисунок 1.33 – Схема установки для измерения чувствительности МЭ сенсора и послойная схема структуры [15].

Конструкция МЭ сенсора состояла из никелевой пластины (55×21×0.25 мм^3), на которую был приклеен с помощью эпоксидной смолы пьезоэлектрический слой, состоящий из волокнистого материала PMN-PZT, помещенного в эпоксидную матрицу. В качестве пьезоэлектрического материла были выбраны три кристалла с разными значениями тангенса угла диэлектрических потерь: 40PMN-35PZ-25PT (с высокими потерями, $\tan\delta$= 0.0154), 40PMN-35PZ-25PT с добавлением WO_3 в концентрации 1 мол. % (со средними потерями, $\tan\delta$= 0.0098) и 40PMN-35PZ-25PT с добавлением MnO в концентрации 1 мол. % (с низким потерями, $\tan\delta$= 0.006). МЭ сенсор был закреплён в виде консоли для уменьшения резонансной частоты структуры, на свободном конце был закреплён постоянный магнит массой 4.4 г, предназначенныйдля формирования постоянного поля смещения на магнитострикционный материал и уменьшения изгибной резонансной частоты.

Измерения предельной чувствительности для каждого образца были проведены на частоте резонанса 500 Гц и низкой частоте 5 Гц. Результаты измерений представлены на рисунке 1.34.

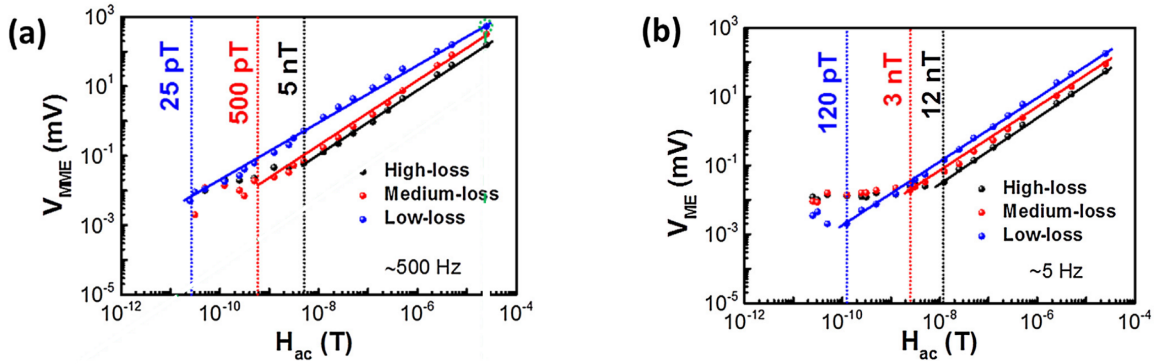


Рисунок 1.34 – Зависимость выходного напряжения на МЭ сенсоре от амплитуды переменного магнитного поля на частоте (а) 500 Гц и (б) 5 Гц [15].

На частоте 500 Гц максимальная чувствительность МЭ сенсоров составила 25 пТл, 500 пТл и 5 нТл для композитных структур на основе пьезоэлектрических материалов с малыми, средними и большими диэлектрическими потерями, соответственно. Такая же зависимость уменьшения чувствительности от возрастания тангенса угла диэлектрических потерь в материале наблюдается и на частоте 5 Гц. Максимальное значение предельной чувствительности к магнитному полю составляет 120 пТл на частоте 5 Гц для образца с малыми диэлектрическими потерям. Таким образом, одним из способов увеличения чувствительности является использование пьезоэлектрических материалов с минимально возможным значением тангенса угла диэлектрических потерь.

В работе [24] авторы предложили технику преобразования частоты, основанную на амплитудной модуляции магнитного сигнала для уменьшения влияния низкочастотного шума на детектирование полезного сигнала. МЭ коэффициент пропорционален производной магнитострикции по отношению к изменению магнитного поля согласно формуле (1.5). Магнитострикция имеет квадратичную зависимость от магнитного поля при малых амплитудах.

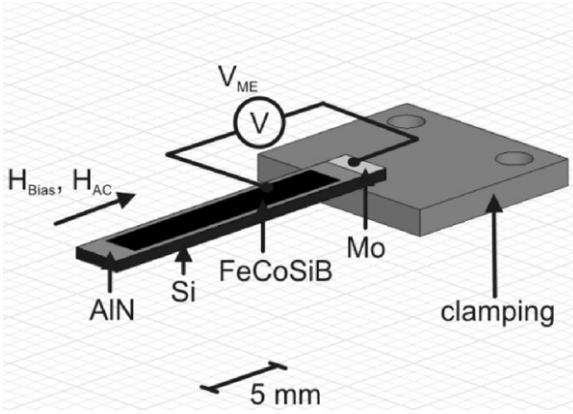
Также существует точка перегиба, при которой кривизна функции зависимости магнитострикции от магнитного поля меняется с выпуклой на вогнутую. Данная точка соответствует максимуму значению МЭ коэффициента в зависимости от постоянного магнитного поля, приложенного к образцу; также такую точку называют оптимальным значением магнитного поля. Если приложить к образцу некоторое модулирующее магнитное поле B_{mod} с амплитудой, равной величине оптимального магнитного поля, то с частотой ω_{mod} МЭ сигнал от образца будет равен максимальному значению МЭ коэффициента. Если одновременно с этим прикладывается слабое низкочастотное магнитное поля B_{AC}, которое необходимо измерить, зависимость магнитострикции от приложенного модулирующего магнитного поля B_{mod} и низкочастотного поля B_{AC} будет:

$$\lambda\big(B_{mod}(\mathrm{t}) + B_{AC}(\mathrm{t})\big)|_{\,\omega_{mod}\pm\omega_{AC}} = A_1\cos(\omega_{mod}t)\cdot\widehat{B_{AC}}\cos(\omega_{AC}t) = \frac{A_1\cdot\widehat{B_{AC}}}{2}\big[cos\big((\omega_{mod}+\omega_{AC})t\big) + cos\big((\omega_{mod}-\omega_{AC})t\big)\big], \quad (1.29)$$

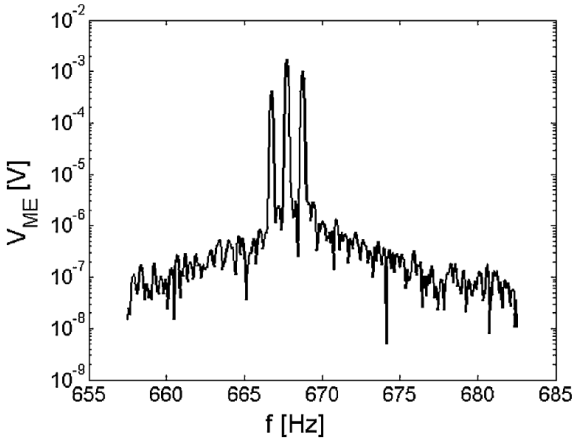
где $B_{mod}(\mathrm{t}) = \widehat{B_{mod}}\cos(\omega_{mod}t)$, $B_{AC}(\mathrm{t}) = \widehat{B_{AC}}cos(\omega_{AC}t)$, $\widehat{B_{mod}}$ – амплитуда модулирующего сигнала, $\widehat{B_{AC}}$ – амплитуда низкочастотного магнитного сигнала, t – время, A_1 – коэффициент Фурье, который зависит от $\widehat{B_{mod}}$.

Таким образом, если выбрать частоту модуляции магнитного поля меньше резонансной частоты МЭ сенсора на величину частоты детектируемого (неизвестного) сигнала (B_{AC}), то частота этого сигнала будет преобразована с повышением частоты до резонансной МЭ датчика ($\omega_{res} = \omega_{mod} + \omega_{AC}$). Становится возможным измерять неизвестный низкочастотный магнитный сигнал с малой амплитудой.

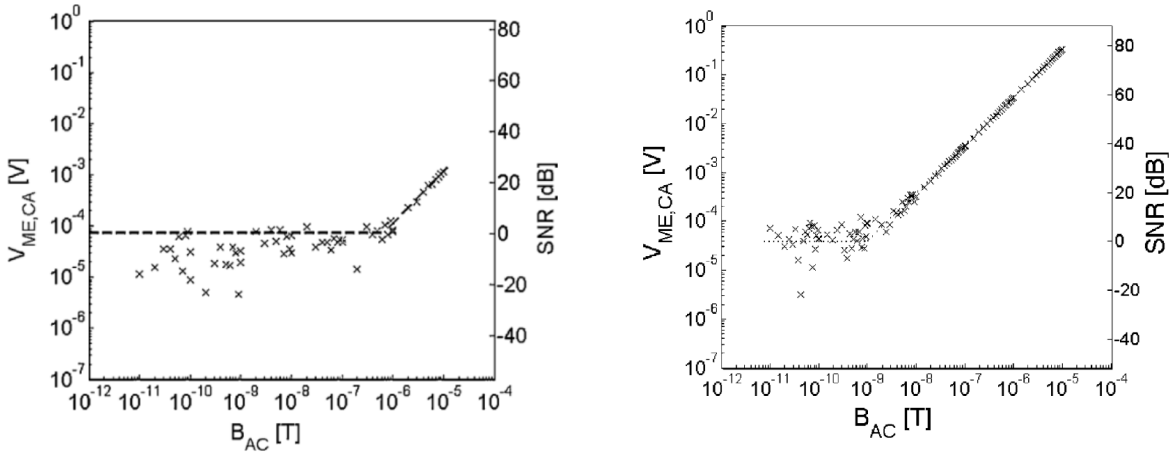
Для проверки модели была создана МЭ структура, которая состояла из кремниевого кантилевера, на который была напылена пленка молибдена толщиной в качестве нижнего электрода. Поверх молибдена был выращен пьезоэлектрический слой нитрида алюминия (AlN) и метглас был напылён поверх AlN. Схематичное изображение структуры представлено на рисунке 1.35 (а).



(а)



(б)



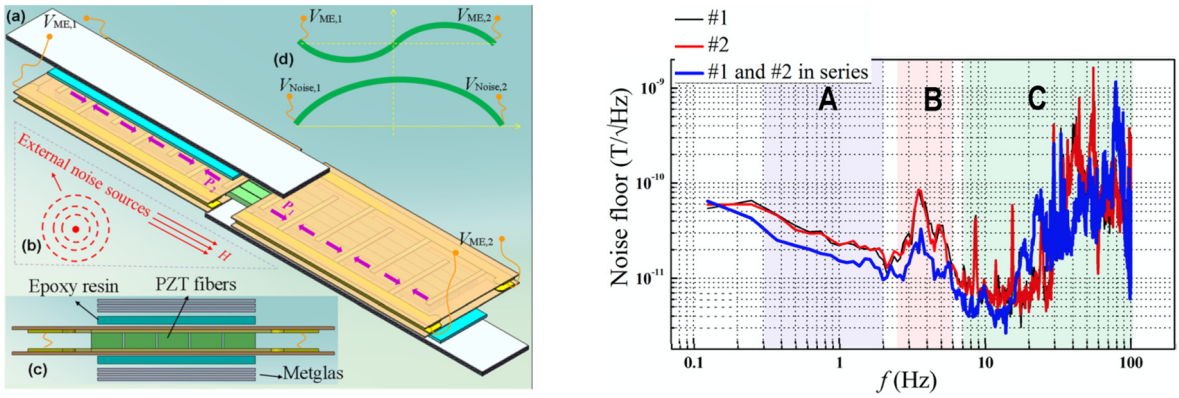
(в) (г)

Рисунок 1.35 – (а) Схематичное изображение исследуемой МЭ структуры AlN / Метглас [24]. (б) Спектр МЭ отклика сенсора, измеренный с применением техники преобразования низкочастотного сигнала. На графике представлены сигнал модуляции (средний пик) и преобразованный с повышением частоты сигнал B_{AC} (левая и правая боковые полосы) на выходе МЭ датчика. Зависимость МЭ сигнала и отношения сигнал-шум (SNR) от амплитуды модулирующего магнитного поля на частоте 1 Гц (в) при прямом измерении и (г) с применением техники преобразования частоты.

Спектр МЭ отклика сенсора с приложенным модулирующим сигналом с амплитудой B_{mod}= 0.56 мТл и частотой 668 Гц, а также низкочастотным сигналом B_{AC}= 1 мкТл с частотой 1 Гц представлен на рисунке 1.35 (б). Частота модулирующего поля выбрана так, чтобы $f_{res} = f_{mod} + f_{AC}$. Сигнал на частоте резонанса содержит необходимую информацию о низкочастотном магнитном поле. Для сравнения предельной чувствительности МЭ сенсора на частоте сигнала 1 Гц было проведено два измерения. Первое измерение проводили без применения техники преобразования частоты, когда к МЭ сенсору прикладывается оптимальное постоянное магнитное поле и переменное магнитное поле на частоте 1 Гц уменьшается с небольшим шагом от 10 мкТл до 10 пТл. Результаты такого измерения приведены на рисунке 1.35 (в). Минимальный детектируемый сигнал на частоте 1 Гц с помощью прямого измерения составляет 1 мкТл/Гц$^{1/2}$. Второе измерение было проведено с применением техники преобразования частоты. К сенсору одновременно прикладывалось модулирующее магнитное поле с амплитудой B_{mod}= 0.56 мТл и частотой 668 Гц и переменный низкочастотный сигнал. Амплитуда переменного магнитного сигнала на частоте 1 Гц последовательно уменьшалась от 10 мкТл до 10 пТл. Полезный сигнал регистрировался на частоте $f_{res} = f_{mod} + f_{AC}$= 669 Гц. Результаты измерения представлены на рисунке 1.35 (в). Было получено увеличение чувствительности в 1000 раз [24]. Предельный детектируемый сигнал составил 1 нТл. Отметим, что данная техника полностью решает проблему низкочастотного вибрационного шума, который не детектируется на частоте измерения из-за механической природы сигнала (магнитострикционный материал чувствителен к электромагнитному воздействию).

Существенно улучшить чувствительность МЭ сенсора с применением техники преобразования частоты сигнала удалось в работе [116]. Предельная чувствительность МЭ структуры составила 20 пТл на частоте 1 Гц.

Уменьшить вклад внешнего вибрационного шума возможно с использованием дифференциальной структуры с симметричным откликом МЭ композита на шум и антисимметричным на полезный сигнал. В работе [117] была реализована МЭ структура с асимметричным расположением метгласа относительно пьезоэлектрического слоя. Как показано на рисунке 1.36 (а), МЭ состоит из пьезофайбера PZT, на которую с двух сторон нанесены ВШ электроды. Пять слоев метгласа приклеены с помощью эпоксидной смолы на половину длины пьезоэлектрического слоя сверху, и на вторую половину длины снизу. Такая структура аналогична представленной на рисунке 1.14 и имеет конфигурацию *push-pull*. При воздействии магнитного поля на образец за счёт противоположенной поляризации (P_1 и P_2) в пьезоэлектрическом слое электрические напряжения $V_{ME,1}$ и $V_{ME,2}$ будут иметь разный знак, а при воздействии внешнего шума сигналы будут одинаковыми. Если подключить $V_{ME,1}$ и $V_{ME,2}$ последовательно, то наведенный шумом (симметричный сигнал) будет вычитаться, а полезный МЭ отклик складываться [117].



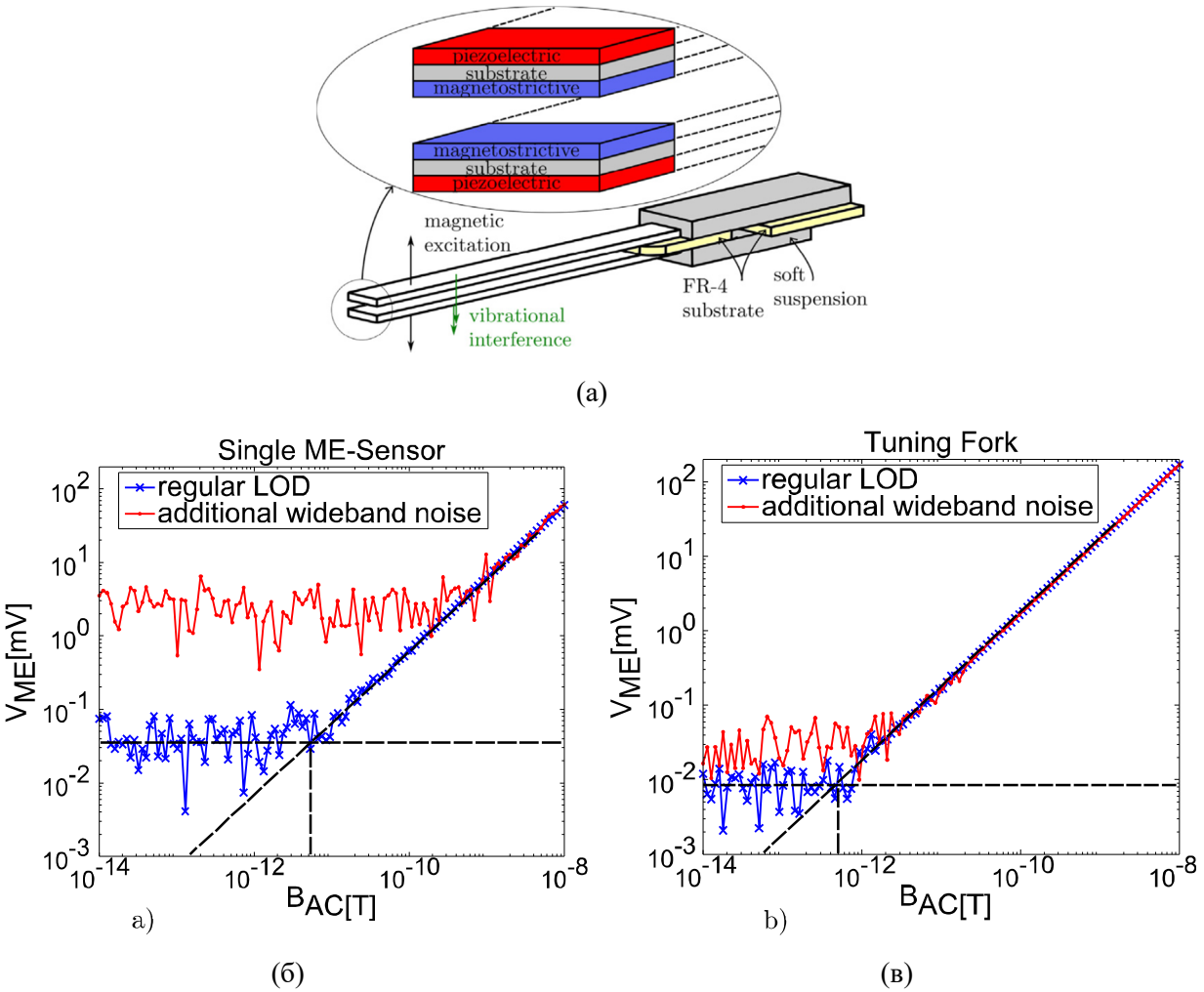
(а) (б)

Рисунок 1.36 – (а) Схематичное изображение МЭ композитного материала и принципа работы при воздействии внешнего магнитного поля и внешнего шума. (б) Спектральная плотность шума каждого из МЭ образцов и при подключении их последовательно в диапазоне частот 125 мГц < f <100 Гц [117].

На рисунке 1.36 (б) представлены измерения эквивалентной плотности магнитного шума для трех случаев подключения МЭ структуры ($V_{ME,1}$ – 1, $V_{ME,2}$ – 2 и 1, 2 последовательно). Последовательное подключение выходных сигналов МЭ структуры значительно увеличивает предельную чувствительность к магнитному полю. На частоте 1 Гц эквивалентная плотность магнитного шума составляет 15.3 пТл/Гц$^{1/2}$. Это значение в 1.4 раза меньше, чем при одиночном подключении каждого МЭ сенсора. В области А на рисунке 1.36 (б) преобладает внутренний шум сенсора. В области В (2 Гц <f <6 Гц) преобладает вибрационный внешний шум, созданный оборудованием в помещении, где проходили измерения МЭ сенсора. На частоте 3.5 Гц наблюдается

наибольшее подавление внешнего шума МЭ сенсором (в 4.5 раза) для последовательного подключения. В диапазоне частот С (6 Гц <f <100 Гц) преобладают лабораторные источники стохастического шума.

В работе [118] была предложена МЭ структура в виде кантилеверов, симметрично закрепленных с помощью эпоксидного клея относительно держателя. Каждая отдельная МЭ структура представляет собой кремниевую подложку, на одну из сторон которой нанесен слой магнитострикционного материала (в устройстве использовали аморфный сплав метглас), а на другую - слой пьезоэлектрика (в данном случае PZT). Верхний кантилевер был приклеен к держателю ПЭ слоем вверх, второй ПЭ слоем вниз. Схема структуры представлена на рисунке 1.37 (а).



(а)

(б) (в)

Рисунок 1.37 – (а) Схематичное изображение асимметричной МЭ структуры. Измерение предельной чувствительности в зависимости от амплитуды переменного магнитного поля (а) единичного МЭ сенсора (б) асимметричной МЭ структуры [118].

При приложении к устройству периодически изменяющегося во времени магнитного поля МЭ структуры изгибаются в противоположных направлениях, тогда как внешний вибрационный шум, напротив, всегда вызывает изгиб балок в одном и том же направлении. Таким образом,

вибрационный и магнитоэлектрический отклики от пары симметричных МЭ структур отличаются по фазе, что позволяет эффективно разделять эти две составляющие и осуществлять частичную компенсацию вибрационного шума.

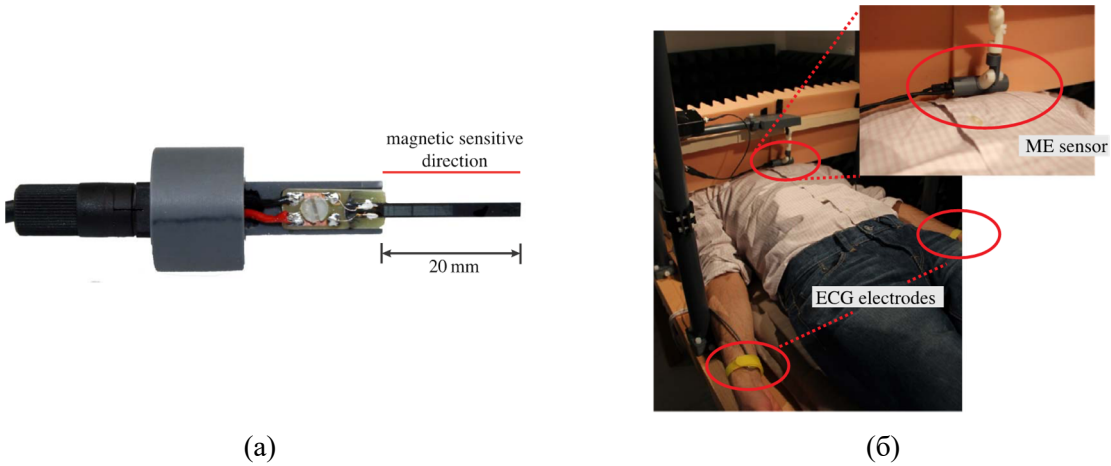
Было проведено сравнение предельной чувствительности МЭ единичного сенсора с предложенной асимметричной МЭ структурой. На рисунке 1.37 (б) представлено измерение МЭ отклика единичного сенсора на резонансной частоте при последовательном уменьшении амплитуды модулирующего магнитного поля. Предельная чувствительность составила 5 пТл при частоте 958 Гц, тогда как для асимметричной МЭ структуры чувствительность увеличилась до значения 500 фТл (рисунок 1.37 (б)). При приложении внешнего широкополосного белого шума из динамика (красная кривая на рисунках 1.37 (б) и (в)) асимметричный МЭ сенсор показал чувствительность в 4 раза большую, чем единичный.

Недостатком такого устройства является необходимость согласования физических параметров используемых отдельных МЭ структур для эффективного подавления вибрационного шума. В частности, высокие требования предъявляются к идентичности размеров, массы, электромеханических и магнитомеханических характеристик функциональных слоёв, качества закрепления в держателе. В связи с необходимостью применения нескольких технологических процессов при изготовлении структур точный контроль согласования пары МЭ кантилеверов по указанным параметрам затруднителен.

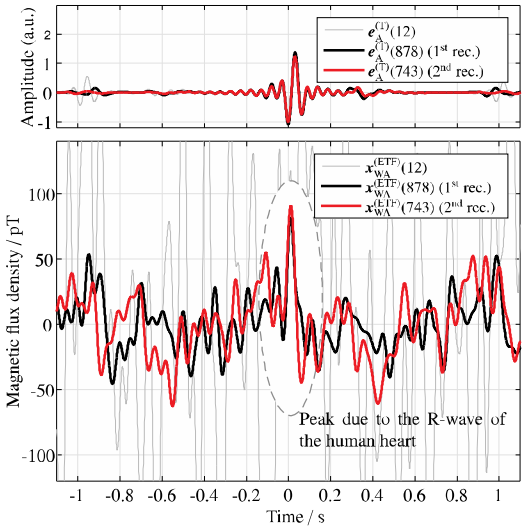
В работе [119] было предложено использовать массив МЭ датчиков для увеличения чувствительности к магнитному полю. Четыре датчика были подключены последовательно друг к другу. Детектируемый сигнал подвергался амплитудной и фазовой коррекции, а сигнал обрабатывался методом обратной дисперсии, что позволило достичь чувствительности 8.2 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 Гц. Недостатками метода являются массивные размеры измерительной системы, трудоёмкая и долгая постобработка сигнала.

Применение ВШ электрода на поверхности сегнетоэлектрического материала в МЭ композитном материале позволяет увеличить выходной сигнал, тем самым повышая чувствительность к магнитному полю [120].

До недавнего времени не было выпушено ни одной работы, где бы показали применение МЭ сенсора для детектирования биомагнитных полей от органов человека. Первыми это продемонстрировала группа ученых из Университет Киля. В работе [11] было показано одновременное детектирование R-зубца из комплекса QRS (деполяризация желудочков сердца) при измерении сигнала электрокардиографом (ЭКГ) и МЭ датчиком. Общий вид сенсора, фотография эксперимента и результаты проведенных измерений МЭ сенсором представлены на рисунках 1.38 (а), (б) и (в).



(а) (б)



(в)

Рисунок 1.38 – (а) Фотография МЭ сенсора. (б) Измерительная установка с закрепленным МЭ сенсором и электродами ЭКГ. (в) Усредненные результаты измерения R волны МЭ сенсором в сравнении с ЭКГ. Разные цвета кривых для МЭ измерений соответствуют разному числу усреднений сигнала [11].

Чтобы улучшить отношение сигнал-шум (SNR), измерения проводили методом преобразования частоты и с применением усреднения МЭ сигнала. Сигнал с МЭ образца был синхронизирован с сигналом от ЭКГ. Все измерения проводились в магнитоэкранированной комнате.

Результаты измерений представлены на рисунке 1.38 (в). Хотя предельная чувствительность сенсора составляла 100 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 10 Гц, применение техники усреднения и синхронизации с ЭКГ позволило детектировать в данном эксперименте более слабые сигналы.

Техника усреднения сигнала не позволяет исследовать пики до и после R волны сердца, что ограничивает возможности данной методики.

Дальнейшие исследования МЭ материалов для сенсоров магнитных полей должны быть нацелены на поиск новых материалов, которые способны уменьшить эквивалентный шум, а также

новых конструкций и методик измерения для увеличения предельной чувствительности к магнитному полю.

Выводы по литературному обзору и постановка задач исследования

В результате проведенного анализа литературы было показано, что наибольший МЭ эффект наблюдается в слоистых композитных мультиферроиках. Наиболее популярной конструкцией МЭ композитных материалов является *L-T*-конструкция и её производные, что обусловлено простотой изготовления электродов, которые можно нанести в виде плоского контакта с двух сторон на пьезоэлектрический материал. Для достижения высоких значений МЭ коэффициента необходимо выбирать магнитострикционные материалы с большим значением пьезомагнитного коэффициента и пьезоэлектрические материалы с высоким значением отношения пьезоэлектрического коэффициента к диэлектрической проницаемости для выбранного кристаллографического направления и режима работы структуры.

Приведено решение основных уравнений для МЭ композитной структуры в квазистатическом случае с целью нахождения максимального МЭ коэффициента в зависимости от выбранного пьезоэлектрического материала и кристаллографического среза. Показано, что бессвинцовые пьезоэлектрические материалы могут конкурировать по величине МЭ эффекта с пьезоэлектриками на основе свинца. Это связано с тем, что МЭ эффект пропорционален коэффициенту $g_{ij} = -\partial E_i/\partial T_j = \varepsilon_{ik}^{-1} d_{kj}$. Пьезоэлектрики на основе свинца, такие как PZT-2, PZT-5A, PMN-33%PT ([111] поляризованный), PZN-9%PT ([011] поляризованный), имеют не только высокие пьезоэлектрические коэффициенты, но и значительные диэлектрические проницаемости, поэтому коэффициент g_{ij} в этих материалах может быть сравнимым или даже меньшим, чем в бессвинцовых пьезоэлектрических кристаллах, рассмотренных в обзоре. Максимальный МЭ коэффициент для бессвинцовых композитов был получен для кристаллов α-$GaPO_4$ и LN, что по амплитуде совпадает с МЭ коэффициентом в композите на основе PMN-33%PT ([111] поляризованный) [80].

Показано, что оптимальный срез для LN соответствует y+129° [80] или y+130° [81], что близко к коммерчески доступному y+128°-срезу. Данный факт имеет большое значение для применения LN в МЭ композитных материалах и их приложениях.

Для увеличения МЭ коэффициента необходимо учитывать соотношение толщин пьезоэлектрического и магнитострикционного материалов. Исходя из уравнения (1.23), отношение толщин пьезоэлектрического и магнитострикционного слоев должно быть как можно меньшим (малый коэффициент *f*), что увеличит упругое напряжение ${}^{p}T_n$, приложенное к пьезоэлектрическому слою через растяжение или сжатие магнитострикционного материала во внешнем магнитном поле

Анализ работ по экспериментальному изучению МЭ эффекта в композитных мультиферроиках показал, что бессвинцовые пьезоэлектрические материалы с малыми значениями пьезоэлектрического коэффициента могут быть полезны в МЭ композитных структурах и показывать МЭ характеристики, превосходящие композитные мультиферроики на основе свинецсодержащих сегнетоэлектриков.

С точки зрения применения композитных мультиферроиков в сенсорах магнитных полей немалую роль играют температурная стабильность основных характеристик пьезоэлектрического материала, отсутствие гистерезиса механоэлектрических свойств и относительно низкая цена производства. Практически всем данным требованиям удовлетворяют бессвинцовые кристаллы LN, AlN и LGT. Данные материалы имеют большой потенциал для применения их в МЭ структурах и приборах на их основе.

Было показано [17], что конструкция композитных мультиферроиков играет важную роль в снижении уровня внешних шумов при измерении полезного МЭ сигнала. Биморфная МЭ структура, представленная на рисунке 1.28 (а), способна эффективно подавлять пироэлектрический шум, а также частично уменьшать внешний вибрационный шум.

Одним из наиболее перспективных и близких к практической реализации направлений является создание на основе композитных мультиферроиков высокочувствительных сенсоров сверхслабых магнитных полей. Отсутствие необходимости охлаждения таких сенсоров является значительным техническим преимуществом перед безальтернативно применяемыми сейчас для этих целей сверхпроводящими квантовыми интерферометрами (СКВИДами). При достижении высокой чувствительности МЭ сенсоров к магнитным полям с амплитудами от единиц фТл/Гц$^{1/2}$ до 100 пТл/Гц$^{1/2}$ в диапазоне частот от мГц до 300 Гц станет возможным изучение магнитных сигналов от сердца и мозга человека.

Чувствительность МЭ датчика лимитируется, с одной стороны, собственным шумом, в котором доминируют тепловой шум Найквиста и компонента 1/f-шума, а с другой стороны, внешними шумами, вызванными вибрациями пьезоэлектрика, пироэлектрическим эффектом и магнитными источниками. В литературном обзоре были рассмотрены приёмы борьбы с данными источниками шума и стратегии по достижению высокой чувствительности на низкой частоте.

Одним из способов увеличения чувствительности к магнитным полям для МЭ структур является использование пьезоэлектрических материалов с минимально возможным значением тангенса угла диэлектрических потерь. Чтобы исключить влияние низкочастотного вибрационного шума на МЭ сенсор, можно использовать технику преобразования низкочастотного сигнала. Также данная техника позволяет использовать более компактные МЭ структуры для измерения магнитных полей. При измерении магнитных полей с помощью модуляции низкочастотного сигнала возможно достигнуть чувствительности к магнитному полюя в 20 пТл на частоте 1 Гц [116]. Однако техника преобразования низкочастотного сигнала имеет следующие недостатки: необходимо подавать на МЭ сенсор модулирующий сигнал с большой амплитудой (от 2 Э до 10 Э); нужно заранее знать, какую частоту будет иметь полезный сигнал, или постоянно сканировать область допустимых частот для данного сигнала, что приведет к большому времени измерения и обработки сигнала. Уменьшить вклад внешнего вибрационного шума возможно с использованием дифференциальной структуры с симметричным откликом МЭ композита на шум и антисимметричным на полезный сигнал. Такая структура МЭ композита позволила достичь чувствительности к магнитному полю, в 4 раза большей, чем при использовании обычной МЭ структуры.

По результатам проведенного анализа литературы показано, что МЭ структуры на основе бессвинцовых сегнетоэлектрических монокристаллов были мало исследованы в плане детектирования сверхслабых магнитных полей, хотя их МЭ свойства не уступают структурам на основе свинецсодержащих сегнитоэлектриков. Биморфные МЭ материалы способны увеличить чувствительность к магнитному полю, однако данные материалы получают методом склеивания или спекания сегнетоэлектрических пластин друг с другом, что ограничивает диапазон рабочих температур и приводит к возникновению механических потерь на границе спекания или склеивания материалов.

По результатам проведенного анализа литературы предлагается:

– создать новые МЭ композитные материалы на основе бидоменных кристаллов LN / метглас;

– разработать модель расчёта МЭ коэффициента, импеданса и эквивалентного магнитного шума для образцов на основе бидоменных кристаллов LN / метглас;

– исследовать экспериментально МЭ эффект в данных структурах;

– измерить предел детектирования низкочастотных сверхслабых магнитных полей предложенными композитными мультиферроиками;

– разработать оптимальную структуру МЭ сенсора на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.

С целью прогнозирования МЭ характеристик в простых двухслойных композитных структурах, представленных на рисунке 2.1, были проведены расчёты МЭ коэффициентов с применением низкочастотной модели на основе теории пьезоэлектричества, магнитострикции и эластодинамики тонких пластин [121–125].

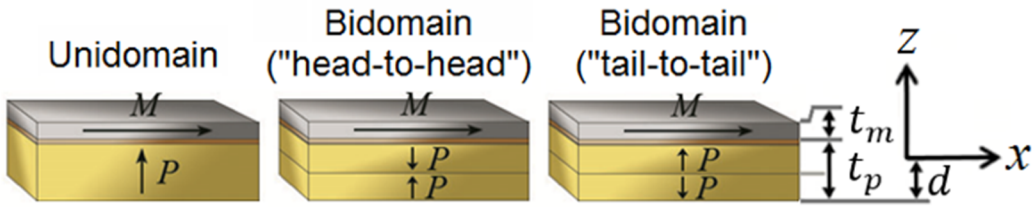


Рисунок 2.1 – Представлены различные типы двухслойных композитных МЭ структур, состоящих из магнитострикционного (метглас) и пьезоэлектрического (монодоменный и бидоменный LN) материалов.

Соотношение длины (l), ширины (w) и толщины (t) композитной структуры выбрано следующим образом: $l = w$, $l >> t$. На рисунке 2.1 величина d определяет позицию нейтральной плоскости, где ось z перпендикулярна плоскости образца и направлена вдоль толщины композитной структуры. Обозначим через t_{p-} и t_{p+} толщину нижнего и верхнего доменов пьезоэлектрического материала, а через t_m. - толщину магнитострикционного слоя. Магнитострикционный слой является также верхним электродом ко мпозитной структуры и находится в электростатическом и магнитостатическом равновесии, поэтому электрическое поле E_i (индекс i целое число, которое принимает значение 1, 2 и 3, что соответствует направленю вдоль оси x, вдоль направления перпендикулярного оси x в плоскости образца и z на рисунке 2.1) и электрическое смещение D_i равны нулю, а напряженность магнитного поля H_i является константой для всего магнитострикционного материала.

Для того, чтобы найти МЭ коэффициенты, необходимо совместно решить основные уравнения пьезоэлектрического и магнитострикционного эффекта (1.11)-(1.14) и учесть граничные условия. Примем, что к композитной структуре не прикладывается никакого механического напряжения, т. е. выполняется условие, представленное в уравнение (1.15), а поверхности верхнего и нижнего электрода эквипотенциальны, и напряженности электрических полей $E_1 = E_2 = 0$. Учитывая эти условия, запишем основные уравнения:

$$T_m = \overline{c_{mn}^D} S_n - \overline{h_{3m}} D_3, \tag{2.1}$$

$$E_3 = -\overline{h_{3n}} S_n + \overline{\beta_{33}^S} D_3, \tag{2.2}$$

$$T_m = \overline{c_{mn}^H} S_n - \overline{q_{am}} H_a, \tag{2.3}$$

где m и n целые числа, которые принимают значения 1, 2 и 6; в коэффициентах $\overline{c_{mn}^D} =$

$\left(s_{mn}^{E} - \frac{d_{3m}d_{3n}}{\varepsilon_{33}^{T}}\right)^{-1}$ верхний индекс -1 обозначает обратную матрицу третьего ранга; $\overline{h_{3m}} = \overline{c_{mn}^{D}}\frac{d_{3n}}{\varepsilon_{33}^{T}}$, $\overline{\beta_{33}^{S}} = \frac{1}{\varepsilon_{33}^{T}}\left(1 + \overline{h_{3m}}d_{3m}\right)$ и $\overline{c_{mn}^{H}} = (s_{mn}^{H})^{-1}$ and $\overline{q_{am}} = \overline{c_{mn}^{H}}q_{an}$.

Для того, чтобы учесть изгибную моду колебания в предложенных структурах будем решать уравнения (2.1)-(2.3) согласно теории тонких пластин Кирхгофа-Лява. Малые несдвиговые деформации могут быть описаны в первом приближении как линейная непрерывная функция координаты *z* в виде [122]:

$$u_a = u_a^0 - zw_{,a}^0, \tag{2.4}$$

$$u_3 = w^0, \tag{2.5}$$

где u_a^0 и $w_{,a}^0$ - деформации тонкой пластины, которые зависят только от координат *x* и *y* в плоскости образца. w^0 - деформация вне плоскости образца в направлении *Z*. Таким образом, ненулевые механические деформации будут проявляться только в плоскости образца. Тогда $S_{ab} = S_{ab}^{0\,ext} - zS_{ab}^{0\,flex} = (1/2)\left(u_{a,b}^0 + u_{b,a}^0\right) - zw_{,ab}^0$, где $S_{ab}^{0\,ext}$и $S_{ab}^{0\,flex}$ - это механические деформации растяжения и изгиба, соответственно. Индексы *a* и *b* указывают направление в плоскости образца. Согласно второму закону Ньютона динамическое уравнение движения для пластины будет следующим [122]:

$$N_{ab,b} = J_1\ddot{u}_a^0 - J_2\ddot{w}_{,a}^0, \tag{2.6}$$

$$M_{ab,ab} = J_1\ddot{w}^0 + J_2\ddot{u}_{a,a}^0 - J_3\ddot{w}_{,aa}^0, \tag{2.7}$$

где $N_{ab} = \int_{-d}^{t-d} T_{ab}\,dz$ - результирующая сила, $M_{ab} = \int_{-d}^{t-d} zT_{ab}dz$ - результирующий момент в вертикальном направлении пластины, а $J_i = \int_{-d}^{t-d} z^{i-1}\rho dz$ - момент инерции в зависимости от направления. Для того, чтобы решить уравнения (2.6) и (2.7), необходимо ввести граничные условия для боковых поверхностей пластины. Если композитный материал не испытывает механических напряжений, то:

$$n_a N_{ab} = 0, \tag{2.8}$$

$$n_a M_{ab} = 0, \tag{2.9}$$

$$n_a M_{ab,b} = 0, \tag{2.10}$$

где n_a - единичный вектор, направленный перпендикулярно поверхности пластины. Позиция нейтральной плоскости *d* обычно вычисляется при условии равновесия для результирующей силы и результирующего момента, т.е. $N_m = 0$ и $M_m = 0$, а также при условии, что H_a= 0 и D_3= 0 [123]. Для того, чтобы упростить уравнения (2.6) и (2.7), будем использовать аппроксимацию, при которой все приложенные поля имеют гармоническую зависимость от времени $u_a = u_a e^{j\omega t}$, где амплитуда вектора u_a может принимать комплексные значения.

Теперь найдем постоянное электрического напряжение, которое образуется между нижним и верхним электродом композитной структуры, предполагая, что D_3 не зависит от *z*.

Проинтегрируем электрическое поле E_3 по толщине образца, чтобы получить результирующее напряжение, учитывая уравнение (2.2), уравнение малых деформаций (2.4) и (2.5), тогда получим:

$$V_3 = \int_{-d}^{t_p-d} E_3 dz = -\langle \overline{h_{3n}} \rangle_p t_p S_n^{0\,ext} + \langle z\overline{h_{3n}} \rangle_p t_p S_n^{0\,flex} + \langle \overline{\beta_{33}^S} \rangle_p t_p D_3, \quad (2.11)$$

где символ $\langle\ \rangle_p$ означает усреднение значения вдоль толщины непроводящего слоя ($-d < z < t_p - d$), а $\langle\ \rangle_m$ означает усреднение значения вдоль толщины проводящего слоя ($t_p - d < z < t_m + t_p - d$). Решение данного уравнения совместно с (2.1)-(2.5) позволяет получить пространственные смещения или деформации и D_3 как линейную функцию от V_3 и H_a. Ток, проходящий через структуру в направлении z, будет следующий: $I_3 = j\omega \int_0^w \int_0^l D_3 dx\, dy$. Электрический импеданс системы (при условии $H_a = 0$) определяется как $Z = V_3/I_3$, а МЭ коэффициент при условии разрыва электрической цепи (I_3=0) будет $\alpha_{\mathrm{E}3a} = V_3/\left(H_a \cdot t_p\right)$. Общее уравнение, описывающее макроскопическую связь электрического и магнитного поведения композитной структуры, можно записать в следующей форме: $V_3 = ZI_3 + \left(\alpha_{\mathrm{E}3a} t_p\right) H_a$.

Теперь найдем решение для динамического случая и учтём электромеханический резонанс структуры. Решение будем искать для тонкого стержня при условии, что $l \gg w \gg t$, а магнитное поле прикладывается вдоль направления оси x. В этом случае остается только одна ненулевая компонента тензора T_{ij} для выделенного направления, т.е. T_{11}. Таким образом мы получаем одномерную задачу для решения основных уравнений (2.1)-(2.3), уравнений движения (2.6) и (2.7) и граничных условий (2.8)-(2.10), где $m = n = a = b = 1$. В случае изгибных колебаний структуры $u_1 = -zw_1^0$ в уравнении (2.4). Тогда, решая уравнение (2.7) совместно с (2.9)-(2.11) и (2.1)-(2.3), найдем адмиттанс и МЭ коэффициент:

$$Y = j\omega \frac{wl}{t_p \langle \beta_{33}^S \rangle} \left(1 + \left(\frac{t_p}{t}\right)^3 \frac{\langle h_{31} \rangle^2}{\langle \beta_{33}^S \rangle} \frac{1}{\langle c_{11}^D \rangle} f(kl)\right), \quad (2.12)$$

$$\alpha_{E31} = -\frac{\left(\frac{t_m}{t}\right)^2 \left(\frac{t_p}{t}\right) \langle q_{11} \rangle \langle h_{31} \rangle}{\left(\frac{t_p}{t}\right)^3 \frac{\langle h_{31} \rangle^2}{\langle \beta_{33}^S \rangle} + \langle c_{11}^D \rangle (1/f(kl))}, \quad (2.13)$$

где $k = \sqrt{\omega}[\langle \rho \rangle / (t^2 \langle c_{11}^D \rangle)]^{1/4}$ - волновое число, а $\langle q_{11} \rangle = (1/t_m)^2 \int_{t_p-d}^{t-d} z\overline{q_{11}}\, dz$, $\langle h_{31} \rangle = \left(1/t_p\right)^2 \int_{-d}^{t_p-d} z\overline{h_{31}}\, dz$, $\langle \beta_{33}^S \rangle = \left(1/t_p\right) \int_{-d}^{t_p-d} \overline{\beta_{33}^S}\, dz$ и $\langle c_{11}^D \rangle = (1/t)^3 \left(\int_{-d}^{t_p-d} z^2 \overline{c_{11}^D}\, dz + \int_{t_p-d}^{t-d} z^2 \overline{c_{11}^H}\, dz\right) - \left(t_p/t\right)^3 \langle h_{31} \rangle^2 / \langle \beta_{33}^S \rangle$ являются независимыми от толщины эффективными изгибными коэффициентами (пьезомагнитным, пьезоэлектрическим, диэлектрическим и коэффициентом жесткости, соответственно) композитной структуры. Здесь $f(kl)$ - функция от kl, вид которой зависит от наложенных граничных условий. Для свободно колеблющегося кристалла граничные условия (изгибные и сдвиговые силы, приложенные к обоим концам кристалла, равны нулю) будут следующие: $M_1 = 0$ и $M_{1,1} = 0$ при $x = 0$ и $x = l$. Тогда функция $f(kl)$ в уравнениях (2.12) и (2.13) примет вид $f(kl) = 4\sin(kl/2)\sinh(kl/2)/kl(\cos(kl/2)\sinh(kl/2) + \sin(kl/2)\cosh(kl/2))$. В

случае консольного закрепления кристалла $w_0 = 0$ и $w_{0,1} = 0$ при $x = 0$, $M_1 = 0$ и $M_{1,1} = 0$ при $x = l$, а $f(kl) = (\cos(kl)\sinh(kl) + \sin(kl)\cosh(kl))/kl(1 + \cos(kl)\cosh(kl))$.

Простой способ ввести механические потери энергии на трение в модели – использовать комплексную запись угловой частоты $\omega(1 - j(1/Q))$, где Q - механическая добротность материала. Диэлектрические потери в пьезоэлектрической части материала могут быть также учтены в комплексной записи диэлектрической константы $\varepsilon_{33}^T(1 - j\tan(\delta))$, где $\tan(\delta)$ - тангенциальные потери.

Для разных типов закрепления кристалла стоит отметить наличие частот, которые соответствуют электромеханическому резонансу (ЭМР) системы, при котором коэффициенты достигают пиковых значений. В случае, когда $Q = \infty$, а $\tan(\delta) = 0$, резонансные частоты определяются как:

$$f_{r_n} = \frac{\chi_n^2}{2\pi}\frac{t}{l^2}\sqrt{\frac{\langle c_{11}^D\rangle}{\langle\rho\rangle}},\ n \in \mathbb{N}, \tag{2.14}$$

где χ_n – константа, равная корням kl функции $1/f(kl)$. В случае свободно колеблющегося кристалла χ_n принимает значения 4.730, 10.996, 17.279 и т. д., а при консольном закреплении – 1.875, 4.694, 7.855 и т.д. На резонансной частоте МЭ коэффициент стремится к значению $\left(-t_m\langle z\overline{q_{11}}\rangle_m\langle\overline{\beta_{33}^S}\rangle_p/t_p\langle z\overline{h_{31}}\rangle_p\right)(1 + j0)$. Кроме очевидных шагов для уменьшения резонансной частоты, можно также увеличивать соотношение толщины магнитострикционного материала к пьезоэлектрическому из-за того, что магнитострикционный материал имеет большую плотность и константы податливости. Также резонансная частота должна быть наименьшей при равной толщине доменов противоположной поляризации в пьезоэлектрическом образце в случае биморфной структуры, поскольку $\langle h_{31}\rangle$ имеет локальный максимум при $t_{p+}/t_p = 1 - d/t_p \approx 1/2$. Резонансные частоты для консольного закрепления образцов 6.4 раза ниже, чем случае свободно колеблющегося кристалла.

Для дальнейшего расчёта МЭ коэффициента в динамическом режиме необходимо найти оптимальную кристаллографическую ориентацию кристалла. Как было показано в главе 1.2, выбор оптимального среза кристалла может значительно увеличить МЭ коэффициент. Воспользуемся квазистатической моделью для вычисления максимального МЭ коэффициента для двуслойной структуры LN / метглас. В этом случае нейтральная плоскость d не будет влиять на значение МЭ коэффициента и импеданса образца, поэтому мы заменим её на $t_p/2$.

Толщина магнитного слоя составляет 29 мкм, а длина и ширина равны 10 мм, поэтому эффектом размагничивания можно пренебречь для поля, приложенного в плоскости образца. Коэффициент магнитострикции для недеформированного метгласа принимает максимальное значение q_{11} = 4 10^{-6}/Э при оптимальном постоянном поле 10 Э [103, 126]. Остальные константы материала таковы: q_{12} = – 1.7 млн$^{-1}$/Э, s_{11}^H = 10×10^{-12} м^2/Н, s_{12}^H = – 3.3×10^{-12} м^2/Н и ρ = 7.9 г/см^3 [82, 91, 92]. Пьезоэлектрический слой (LN) взят толщиной 0.5 мм, а ширина и длина равны 10 мм. Материальные константы для среза y+127°: $\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$ = 49.16, d_{31} = 11.84 пКл/Н, d_{32} = – 26.70 пКл/Н,

s_{11}^E = 5.83×10^{-12} м^2/Н, s_{22}^E = 6.92×10^{-12} м^2/Н, s_{12}^E = – 1.74×10^{-12} м^2/Н, ρ = 4.647 г/см^3 [84].

Максимальный поперечный МЭ коэффициент ($|\alpha_{E32}|$) был найден для композитной структуры с бидоменным кристаллом LN, где $t_{p-} = t_{p+} = t_p/2$ = 0.25 мм, а толщина метгласа t_m= 29 мкм. МЭ коэффициент как функция угла среза кристалла представлен на рисунке 2.2.

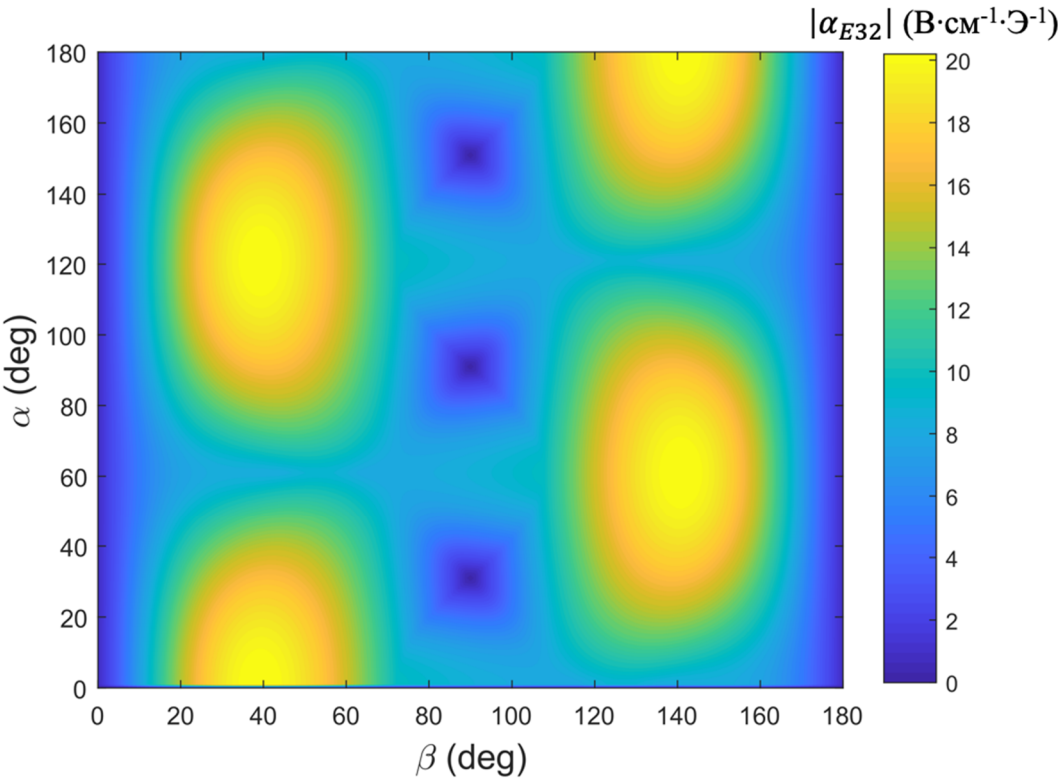


Рисунок 2.2 – Контурный график зависимости МЭ коэффициента $|\alpha_{E32}|$ как функции угла среза кристалла (α и β) для композитной структуры бидоменный кристалл LN / метглас.

Видно, что МЭ коэффициент сильно зависит от ориентации кристалла и имеет максимум 20.3 В/(см·Э) для среза y+129° (α = 0º, β = 39º и γ = 90º). На рисунке 2.3 приведен расчёт МЭ коэффициента как функции угла $\theta = 90 + \beta$ (угол вокруг оси x относительно плоскости, параллельной направлению y) для бидоменных и монодоменных (t_{p-} = 0 и t_{p+} = t_p = 0.5 mm) кристаллов LN. Видно, что оба МЭ коэффициента имеют максимальное значение при углах среза кристалла y+129°. МЭ коэффициент для бидоменного кристалла почти в два раза больше, чем для структуры с монодоменным кристаллом LN, из-за преобладания изгибной деформации для данного соотношения толщины $t_p/t = 0.945$.

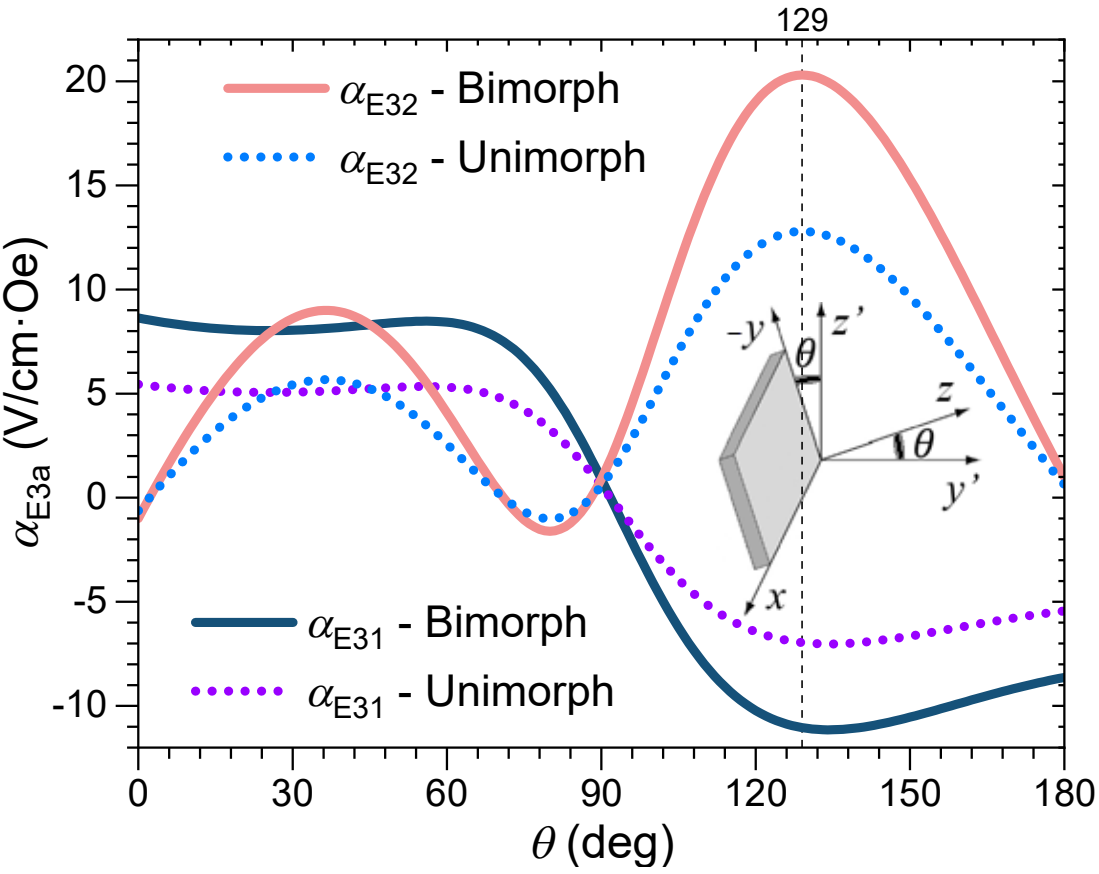


Рисунок 2.3 –МЭ коэффициенты, рассчитанные для двух перпендикулярных направлений магнитного поля в плоскости образца в композитных материалах с монодоменным и бидоменным кристаллом LN в зависимости от угла y-среза θ.

Рисунок 2.4 показывает зависимость МЭ коэффициента $|\alpha_{E32}|$ для композитов на основе бидоменного и монодоменного LN как функцию соотношения t_p/t. Для бидоменного кристалла $|\alpha_{E32}|$ увеличивается с увеличением доли магнитострикционной фазы из-за увеличения изгибной деформации кристалла, создаваемой более толстым слоем метгласа под действием одинакового магнитного поля в плоскости кристалла. Однако при достижении равного соотношения толщины t_p/t_m магнитострикционный слой начинает изгибаться меньше из-за ограничения, вызванного пьезоэлектрическим слоем, что приводит к уменьшению МЭ коэффициента. В свою очередь, при соотношении $\frac{t_p}{t}$, близком к 0, магнитострикционный слой не испытывает механического напряжения, создаваемого пьезоэлектрическим слоем, и происходит продольное растяжение или сжатие композита без изгиба. В таком случае бидоменная структура пьезоэлектрического материала компенсирует создаваемые заряды, что приводит к нулевому МЭ эффекту. Оптимальное соотношение t_p/t находится между 0.6 и 0.65. МЭ коэффициент имеет максимальное значение 95 В/(см·Э) при соотношении $t_p/t = 0.6$.

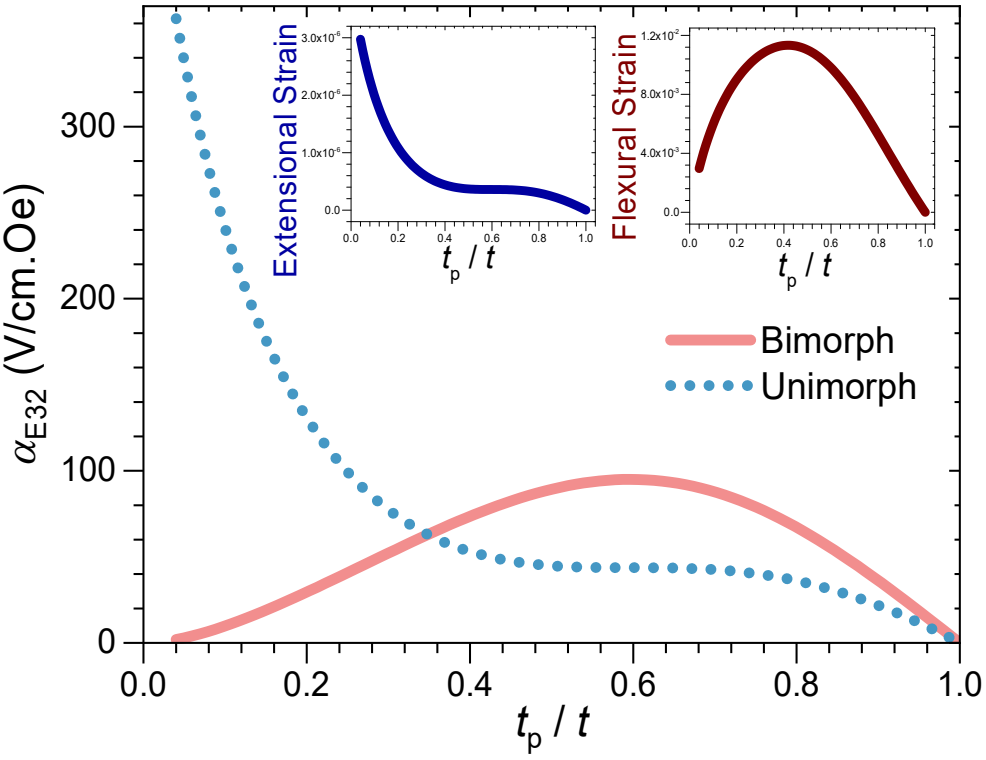


Рисунок 2.4 –МЭ коэффициенты, вычисленные для композитных структур на основе монодоменного и бидоменного кристаллов LN y+129°-среза как функция соотношения t_p/t. Вставка на графике показывает зависимость изгибной и продольной деформации кристалла в зависимости от соотношения t_p/t для приложенного магнитного поля H_2, равного 1 Э.

Перейдем к расчёту динамического МЭ коэффициента. Как было показано выше, максимальный поперечный МЭ коэффициент соответствует y+129°-срезу, поэтому дальнейшие вычисления будем производить для данного среза кристалла LN. Все материальные коэффициенты вычислены для образца длиной l = 10 мм, шириной w = 1 мм, толщиной метгласа t_m = 29 мкм и толщиной бидоменного кристалла LN t_p = 0.5 мм. Также примем, что толщина каждого домена в кристалле LN одинакова и равна $t_p/2$. Для тангенциальных потерь примем типичное значение для данного пьезоэлектрического кристалла $tan(\delta) = 0.7$ % и механическую добротность Q = 300.

Для практического применения МЭ композитных материалов для чувствительных сенсоров магнитных полей важным параметром является плотность эквивалентного магнитного шума (в единицах Тл/Гц$^{1/2}$). Чтобы его вычислить, необходимо рассмотреть электрическую эквивалентную схему композитного материала и измерительной системы. Общая эквивалентная схема представлена на рисунке 2.5. Как было показано в уравнении (2.11), МЭ композитный материал может быть смоделирован в рамках теоремы Тевенина как эквивалентная схема с источником напряжения за счёт магнитной индукции $\delta V_3 = (\alpha_{E3a} t_p)\delta H_a$ и включенным последовательно ему эквивалентным комплексным сопротивлением Z [14, 22, 123, 127]. Исследуемая композитная структура обладает высоким значением сопротивления и является плоским конденсатором. Мы можем оценить значение шума для данной структуры в широком частотном диапазоне (10^1-10^6 Гц),

где доминирующим будет тепловой шум. Среднеквадратичный токовый шум можно записать как $i_Z = \sqrt{4k_bTY'}$. По теореме Найквиста о шуме можно показать, что результирующая спектральная плотность шума (в единицах В/Гц$^{1/2}$) для МЭ композита может быть записана как [128]:

$$e_Z = |Z|i_Z = \sqrt{4k_bTZ'}, \tag{2.15}$$

где k_b - постоянная Больцмана, T - температура, Z' - реальная часть импеданса.

Вдали от электромеханического резонанса (ЭМР) импеданс композитной структуры будет определяться ёмкостью пьезоэлектрической фазы $C_p = C(1 - jtan(\delta))$ и подключенным параллельно к данной ёмкости сопротивлением $R_p = R$. Подставляя данные параметры в уравнение (2.15), можно показать, что данная схема ведет себя как фильтр низких частот с частотой отсечки $1/2\pi RC\sqrt{1 + \tan(\delta)^2}$. Среднеквадратичное значение шума для низких частот будет $\sqrt{4k_bTR}$, а для высоких частот - $\sqrt{4k_bT\tan(\delta)/(C\tan(\delta)^2 + C)}$. Таким образом, чтобы уменьшить выходной шум образцов, необходимо использовать композитные материалы с высоким значением ёмкости, низкими тангенциальными потерями и большим сопротивлением. Чтобы учесть эффект ЭМР, необходимо добавить в эквивалентную схему *RLC*-цепочку, состоящую из сопротивления (R_m), ёмкости (C_m) и индуктивности (L_m), подключенную параллельно упомянутой *RC*-цепочке. Тогда общее значение спектральной плотности шума будет из уравнения (2.15) иметь локальный максимум на антирезонансной частоте ($f_a = 1/2\pi\sqrt{L_m[C_mC/(C_m + C)]}$) и локальный минимум на резонансной частоте ($f_r = 1/2\pi\sqrt{L_mC_m}$).

Учтём влияние шума измерительной системы, представленной в виде дифференциального усилителя с коэффициентом усиления G и входным импедансом (Z_{a1} и Z_{a2}), образованным между входом и землёй. Также введем заданный ток (i_a) и напряжение (e_a) спектральной плотности входного шума, как это показано на рисунке 2.5. Суммарный шум данной системы будет:

$$v_n = |G|\sqrt{\left(4k_bTZ'_{eq}\right)^2 + \left(\left|Z_{eq}\right|i_a\right)^2 + e_a^2}, \tag{2.16}$$

где Z_{eq} - эквивалентный импеданс электрической цепи, равный $Z\|(Z_{a1} + Z_{a2})$. Плотность эквивалентного магнитного шума можно найти как $EMND = v_n/|\delta V_{ME}/\delta H|$, где $\delta V_{ME}/\delta H = \left|Z_{eq}/Z\right|\left(\alpha_{E31}.t_p\right)$. Данный параметр определяет минимальное магнитное поле, которое может быть продетектировано сенсором на основе МЭ композитного материала. Для вычисления была принята идеальная схема детектирования (G = 1, $Z_{a1} = Z_{a2} = \infty$, i_a = 0 и e_a = 0), тогда, чтобы вычислить чувствительность композитной структуры к магнитному полю, необходимо решить совместно уравнения (2.12)-(2.14) и (2.16). Эквивалентный магнитный шум будет пропорционален $\sqrt{(1/twl)(1/f)\tan(\delta)}$ на низких частотах и $\sqrt{(l/t^2w)(1/Q)}$ на высоких частотах. Для уменьшения шума композитной структуры необходимо увеличивать объём пьезоэлектрического и магнитострикционного материала, использовать материалы с высокой механической добротностью Q и малыми тангенциальными потерями. Последние два условия выполняются для

монокристаллических пьезоэлектриков. Также необходимо использовать материалы с высокими пьезоэлектрическими коэффициентами и малыми значениями диэлектрических констант ($\propto \varepsilon_{33}^{T'}/d_{32}^2$), а магнитострикционные материалы с высокими пьезомагнитными коэффициентами и малыми коэффициентами податливости.

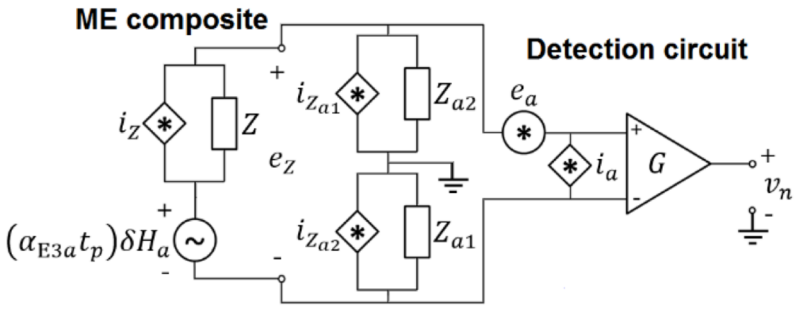


Рисунок 2.5 – Эквивалентная схема композитного МЭ образца и детектирующей электрической цепи, которую использовали для анализа шума.

Вычисления по модели представлены на рисунке 2.6. Абсолютное значение импеданса $|Z|$ показывает, что вначале оно убывает с частотой как функций $\frac{1}{f}$, в то время как тепловой шум e_Z и плотность эквивалентного магнитного шума (*EMND*) уменьшаются как функция $1/f^{1/2}$.

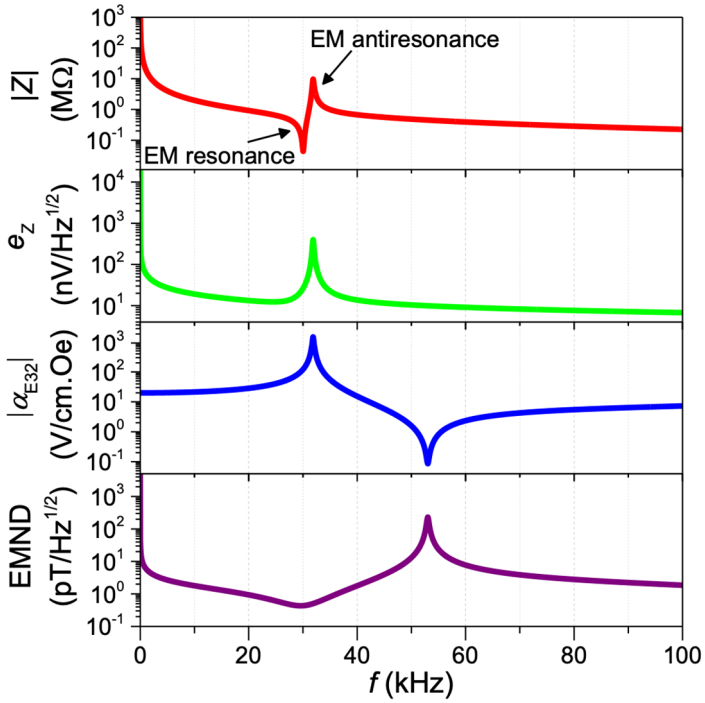


Рисунок 2.6 – Вычисленные значения абсолютного импеданса $|Z|$, теплового шума e_Z, МЭ коэффициента ($|\alpha_{E32}|$) и плотности эквивалентного магнитного шума (*EMND*) в зависимости от частоты.

Абсолютное значение импеданса, теплового шума и МЭ коэффициента ($|\alpha_{E32}|$) достигают

локального максимума 9.7 МОм, 400 нВ/Гц$^{1/2}$ и 1.6 кВ/(см·Э) при частоте антирезонанса (31.88 кГц). Эквивалентное значение магнитного шума имеет широкий минимум около значения 438 фТл/Гц$^{1/2}$ между резонансной и антирезонансной частотами (30,2 кГц). Данный диапазон частот достаточно интересен для применения в сверхчувствительных магнитных сенсорах. После данного минимума можно наблюдать увеличение уровня шума с частотой до максимального значения на частоте 53 кГц, где МЭ коэффициент убывает до минимума. При выборе оптимального соотношения объема между фазами композитного материала можно показать, что шум уменьшается до 57 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 Гц и вплоть до 73 фТл/Гц$^{1/2}$ при частоте резонанса структуры.

Для использования МЭ композитных материалов на основе бидоменных кристаллов LN в качестве сенсоров сверхслабых магнитных полей необходимо достичь высокой чувствительности на низких частотах (10-300 Гц). С целью снизить резонансную частоту МЭ структуры можно использовать консольный тип закрепления. Было проведено сравнение двух типов закрепления: свободно колеблющегося и консольного закрепления кристалла. Для расчёта были выбраны следующие длины (l) композитного материала: 30, 40 и 45 мм. Ширина магнитострикционного слоя w = 5 мм, толщина t_m = 29 мкм и толщина пьезоэлектрического материала t_p = 0.5 мм с одинаковой толщиной доменов ($t_{p-} = t_{p+} = t_p/2$). Для расчётов выбран коммерчески доступный угол среза кристаллов LN y+128º, что очень близко к оптимальному углу среза y+129º. Тангенциальные потери $tan(\delta) = 2\,\%$ и механическая добротность Q = 250. Также в расчётах учтён фактор размагничивания магнитострикционного материала. В этом случае пьезомагнитный коэффициент имеет следующую зависимость от фактора размагничивания $q_{11} = q_{11}^{int}/(1 + N_1\chi)$ [129–131], где χ - дифференциальное значение магнитной проницаемости, равное 1000 [132–134]. Используя коэффициенты фактора размагничивания для прямоугольных призм, рассчитанные в литературе [135], мы интерполировали их для получения значения коэффициента размагничивания, подходящего для соотношения сторон выбранного композитного материала. Были получены следующие значения коэффициента: N_1 = 5,6725 x 10^{-4}, 3,9621 x 10^{-4} и 3,4316 x 10^{-4} с увеличением длины магнитострикционного материала. Это показывает, что с увеличением длины магнитострикционного слоя магнитное поле легче проникает в материал, что приводит к увеличению максимального пьезомагнитного коэффициента и уменьшению поля смещения, при котором достигается максимальное значение данного коэффициента.

Вычисления для идеальной схемы детектирования (G = 1, $Z_{a1} = Z_{a2} = \infty$, i_a = 0 и e_a = 0) представлены на рисунке 2.7.

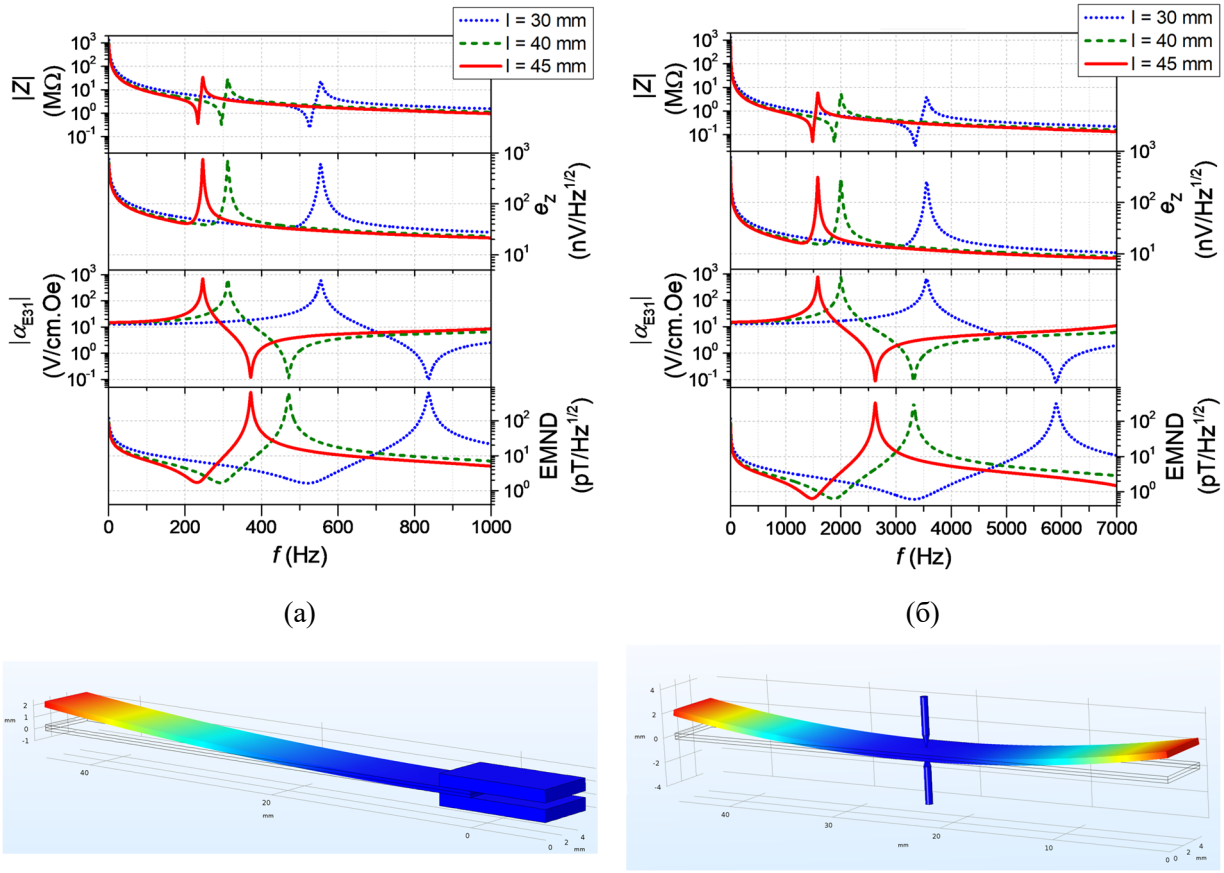


Рисунок 2.7 – Рассчитанные значения абсолютного импеданса $|Z|$, теплового шума e_Z, МЭ коэффициента ($|\alpha_{E32}|$) и плотности эквивалентного магнитного шума (*EMND*) в зависимости от частоты для следующих типов закрепления: (а) консольного, (б) свободно колеблющегося кристалла. Представлены результаты конечно-элементного моделирования изгибной деформации бидоменного кристалла LN y+128º для данных двух случаев закрепления: (в) консольное и (г) свободно колеблющийся кристалл.

Вычисленные резонансные частоты для композитов с консольным закреплением уменьшаются с увеличением длины и имеют следующие значения: 525, 296, и 234 Гц, соответственно. Без учета эффекта размагничивания минимальное значение эквивалентного магнитного шума увеличивается с увеличением длины и имеет следующие значения: 1,04, 1,2 и 1,28 пТл/Гц$^{1/2}$. Резонансные частоты для свободно колеблющегося композитного материала также уменьшаются с увлечением длины и составляют 3344, 1881 и 1486 Гц. Также без учета фактора размагничивания эквивалентный магнитный шум принимает значения для данных резонансных частот 0,39, 0,45 и 0,48 пТл/Гц$^{1/2}$. Если же учесть фактор размагничивания, то результаты для МЭ коэффициента будут на 30 % меньше, что приведет к уменьшению чувствительности. Эквивалентный магнитный шум составил 1,67 пТл/Гц$^{1/2}$ в случае консольного закрепления и 0.63 пТл/Гц$^{1/2}$ при свободно колеблющемся образце длиной $l =$ 45 мм. Стоит отметить, что для вычисления было взято соотношение между толщиной магнитострикционного и пьезоэлектрического материала $t_p/t \sim$ 0,95, что далеко от оптимального соотношения,

представленного на рисунке 2.4. Таким образом, можно показать, что для консольного закрепления образца длиной 45 мм с уменьшением соотношения t_p/t до диапазона от 0,7 до 0,4 без изменения толщины пьезоэлектрической фазы МЭ коэффициент увеличивается больше чем в три раза, а эквивалентный магнитный шум уменьшается до 0,5 пТл/Гц$^{1/2}$.

Для того, чтобы показать, как изменяется чувствительность на низкой частоте с увеличением длины образца (это приводит к увеличению объема), был рассчитан эквивалентный магнитный шум в зависимости от длины образца на частоте 10 Гц. Результаты вычислений представлены на рисунке 2.8.

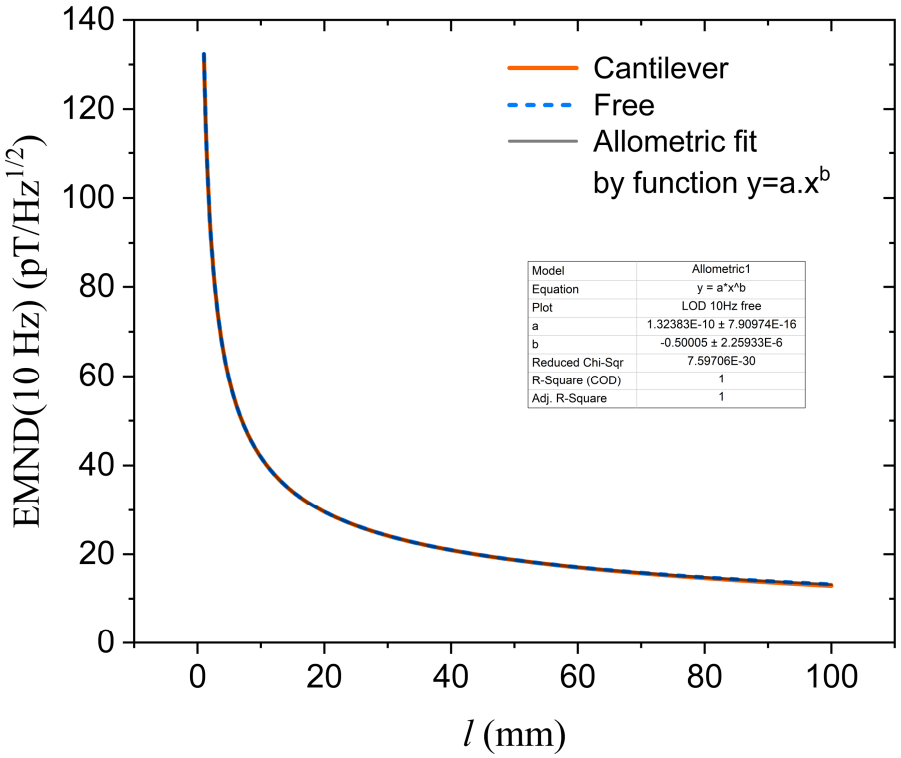


Рисунок 2.8 – Расчётная зависимость плотности эквивалентного магнитного шума от длины композитного материала для двух случаев закрепления (консольного и свободно колеблющегося кристалла). График описывается функцией вида $y(x) = a \cdot x^b$.

Чувствительность МЭ композитного материала изменяется нелинейно с увеличением длины, как было предсказано в приведенной выше модели. Кривая хорошо описывается функцией вида $y(x) = a \cdot x^b$, где $a = 1{,}32\ 10^{-10}$ (Тл·м$^{1/2}$)/Гц$^{1/2}$, а показатель степени b = –0,5. При длине материала 100 мм можно достигнуть чувствительности 12 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 10 Гц. При этом нет разницы между типами закрепления, чувствительность в обоих случаях одинаковая при равной длине материала.

Наглядное представление зависимости резонансной частоты и эквивалентного магнитного шума от длины образца показано на рисунке 2.9.

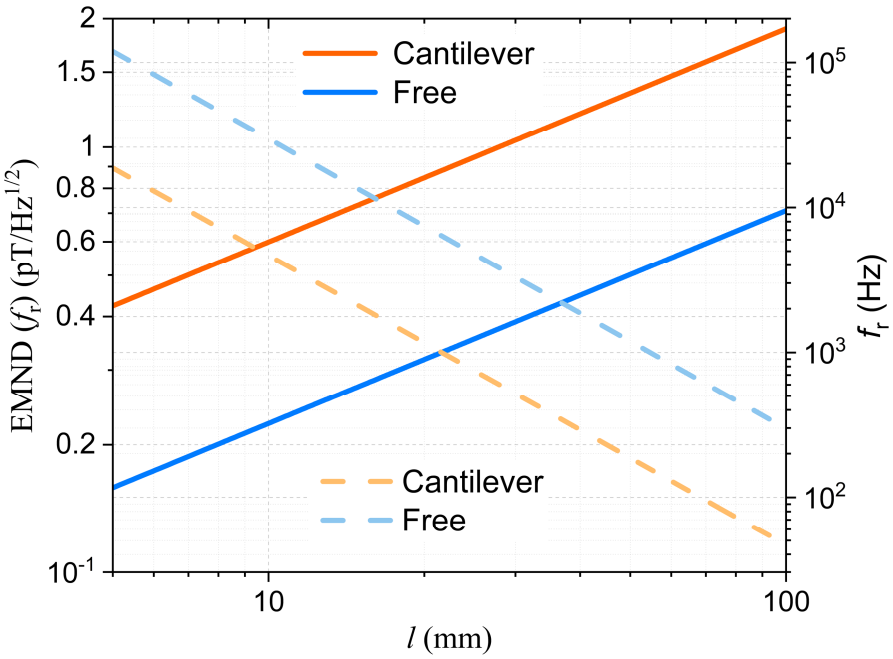


Рисунок 2.9 – Двойная логарифмическая зависимость резонансной (пунктирные линии) и эквивалентного магнитного шума (сплошные линии) от длины образца для двух типов закрепления композитного материала.

Эквивалентный магнитный шум и резонансная частота имеют нелинейную зависимость от длины образца. Видно, что значение эквивалентного магнитного шума зависит как от длины, так и от типа закрепления композитного материала. Для свободно колеблющейся структуры шум в несколько раз меньше, чем для консольного закрепления, но это зависит от частоты. С увеличением частоты уменьшается значение импеданса, которое обратно пропорционально частоте.

Выводы к разделу

В главе 2 приведена теоретическая модель для вычисления МЭ коэффициента в композитных двухслойных структурах с бидоменным или монодоменным кристаллом LN и магнитострикционным слоем метгласа (рисунок 2.1). Были найдены МЭ коэффициенты для квазистатического и динамического режимов.

Для квазистатического случая была рассчитана зависимость МЭ коэффициента от угла среза пьезоэлектрического кристалла. Было показано, что максимальный МЭ коэффициент наблюдается для образцов на основе пьезоэлектрического кристалла с бидоменной структурой и срезом кристалла y+129°, что очень близко к коммерчески доступному срезу y+128°. Максимальный МЭ коэффициент составил $|\alpha_{E32}|$ = 20,3 В/(см·Э). Оптимальное соотношение объема пьезоэлектрической и магнитострикционной фазы материала может повысить МЭ коэффициент до 95 В/(см·Э) при соотношении $t_p/t = 0{,}6$.

В динамическом случае решение основных уравнений учитывает зависимость параметров МЭ материала от частоты. Были получены аналитические выражения для адмиттанса и МЭ коэффициента в зависимости от частоты. Также модель учитывает электромеханический резонанс МЭ структуры. Для практического применения МЭ композитных материалов важно знать чувствительность данных структур к магнитному полю, поэтому были также проведены расчёты плотности эквивалентного магнитного шума. Для этого в модели был учтён тепловой шум, который создаёт МЭ материал. Для уменьшения шума композитной структуры необходимо увеличивать объём пьезоэлектрического и магнитострикционного материала, использовать материалы с высокой механической добротностью Q, малыми тангенциальными потерями, с высокими пьезоэлектрическими коэффициентами и малыми диэлектрическими константами ($\propto \varepsilon_{33}^{T'}/d_{32}^2$), а магнитострикционные материалы с высокими пьезомагнитными коэффициентами и малыми коэффициентами податливости. По модели были вычислены значения абсолютного импеданса $|Z|$, теплового шума e_Z, МЭ коэффициента ($|\alpha_{\mathrm{E32}}|$) и плотности эквивалентного магнитного шума (*EMND*) в зависимости от частоты. При выборе оптимального соотношения объема между фазами композитного материала было показано, что шум уменьшается до 57 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 Гц и вплоть до 73 фТл/Гц$^{1/2}$ на частоте резонанса структуры. Данные вычисления были проведены для МЭ композитного образца длиной l = 10 мм, шириной w = 1 мм, толщиной метгласа t_m = 29 мкм и толщиной бидоменного кристалла LN с y+129°-срезом t_p= 0.5 мм (толщина каждого домена одинакова и равна $t_p/2$).

С целью снизить резонансную частоту МЭ структуры было проведено сравнение свободно колеблющегося и консольно закрепленного кристалла. Для расчёта были выбраны следующие длины (l) композитного материала: 30, 40 и 45 мм. Ширина составляла w = 5 мм, толщина магнитострикционного слоя t_m = 29 мкм и толщина пьезоэлектрического материала t_p = 0.5 мм с одинаковой толщиной доменов ($t_{p-} = t_{p+} = t_p/2$). Для расчётов был выбран коммерчески доступный угол среза кристаллов LN y+128º. Также в расчётах учтён фактор размагничивания

магнитострикционного материала. Эквивалентный магнитный шум составил 1,67 пТл/Гц$^{1/2}$ в случае консольного закрепления и 0,63 пТл/Гц$^{1/2}$ при свободно колеблющемся образце длиной l = 45 мм. При оптимальном соотношении t_p/t в диапазоне от 0,7 до 0,4 без изменения толщины пьезоэлектрической фазы МЭ коэффициент увеличивается более чем в три раза, а эквивалентный магнитный шум уменьшается до 0,5 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте резонанса 234 Гц.

Данные вычисления показывают высокий потенциал выбранного композитного МЭ материала для применения в сверхчувствительных сенсорах магнитных полей.

Вопрос выбора техники измерения МЭ эффекта является очень важным. Наиболее воспроизводимым и точным методом является измерение прямого МЭ эффекта. На данный момент не существует коммерческих решений для измерения МЭ эффекта в виде одной системы, поэтому каждая научная группа применяет свои решения. Однако за последние десять лет исследований МЭ эффекта в композитных материалах наблюдается тенденция к стандартизации измерительного метода, так как основные компоненты измерительной системы прямого МЭ эффекта - это катушки Гельмгольца, усилитель мощности и синхронный детектор, который выступает и как измеритель полезного сигнала с МЭ образца, и как источник сигнала, подаваемого на катушки Гельмгольца [18, 47, 93, 96, 136].

Различают три основных метода измерения прямого МЭ эффекта [93]: статический, квазистатический и динамический.

В статическом методе к образцу прикладывают однородное постоянное магнитное поле (H), а напряжение, которое образуется на поверхности образца, измеряют с помощью электрометра с высоким входным импедансом. Изменяя H, можно получить зависимость индуцированного МЭ напряжения как функцию магнитного поля.

В квазистатическом методе измерение заряда или напряжения выполняют как функцию времени, медленно меняя постоянное магнитное поле со скоростью ≈ 0.05-0.5) Тл/мин.

В динамическом методе к образцу прикладывается модулирующее магнитное поле (δH) с частотой f и одновременно постоянное магнитное поле H, большее по амплитуде в сравнении с переменным магнитным полем. Генерируемое образцом переменное МЭ напряжение можно регистрировать несколькими способами при помощи осциллографа или синхронного детектора. Схематичное изображение динамического метода в виде зависимости МЭ коэффициента от постоянного поля представлено на рисунке 3.1. Методика измерения МЭ эффекта при помощи синхронного детектора имеет ряд преимуществ и является наиболее достоверной [93, 137].

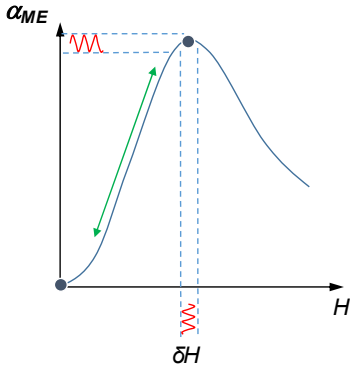


Рисунок 3.1 – Зависимость МЭ коэффициента от постоянного магнитного поля, прикладываемого к образцу, для динамического метода измерения [52].

Синхронный детектор способен выделять сигналы на уровне шума благодаря частотному и фазочувствительному детектированию. В случае, если частота сигнала отличается от частоты опорного сигнала, то данный сигнал фильтруется устройством [97, 138]. Этот метод также позволяет устранить проблему накопления заряда, наблюдаемую для образцов на основе пьезокерамик (ЦТС), где заряд генерируется при поляризации образца и скапливается на границах зерен. Эти заряды могут перемещаться к электродам во время измерений, таким образом завышая экспериментальные результаты. Относительно высокая скорость измерения в динамическом методе также способствует уменьшению накопления заряда. Ещё одно преимущество синхронного детектора заключается в том, что МЭ отклик может быть измерен в различных режимах работы, например, можно варьировать величину постоянного магнитного поля смещения или измерять МЭ сигнал от образца при разных частотах модулирующего магнитного поля. Однако у данного метода есть несколько недостатков [31, 93, 139]: утечка зарядов, которая может возникать через омическое сопротивление образца при низких частотах модулирующего магнитного поля или через емкость, образованную электродами образца, при высоких частотах. На поверхности образца и его контактах возникают паразитные токи Фуко из-за приложенного переменного магнитного поля, а также наведенная электромагнитная индукции Фарадея в рамке, которую образует МЭ образец и подведенные к нему контакты в виде проводов [8, 139]. Уменьшение влияния индукции Фарадея будет рассмотрено на примере использования дифференциального режима измерения с помощью синхронного детектора и приведено сравнение с одиночным режимом. При достаточно высоких частотах переменного магнитного поля влияние паразитных эффектов может быть даже больше полезного сигнала от МЭ образца. Также стоит отметить влияние акустических и тепловых шумов на измерение МЭ эффекта [140, 141]. Данные паразитные шумы определяют предельную чувствительность МЭ структур к магнитному полю [10, 21, 22, 141].

Как правило, прямой магнитоэлектрический эффект количественно характеризуется в терминах поперечного или продольного МЭ коэффициента (α_{E3j}) и выражается в единицах В/(см·Э). Рассмотрим, как МЭ коэффициент может быть рассчитан из измерения напряжения, полученного как результат воздействия переменного и постоянного магнитного поля на образец. Мы предполагаем, что напряжение (V), которое появляется на образце, зависит от приложенного магнитного поля ($V = f(H)$) и его можно разложить в ряд Тейлора относительно H_0 как:

$$V(H) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{n!} \frac{\partial^n V}{\partial H^n}\Big|_{H_0} (H - H_0)^n. \quad (3.1)$$

Когда мы прикладываем и постоянное, и переменное магнитное поле, то результирующее магнитное поле будет:

$$H = H_0 + \delta H cos(\omega t), \quad (3.2)$$

где ω - угловая частота, δH - амплитуда переменного магнитного поля и t - время.

Тогда выходное напряжение будет:

$$V = \sum_{n=0}^{\infty} a_n \delta H^n cos\,(\omega t)^n, \tag{3.3}$$

где $a_n = \frac{1}{n!} \left.\frac{\partial^n V}{\partial H^n}\right|_{H_0}$.

Как видно, результирующее напряжение - это сочетание гармонических функций с частотой равной частоте приложенного переменного магнитного поля ($f=\omega/2\pi$) и эквивалентные его гармоникам. Например, амплитуды напряжения сигнала и его первых двух гармоник будут:

$$\begin{aligned} V_1 &= a_1 \delta H + \tfrac{3}{4} a_3 \delta H^3 + \tfrac{10}{16} a_5 \delta H^5 + \tfrac{35}{64} a_7 \delta H^7 + \cdots, \\ V_2 &= \tfrac{1}{2} a_2 \delta H^2 + \tfrac{1}{2} a_4 \delta H^4 + \tfrac{15}{32} a_6 \delta H^6 + \cdots, \\ V_3 &= \tfrac{1}{4} a_3 \delta H^3 + \tfrac{5}{16} a_5 \delta H^5 + \tfrac{21}{64} a_7 \delta H^7 + \cdots. \end{aligned} \tag{3.4}$$

Членами высшего порядка разложения в ряд Тейлора выражения (3.3) можно пренебречь при условии, что прикладываемое магнитное поле H_0 достаточно мало и производная напряжения по полю быстро убывает, тогда мы получаем:

$${}^{k}\alpha_E = \frac{1}{t} \cdot \frac{\partial^k V}{\partial H^k} \simeq 2^{k-1} k! \frac{\delta^k V}{t \cdot \delta H^k}. \tag{3.5}$$

где ${}^{k}\alpha_E$ - МЭ коэффициенте *k*-ой гармоники, *t* - эффективная толщина пьезоэлектрического материала МЭ композитного образца.

Выражение (3.5) показывает, что амплитуда напряжение *k*-ой гармоники, измеренной синхронным детектором, должна быть приблизительно пропорциональна *k*-ой гармонике приложенного переменного магнитного поля и *k*-ой производной напряжения по δH при некотором смещении H_0. Для основной моды данное выражение связано с МЭ коэффициентом как:

$$\alpha_E = \frac{\delta^1 V}{t \cdot \delta H}, \tag{3.6}$$

где α_E - МЭ коэффициент, *t* - эффективная толщина пьезоэлектрического материала МЭ композитного образца.

Для измерения МЭ эффекта динамическим методом необходима система, которая будет одновременно подавать переменное и постоянное магнитное поле и измерять переменный сигнал от МЭ образца. Нужно отметить, что для корректной интерпретации измеренного напряжения магнитное поле должно иметь высокую однородность по всему объему образца. Чтобы достичь необходимую однородность, в экспериментальной установке применяются катушки Гельмгольца для подачи постоянного и переменного магнитного поля. Для управления постоянным и переменным током, подаваемым на катушки Гельмгольца, использовали синхронный детектор (Zurich Insruments, модель HF2LI). Для усиления постоянного и переменного тока использовали усилитель мощности (AE Techron, модель 7224) с переменным коэффициентом усиления от 1 до 20 и низким выходным импедансом (28 мОм с последовательно подключенной индуктивностью

1 мкГн). Ток, протекающий в катушках, корректируется при помощи измерения его непосредственно мультиметром (Agilent, модель 34401A) или с учётом комплексного импеданса всей цепи, который необходимо предварительно измерить. Также для контроля тока возможно измерение падения напряжения на известном резисторе, который последовательно подключен к катушке. Для калибровки катушек Гельмгольца использовали гауссметр (DSP, модель 475). Схематичное изображение измерительной установки представлено на рисунке 3.2.

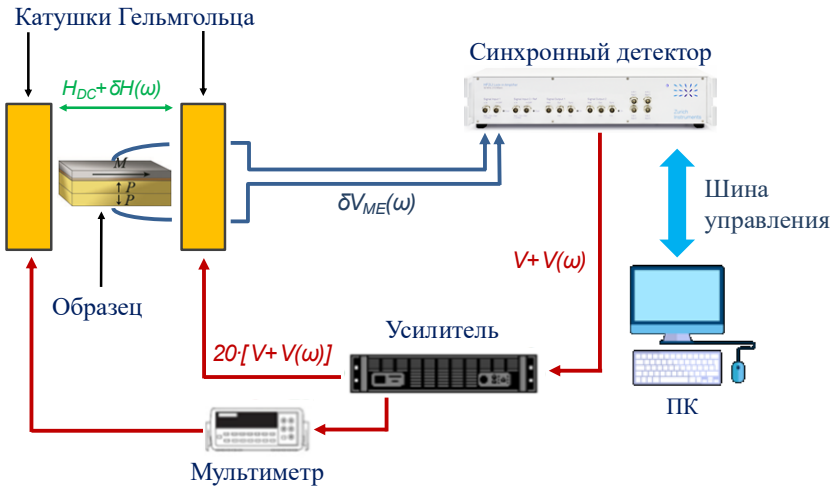


Рисунок 3.2 – Схема измерительной установки МЭ эффекта в динамическом режиме. Красные стрелки относятся к сигналу, подаваемому на катушки Гельмгольца, а синие - к МЭ сигналу от образца, который измеряется синхронным детектором.

Вся измерительная система управляется через программу, реализованную в среде LABview. В ней происходит управление и настройка приборов, и запись данных, измеренных синхронным детектором.

Измерения МЭ коэффициента α_E могут происходить в двух режимах, как функция постоянного магнитного поля при переменном магнитном поле, приложенном на заданной частоте, или как функция частоты переменного магнитного поля при приложенном постоянном магнитном поле.

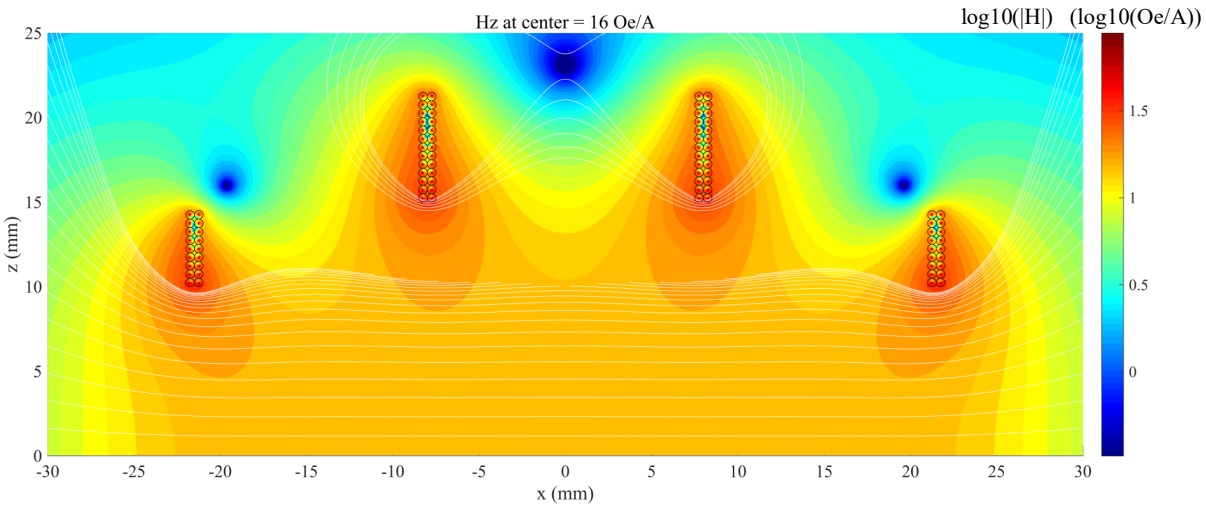
Для получение корректного значения МЭ коэффициента α_E необходимо учесть входной импеданс синхронного детектора (10 МОм). Монокристаллические пьезоэлектрические кристаллы LN обладают высоким импедансом (10-100 ГОм) на низкой частоте, что приводит к некорректному измерению напряжения. Чтобы учесть данный эффект, необходимо пересчитать результирующий сигнал по следующей формуле: $\delta V_{in} = (Z_{in}/(Z_{ME} + Z_{in}))\delta V_{ME}$, где Z_{ME} - импеданс МЭ материала, Z_{in} - входной импеданс синхронного детектора. Этого можно избежать, если использовать операционный усилитель с большим входным сопротивлением. Операционный усилитель подключается в режиме повторителя. Как пример, в измерениях можно использовать операционный усилитель ADA4530-1 с входным сопротивлением 100 ТОм.

Катушки Гельмгольца были специально спроектированы и рассчитаны для достижения

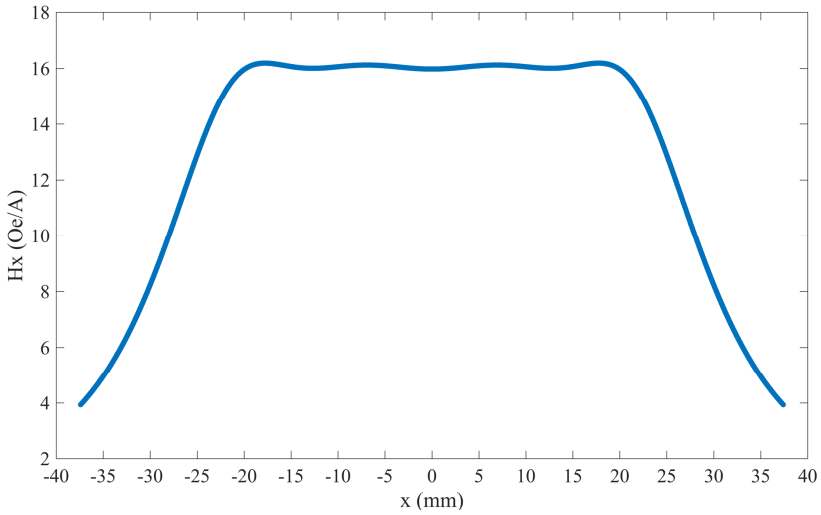
однородного магнитного поля в объёме образца размерами не менее 40 мм длиной, 10 мм шириной и 2 мм толщиной. Система состоит из шести соосных катушек. Две внешних катушки обеспечивают подачу постоянного магнитного поля, а четыре внутренних - переменного магнитного поля. Расчёт магнитного поля в объёме системы катушек был проведён, исходя из закона Био-Савара-Лапласа:

$$B(r) = \sum_{a=1}^{4} \frac{\mu_0}{4\pi} \int_{L_a} \frac{i_a dr_a \times (e_{r,r_a})}{|r - r_a|^3}, \quad (3.7)$$

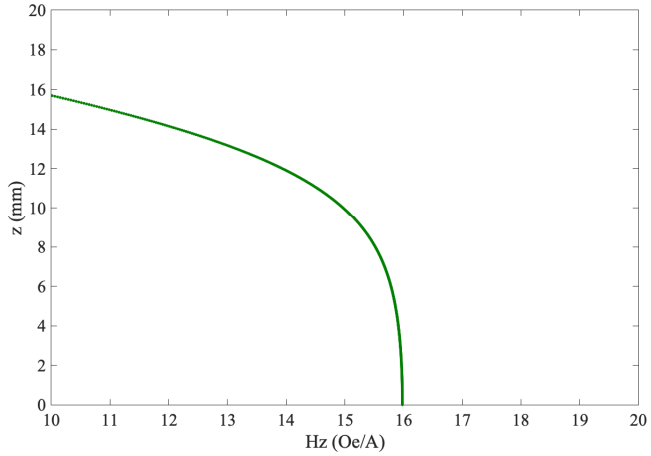
где a - число контуров, i_a - число ампер-витков, равное $N \cdot I$ (N - число ампер-витков, I - ток в витке), μ_0 - магнитная проницаемость вакуума, r - точка, в которой ищется магнитное поле, r_a - положение точек контура L_a и e_{r,r_a} - единичный вектор, направленный от элемента контура к точке, в которой ищется магнитное поле. Результаты расчетов представлены на рисунке 3.3.



(а)



(б)



(в)

Рисунок 3.3 – (а) Контурный график зависимости магнитного поля от координаты (*x* и *z*) для системы из четырех соосных катушек, подключенных последовательно. (б) Зависимость магнитного поля от расстояния по оси *x*. (в) Зависимость магнитного поля от координаты *z*.

Из рисунка 3.3 (а) видно, что область однородного магнитного поля представляет собой цилиндр высотой 45 мм и радиусом 5 мм. Катушки симметричны относительно центральной линии, поэтому на рисунке 3.3 (а) показана половина поперечного среза системы из четырех катушек. Однородность магнитного поля в заданном объёме составляет не менее 99 %. Магнитное поле катушек характеризуется значением 16 Э/А. Рисунки 3.3 (б) и 3.3 (в) показывают по отдельности зависимость магнитного поля от координат *x* и *z*, соответственно. Видно, что с удалением от оптимальной области, где однородность максимальна, магнитное поле достаточно быстро убывает. Катушки подключены последовательно. Внутренний радиус первой пары катушек R_1=15 мм, дистанция между ними L_1=15 мм, число витков по вертикали N_z=13, по горизонтали N_x=2. Внутренний радиус второй пары катушек R_1=10 мм, дистанция между ними L_1=42 мм, число витков по вертикали N_z=9, по горизонтали N_x=2. Диаметр медного провода взят 0.5 мм. Для калибровки системы гауссметром было измерено магнитное поле в центре катушек как линейная функция тока. Результаты калибровки совпадают с расчётным параметром катушек (рисунок 3.4).

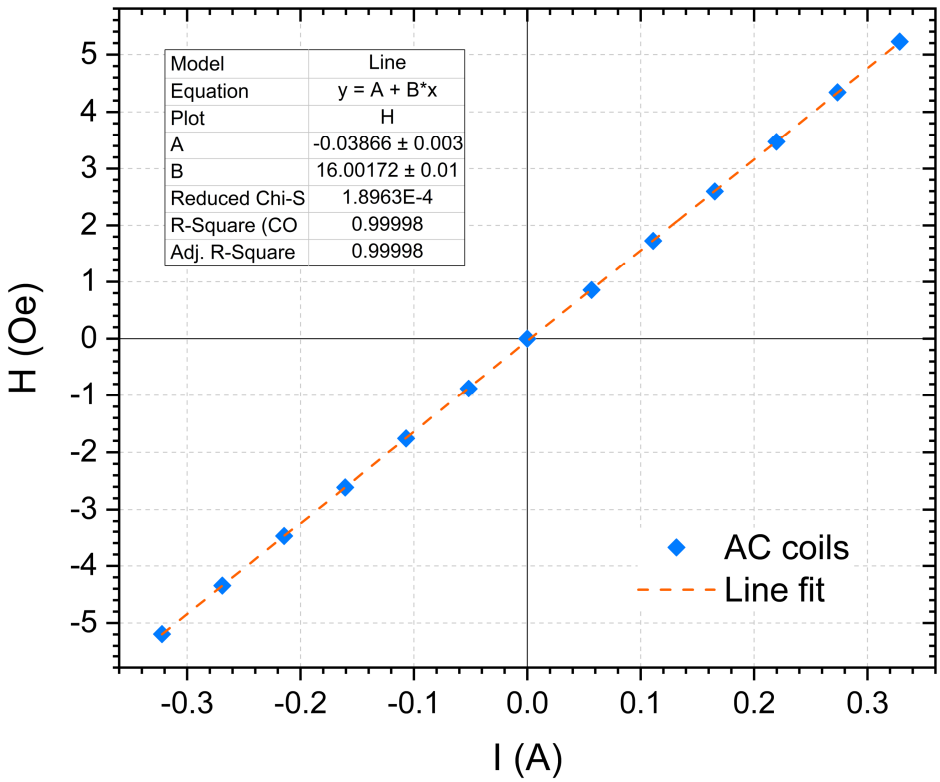


Рисунок 3.4 – Зависимость магнитного поля в центре системы катушек Гельмгольца от подаваемого переменного тока на частоте 115 Гц. Пунктирной линией представлена линейная аппроксимация экспериментальных точек.

Как видно из линейной аппроксимации экспериментальных точек (рисунок 3.4), наклон кривой соответствует 16 Э/А. Данные измерения были проведены на частоте модулирующего магнитного поля 115 Гц. Ток измерялся при помощи мультиметра (Agilent, модель 34401A).

Подобные расчёты были проведены для внешних постоянных катушек Гельмгольца. Результаты расчета зависимости магнитного поля от координаты x представлены на рисунке 3.5. Магнитное поле при x=0 мм составляет 116.2 Э/А. Однородность магнитного поля в объеме цилиндра высотой 45 мм и радиусом 5 мм составляет не менее 99.3 %.

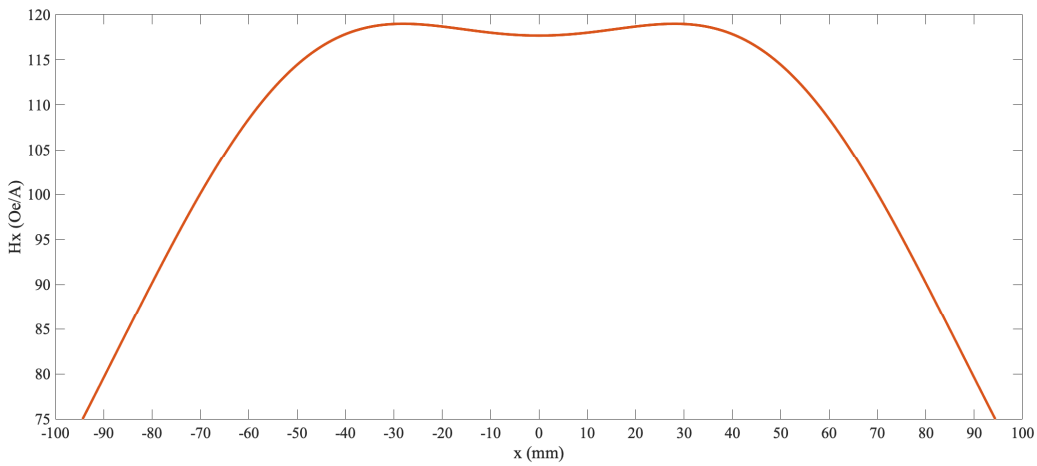


Рисунок 3.5 – Рассчитанная зависимость магнитного поля H_x от координаты x для внешних

катушек.

Внутренний радиус внешней пары катушек для постоянного магнитного поля составляет $R_{вн}$=70 мм, дистанция между ними $L_{вн}$=78 мм, число витков по вертикали N_z=50, по горизонтали N_x=25. Диаметр медного провода взят 0.8 мм. Калибровка катушек осуществлялась с помощью гауссметра при подаче постоянного тока на них. Результаты калибровки представлены на рисунке 3.6.

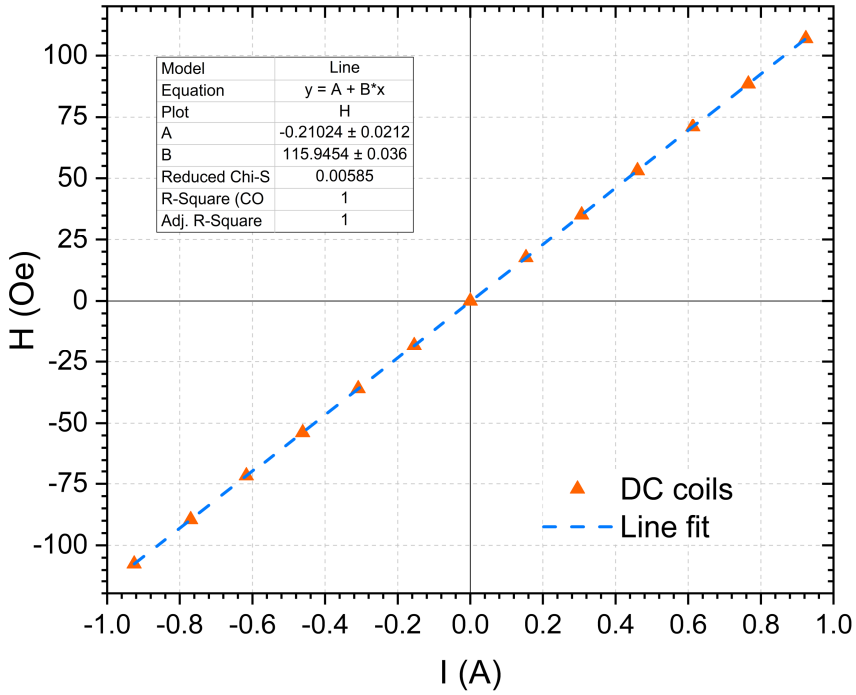


Рисунок 3.6 – Зависимость магнитного поля в центре внешних катушек Гельмгольца от подаваемого постоянного тока. Пунктирной линией представлена линейная аппроксимация экспериментальных точек.

Как видно из линейной аппроксимации экспериментальных точек (рисунок 3.6), наклон кривой соответствует 115.9 Э/А.

Диапазон модулирующего магнитного поля может варьироваться от 1 нЭ до 3 Э. Постоянное поле изменяется в диапазоне от -400 Э до +400 Э.

Для измерений важно иметь постоянное значение амплитуды переменного магнитного поля в широком диапазоне частот (от 1 Гц до 1 МГц). Для этого необходимо измерить комплексное значение импеданса цепи с катушками Гельмгольца. На рисунке 3.7 представлены результаты измерений абсолютного значения импеданса в зависимости от частоты и эквивалентная схема с параметрами для описания полученной зависимости. Данные измерения были проведены при помощи синхронного детектора.

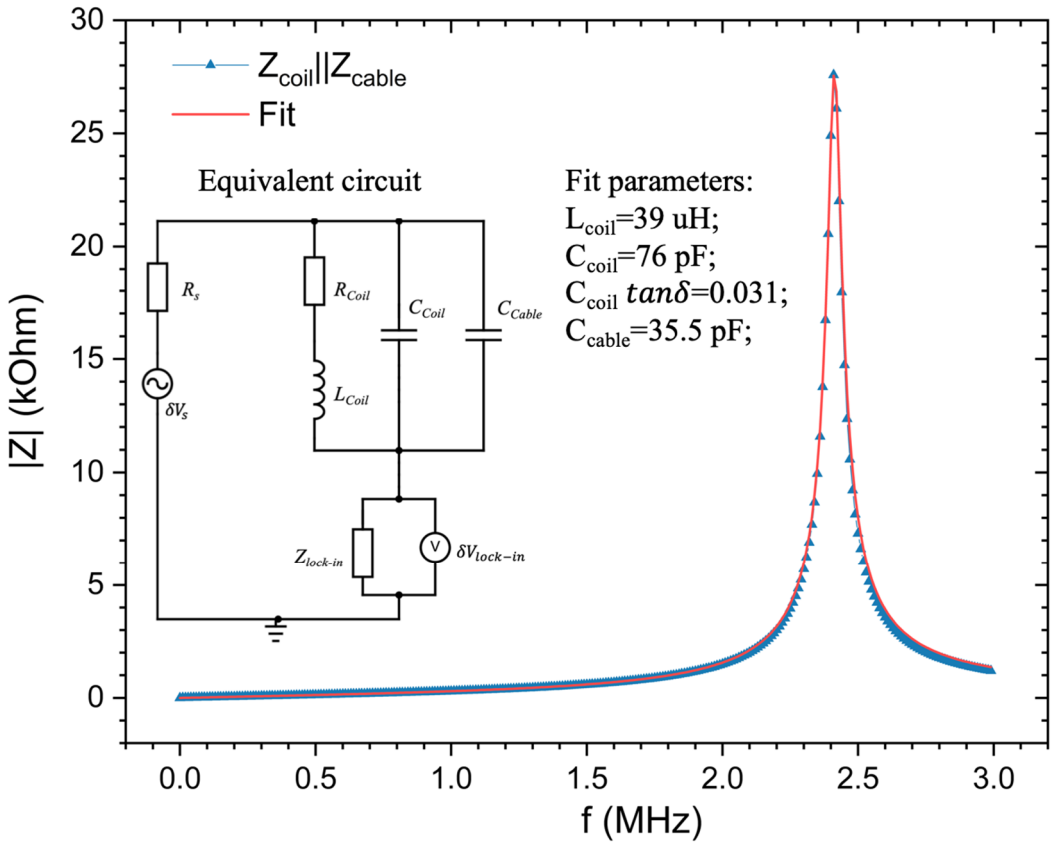


Рисунок 3.7 – Зависимость $|Z|$ катушек Гельмгольца от частоты модулирующего сигнала δV_s.

Эквивалентная схема, представленная на рисунке 3.7, включает в себя источник переменного напряжения δV_s, его выходное сопротивление R_s=50 Ом, входной импеданс синхронного детектора $Z_{lock\text{-}in}$ (50 Ом || 20 пФ), R_{coil} - сопротивление катушек Гельмгольца, L_{coil} - индуктивность катушек Гельмгольца, C_{coil} - ёмкость катушек Гельмгольца, C_{cable} - ёмкость соединительных проводов. Полученные значения для комплексного импеданса катушек Гельмгольца представлены на рисунке 3.7. С помощью данной информации мы можем рассчитать амплитуду сигнала напряжения δV_s, необходимую для подачи на катушки на любой заданной частоте, чтобы получить необходимую амплитуду тока ($\delta i \propto \delta H$), через следующее соотношение $\delta V_s/\delta \mathrm{i} = |Z_{coil}|$. Данные вычисления и параметры необходимо учитывать при измерение МЭ эффекта при помощи динамического метода.

Другой важной частью измерительной системы является держатель образцов и контакты, которые соединяют образец с измерительными проводами. Держатель должен располагаться и удерживать образец в центре между катушками Гельмгольца, а также обеспечивать хороший электрический контакт с образцом во всем диапазоне частот измерения. Для этого были использованы медные зажимы с двумя электродами. Они обеспечивают хороший контакт с образцом и являются диамагнитным материалом. Данные медные контакты соединяются с коаксиальным или триаксиальным кабелем. Сигнал, создаваемый образцом, через короткий коаксиальный (триаксиальный) кабель попадает в синхронный детектор.

Как было указано выше, в данных измерениях неизбежно возникают паразитные эффекты в

виде токов Фуко и электромагнитной индукции Фарадея, которая создаёт электродвижущую силу (Э.Д.С.) между электродами [8, 139]. Поскольку эти сигналы имеют частоту, равную частоте модулирующего магнитного поля, а следовательно, могут быть приняты синхронным детектором за полезный сигнал от МЭ образца, то это может привести к ошибке в измерениях (оценке МЭ эффекта в большую сторону). Особенно это важно учитывать при измерении образцов с малыми МЭ коэффициентами. Рассмотрим данные два эффекта и рассчитаем их влияние на измерения.

Э.Д.С возникает в рамке, образованной образцом и контактами (рисунок 3.8), за счёт изменения во времени потока магнитного поля через площадь рамки и имеет следующий вид:

$$\mathcal{E}_{\text{Э.Д.С.}} = \delta B_0 A cos(\phi) \omega e^{i\left(\omega t - \frac{\pi}{2}\right)}, \tag{3.8}$$

где δB_0 - прикладываемое переменное магнитное поле, A - площадь рамки, ϕ - угол между нормалью к поверхности рамки и направлением переменного магнитного поля, ω - угловая частота и t - время.

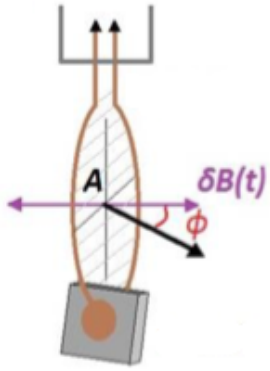


Рисунок 3.8 – Изображение рамки, образованной электродами держателя и образцом

С другой стороны, по тому же закону в контактах к образцу возникают вихревые токи (токи Фуко). Как было показано в статье [139] данный эффект превышает значение $\mathcal{E}_{\text{Э.Д.С.}}$ электромагнитной индукции во много раз при низких частотах модулирующего поля. Общее паразитное напряжение, которое создают токи Фуко при измерении синхронным детектором МЭ эффекта равно [139]:

$$V_{LI} = (Z_p(\omega) + R_m) \cdot \beta \cdot \delta B_0 \cdot \omega \cdot e^{i\left(\omega t - \frac{\pi}{2}\right)}, \tag{3.9}$$

где Z_p - комплексное значение импеданса образца, R_m - сопротивление проводов и контактов на образце, $\beta = A \cdot cos(\phi)/R_m$ – параметр, который зависит от геометрии и сопротивления контактов и их положения относительно модулирующего магнитного поля.

Среднеквадратичное значение V_{LI}, которое измеряет синхронный детектор, может быть представлено как модуль уравнения (3.9):

$$V_{RMS,LI} = I_{eddy}\frac{\sqrt{A^2 + D^2}}{K\sqrt{2}}, \tag{3.10}$$

где $I_{eddy} = \beta\delta B_0\omega$, $K = 1 + (R_pC_p\omega)^2$, $A = R_p + KR_m$ и $D = R_p^2C_p\omega$.

В работе были учтены значения комплексного импеданса измеряемых образцов на основе кристаллов LN. С целью приближения данной модели к реально измеряемым величинам были выбраны следующие параметры для расчета: R_p=10^9 Ом, R_m=50 Ом, C_p=75 пФ, δB_0=10^{-5} Тл, A=100 мм^2 и ϕ=89°. Результаты расчётов по формулам (3.10) и (3.8) представлены на рисунке 3.9.

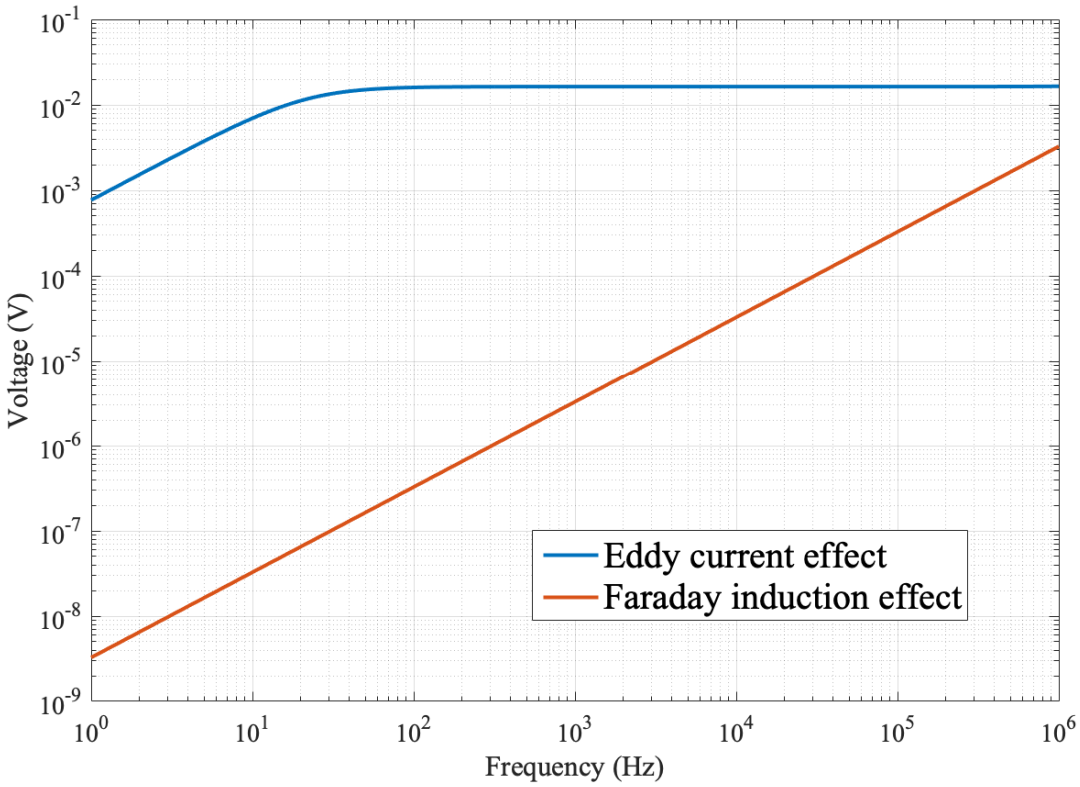
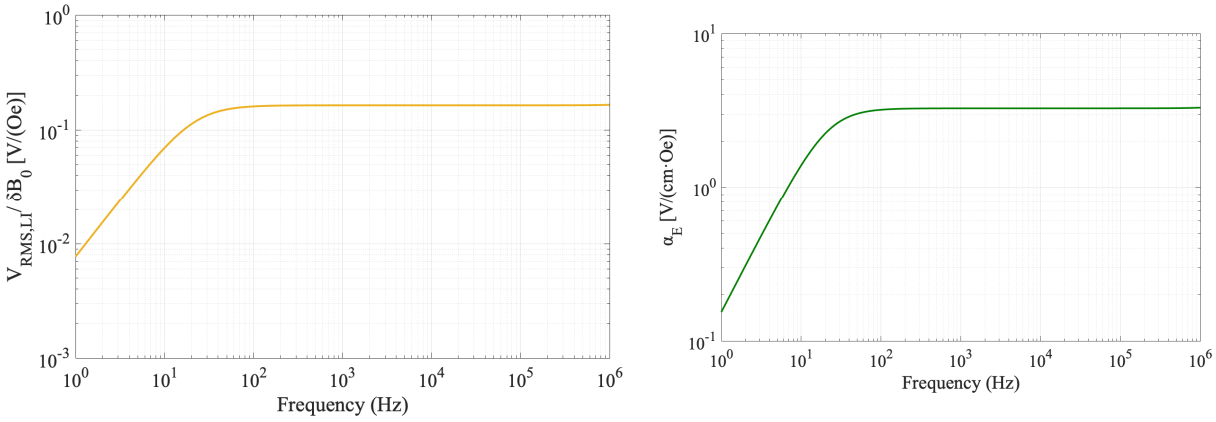


Рисунок 3.9 – Паразитное напряжение, образованное эффектом электромагнитной индукции и наведенными вихревыми токами, в зависимости от частоты.

Видно, что во всем частотном диапазоне эффект от токов Фуко на несколько порядков превосходит эффект от электромагнитной индукции для выбранных параметров. Поэтому $\mathcal{E}_{\text{Э.Д.С.}}$ можно пренебречь в определенных случаях. Для релевантного сравнения полученных величин с МЭ коэффициентом необходимо нормировать полученное напряжение на δB_0 и толщину образцов (t_s=0.05 см). Графики зависимости $V_{RMS,LI}/\,\delta B_0$ и $V_{RMS,LI}/\,(\delta B_0 t_s)$ от частоты представлены на рисунке 3.10.



(а) (б)

Рисунок 3.10 – (а) Зависимость отношения $V_{RMS,LI}/\ \delta B_0$ от частоты в единицах В/Э.
(б) Зависимость наведенного паразитного МЭ коэффициента $[\alpha_E = V_{RMS,LI}/\ (\delta B_0 t_s)]$ от частоты.

Паразитный МЭ коэффициент достигает значения единиц В/(см·Э) уже при частоте 100 Гц, что может быть интерпретировано как полезный сигнал при измерениях МЭ эффекта вне электромеханического резонанса структуры. Поэтому необходимо учитывать данный эффект, а также постараться его минимизировать. Пути уменьшения данного эффекта: использовать хорошо проводящие, короткие контактные провода, уменьшать площадь контура A, выдерживать угол ϕ как можно ближе к 90º и уменьшать частоту модуляции магнитного поля δB_0 в измерениях.

С целью исследования и уменьшения паразитного сигнала были проведены измерения для контрольного образца, который не проявляет МЭ эффекта. В качестве образца был выбран фторопласт толщиной 0.5 мм, длиной и шириной 10 мм. На каждую из сторон был нанесен контакт в виде серебряной пасты. Образец был помещен в держатель в центр системы катушек Гельмгольца. Измерения проводились в диапазоне частот от 1 Гц до 600 кГц для трёх случаев: 1 - одиночный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя напрямую подключаются к коаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см; 2 -дифференциальный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя подключаются к триаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см; 3 - дифференциальный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя подключаются к триаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см с заземленным внешним экраном. Результаты измерений представлены на рисунке 3.10.

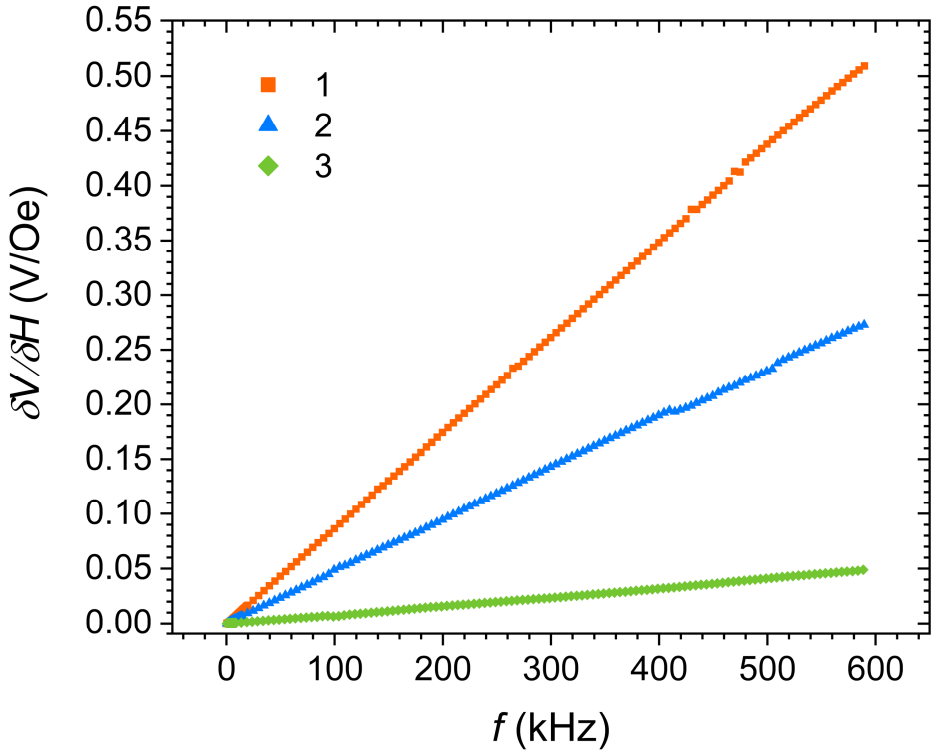


Рисунок 3.10 – Экспериментальные данные измерения паразитного сигнала по динамическому методу, выполненные для контрольного образца в трёх разных режимах (1- одиночный режим с коаксиальным кабелем, 2- дифференциальный режим с триаксиальным кабелем без заземления внешнего экрана, 3- дифференциальный режим с триаксиальным кабелем с заземленным внешним экраном). Амплитуда модулирующего магнитного поля составлял δH=0.1 Э.

Измеренное напряжение было пронормировано на амплитуду переменного магнитного поля ($\delta V / \delta H$). Напряжение паразитного сигнала линейно зависит от частоты. В одиночном режиме работы синхронного детектора наклон линейной аппроксимации графика составил 871 мВ/(Э·МГц). В сравнении с вычисленным эффектом от токов Фуко для частоты 100 кГц $V_{RMS,LI} / \delta B_0$=0,16 В/Э, а измеренный эффект составляет ≈ 0,09 В/Э. Также максимальное измеренное напряжение при 600 кГц будет соответствовать паразитному МЭ коэффициенту 17,4 В/(см·Э), когда как для расчётного значения данная величина на этой же частоте составляет 3,3 В/(см·Э) [рисунок 3.9 (б)]. Стоит отметить, что расчётный график для напряжения, создаваемого токами Фуко, слабо зависит от частоты и выходит на плато с постоянным значением напряжения 0,02 В после 100 Гц, что плохо описывает линейное возрастание измеренного напряжения с частотой. Однако, если предположить, что основной вклад паразитного сигнала составляет эффект электромагнитной индукции, который линейно зависит от частоты, то эффективная площадь рамки по формуле (3.8) должна составлять 900 см^2 при данной амплитуде модулирующего поля, что невозможно при предложенной конфигурации держателя и контактных проводов.

Для дифференциального режима измерения синхронным детектором в случае применения триаксиального кабеля без заземления внешнего экрана наклон линейной аппроксимации графика составил 462 мВ/(Э·МГц). Дифференциальный режим измерения синхронным детектором

уменьшает паразитный сигнал за счёт вычитания синфазного сигнала.

Использование дифференциального режима измерения совместно с заземлением внешнего экрана триаксиального провода приводит к снижению индуцированного паразитного сигнала на порядок величины. Наклон линейной аппроксимации графика составил 84 мВ/(Э·МГц), что составляет всего 1 В/(см·Э) на частоте 600 кГц. Благодаря заземлённому внешнему экрану триаксиального кабеля происходит эффективное экранирование сигнальных проводов от внешних паразитных наводок. Как было сказано выше, если предположить, что основной вклад паразитного сигнала составляет эффект электромагнитной индукции, то эффективная площадь рамки по формуле (3.8) будет составлять 8,4 $см^2$, что уже гораздо меньше, но при данной конфигурации проводов и подведённых контактов рассчитанная площадь остаётся огромной величиной.

Данные измерения учитываются в программе при вычисление полезного МЭ коэффициента. Необходимо обращать особое внимание на паразитные сигналы при измерении МЭ композитов, состоящих из тонких плёнок или обладающих слабым МЭ эффектом. Однако для МЭ композитов на основе LN / метглас данный паразитный сигнал является незначительным при дифференциальном подключении к синхронному детектору и использовании заземленного трикасильного кабеля.

Другим важным параметром измерительной системы является предельная чувствительность, которая определяется плотностью шума и выражается в единицах $В/Гц^{1/2}$. Были проведены измерения входного шума синхронного детектора для двух режимов: 1 – держатель установлен в центр катушек Гельмгольца без какого-либо образца, режим холостого хода , внутренний импеданс синхронного детектора установлен в режим высокого входного сопротивления $Z_{lock\text{-}in}$ (10 МОм || 20 пФ); 2 – держатель установлен в центр катушек Гельмгольца без какого-либо образца, режим холостого хода, внутренний импеданс синхронного детектора установлен в режим низкого входного сопротивления $Z_{lock\text{-}in}$ (50 Ом || 20 пФ). Результаты измерений приведены на рисунке 3.11.

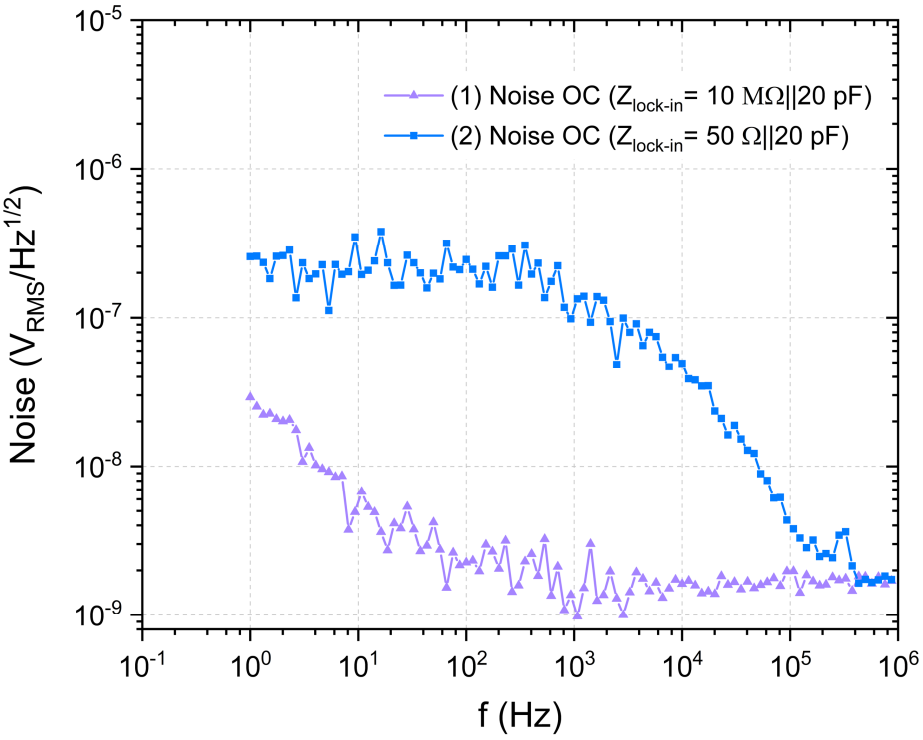


Рисунок 3.11 –Шум измерительной установки в зависимости от частоты в режиме холостого хода. Ширина полосы пропускания входного фильтра для каждого измерения была установлена равной 1 Гц.

Система способна детектировать сигналы на уровне 200 нВ/Гц$^{1/2}$ на низких частотах в режиме высокого входного сопротивления синхронного детектора. Тогда как в режиме низкого входного сопротивления синхронного детектора возможно регистрировать сигналы на уровне единиц нВ/Гц$^{1/2}$. Данные значения плотности шума указывают на предельные амплитуды электрического сигнала, которые возможно зарегистрировать при данной частоте. Спектральная плотность шума в режиме высокого входного сопротивления синхронного детектора на частоте 1 кГц будет равной 2 мкВ/(Э·Гц$^{1/2}$) при амплитуде модулирующего поля 0,1 Э.

Выводы к разделу

В главе была рассмотрена техника измерения МЭ эффекта динамическим методом. Представлена реализация данного метода на основе измерительной системы, которая включает в себя синхронный детектор, катушки Гельмгольца и усилитель мощности (рисунок 3.2). Показано, как МЭ коэффициент может быть рассчитан из измерения напряжения, полученного как результат воздействия переменного и постоянного магнитного поля на образец. Расчёт однородности магнитного поля для системы из шести соосных катушек Гельмгольца представлен на рисунках 3.3 и 3.4. Система из шести катушек содержит две внешних катушки, которые создают однородное постоянное магнитное поле, и четыре внутренних катушки для подачи переменного магнитного поля. Каждая из систем катушек была откалибрована для постоянного и переменного магнитного поля, соответственно. Измерения импеданса в широком частотном диапазоне были проведены для четырех катушек, подключенных последовательно друг к другу. Импеданс системы необходимо учитывать при измерении МЭ эффекта с помощью динамического метода для поддержания постоянного значения переменного тока в катушках. Диапазон модулирующего магнитного поля может варьироваться от 1 нЭ до 3 Э. Постоянное поле изменяется в диапазоне от -400 Э до +400 Э.

При измерении МЭ эффекта неизбежно возникают паразитные эффекты в виде токов Фуко и электромагнитной индукции Фарадея, которая создаёт Э.Д.С. между электродами [8, 139]. Поскольку эти сигналы имеют частоту, равную частоте модулирующего магнитного поля, они могут быть приняты синхронным детектором за полезный сигнал от МЭ образца, что может привести к ошибке в измерениях (оценке МЭ эффекта в большую сторону). Поэтому были проведены расчёты данных эффектов и их калибровка в измерительной системе. Из рисунка 3.9 видно, что во всем частотном диапазоне эффект от токов Фуко на несколько порядков превосходит эффект от электромагнитной индукции для выбранных параметров. Были предложены пути уменьшения данных паразитных эффектов. С целью исследования и уменьшения паразитного сигнала были проведены измерения для контрольного образца, который не проявляет МЭ эффекта. Измерения проводились для трёх разных вариантов подключения к держателю образца:
1 - одиночный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя напрямую подключаются к коаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см;
2 - дифференциальный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя подключаются к триаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см;
3 - дифференциальный режим измерения синхронным детектором, контакты от держателя подключаются к триаксиальному измерительному кабелю длиной не более 30 см с заземленным внешним экраном. Использование дифференциального режима измерения совместно с заземлением внешнего экрана триаксиального провода приводит к снижению индуцированного паразитного сигнала на порядок величины. Наклон линейной аппроксимации графика составил 84 мВ/(Э·МГц), что составляет всего 1 В/(см·Э) на частоте 600 кГц. Благодаря заземлённому внешнему экрану триаксиального кабеля происходит эффективное экранирование сигнальных проводов от внешних паразитных наводок.

Также были проведены измерения спектральной плотности шума измерительной установки в режиме холостого хода. Спектральная плотность шума в режиме высокого входного сопротивления синхронного детектора на частоте 1 кГц составляет 2 мкВ/(Э·Гц$^{1/2}$) при амплитуде модулирующего поля 0,1 Э. Тогда при значении полосы пропускания входного фильтра измерительной системы $\Delta f = 1$ Гц, средней толщине пьезоэлектрического слоя в композитном МЭ материале t_p= 0,05 см и при необходимом соотношении сигнал-шум, равном 10, можно достоверно измерить значение МЭ эффекта величиной 130 мкВ/(см·Э). Такого порядка эффекты встречаются в однофазных мультиферроиках, поэтому разработанная система способны измерять как огромные значения МЭ эффекта, так и сверхмалые, что делает данную разработку универсальной с точки зрения применения в лабораторном оборудовании.

4.1 Измерение анизотропного прямого МЭ эффекта и эквивалентного магнитного шума в композитных структурах на основе бидоменных кристаллов $LiNbO_3$ y+128º-срез / метгласа.

МЭ эффект в композитных материалах имеет место за счет упругой связи между пьезоэлектрической и магнитострикционной фазами [35, 37]. Среди прочих композитов, двух- и трехслойные структуры со связностью 2-2 (рисунок 1.4), представляющие собой пластинку пьезоэлектрического материала, соединенную с одной или двумя пластинками магнитострикционного материала, демонстрируют особенно богатую анизотропию, а также улучшенную МЭ связь благодаря отсутствию токов утечки и сильной механической связи между фазами [4, 8]. Кроме того, в композитах, где намагничивание магнитострикционного слоя происходит в плоскости, а пьезоэлектрический слой поляризован перпендикулярно, как показано на рисунке 4.1, наблюдается больший МЭ эффект из-за уменьшения влияния размагничивающих полей в магнитострикционном слое и, поэтому данная конфигурация применяется наиболее часто [4, 8].

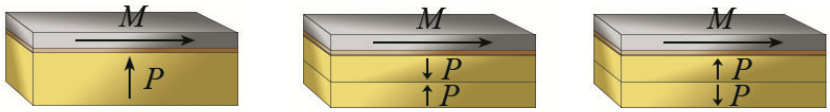


Рисунок 4.1 – Типы двухслойных МЭ композитов, работающие в режиме продольного намагничивания и поперечной поляризации.

Относительно составляющих фаз известно, что для наблюдения наиболее сильных МЭ эффектов требуются магнитострикционные фазы с большими продольными пьезомагнитными коэффициентами (q_{ab}) и пьезоэлектрические фазы с большим отношением пьезоэлектрических постоянных к диэлектрическим ($g_{ij} = \varepsilon_{ik}^{-1} d_{kj}$), а также эффективная передача напряжений между слоями. Подходящими магнитострикционными материалами являются аморфные сплавы типа метглас (Ni-Fe-Mo-B, Fe-Si-B, Co-Fe-Si-Ni-B и др.). Причиной служат большие пьезомагнитные коэффициенты ($q_{33} \approx 4.0\ 10^{-6}$ Э$^{-1}$ и $q_{11} + q_{12} \approx 1.5\ 10^{-6}$ Э$^{-1}$ [142]), очень низкие коэрцитивность и поле насыщения, что приводит к гигантской магнитной проницаемости ($\mu_{33} > 10^4$) [100].

Что касается пьезоэлектрической фазы, хорошо изученная сегнетоэлектрическая керамика ЦТС ($Pb(Zr,Ti)O_3$) обеспечивает сильную МЭ связь благодаря своим большим пьезоэлектрическим коэффициентам и сильной электромеханической (ЭМ) связи [143, 144]. Использование высокоанизотропных монокристаллических сегнетоэлектриков, поляризованных и вырезанных вдоль желаемых кристаллографических направлений, является еще одним путем достижения сильных и ориентационно-зависимых МЭ эффектов [110, 145]. В этой области исследования МЭ композитов были в основном сосредоточены на свинецсодержащих соединениях на основе

магниобата свинца (PMN-PT) или ЦТС [32, 119]. Тем не менее, исследовались также альтернативные, бессвинцовые пьезоэлектрические материалы, обладающие потенциалом достижения сравнимого МЭ эффекта в композитах. Такие системы включали в себя кварц [145], нитрид алюминия [110], оксид цинка [146], лангатат ($La_3Ga_{5.5}Ta_{0.5}O_{14}$, LGT) [109]. Также было показано, что перспективными являются трехслойные композиты на основе кристаллического ниобата лития [18]. Несмотря на то, что PMN-PT обладает гораздо большими пьезокоэффициентами, чем LN, прямой МЭ коэффициент по напряжению оказался сравнимым в силу гораздо меньшей диэлектрической проницаемости LN. Был сделан вывод о том, что основанные на монокристаллическом ниобате лития МЭ композиты со связностью 2-2, обладающие высокой температурной стабильностью физических и химических свойств (температура Кюри около 1210 ºC [84]) и низкой ценой, являются весьма перспективными для использования в датчиках магнитных полей в широком диапазоне температур.

Помимо LN, мы считаем также танталат лития ($LiTaO_3$, LT) [147] многообещающим материалом для МЭ устройств.

С практической точки зрения, чувствительность магнитоэлектрического датчика лимитирует собственный шум, в котором доминируют тепловой шум Джонсона-Найквиста и компонента шума *1/f* [2, 17]. Данные шумы могут быть сведены к минимуму за счет использования композитов с низкими внутренними потерями и соответствующих схем детектирования слабого входного сигнала [21]. Правильно спроектированные схемы детектирования, основанные на усилителях напряжения или заряда, должны иметь спектр шума на уровне предела чувствительности данных компонентов [22, 23] ругой стороны, внешние шумы, вызванные вибрациями пьезоэлектрика, пироэлектрические шумы и магнитные источники шума требуют более сложных стратегий борьбы с ними [17, 141, 148]. В настоящее время наилучшие эквивалентные значения плотности магнитного шума для магнитоэлектрических датчиков, описанные в литературе, демонстрируют чувствительность ~1 пТл/Гц$^{1/2}$ для рабочих частот ~10 Гц [32, 149–151]. Для сравнения, промышленно выпускаемые сверхпроводящие квантовые интерферометры (SQUID), индукционные и магнитоимпедансные датчики имеют чувствительность к магнитному полю порядка 10 фТл/Гц$^{1/2}$, 5 пТл/Гц$^{1/2}$ и 10 пТл/Гц$^{1/2}$ при 10 Гц, соответственно [14].

Существенный потенциал улучшения параметров МЭ устройств на основе метгласа и LN кроется в использовании бидоменных и биморфных кристаллов LN [152, 153] в качестве пьезоэлектрической компоненты. Известно, что асимметричные двухслойные системы, основанные на биморфных пьезоэлектриках, состоящие из двух противоположно поляризованных слоёв вдоль направления толщины (рисунок 4.1), генерируют особенно большие МЭ коэффициенты при изгибном резонансе [26, 154]. При этом для значительного увеличения МЭ эффекта можно использовать низкочастотный изгибный ЭМ резонанс. Схематичное сравнение монодоменного и биморфного МЭ композита под действием изгибающей силы показано на рисунке 4.2. Кроме увеличения чувствительности на низких частотах и повышения МЭ коэффициента, такая конфигурация способна частично компенсировать вибрационные и тепловые шумы [17, 30].

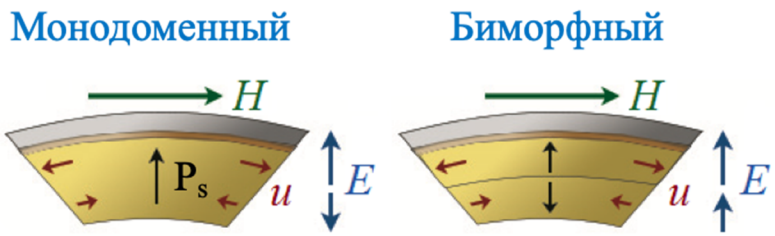


Рисунок 4.2 – Принцип действия МЭ биморфа под действием изгибающей силы. *H* - напряженность магнитного поля, приложенного к композиту, а *E* - результирующая напряженность электрического поля в пьезоэлектрическом материале.

Обычно биморфные пьезоэлектрические структуры изготавливают путем склеивания или спекания вместе пьезоэлектрических пластин на основе ЦТС и других свинецсодержащих материалов с противоположными поляризациями [26, 31, 32]. Как правило, такая методика приводит к большими механическим потерям и нестабильности свойств композита. Кроме того, свинецсодержащие пьезоэлектрические керамики обладают низкой температурой Кюри (около 200 ºС [155]), большим гистерезисом и высокой ценой. С этой точки зрения преимуществом ниобата лития и танталата лития является возможность получения на их основе монокристаллических биморфов (не содержащих клеевого слоя или межкристаллитной границы) за счет создания встречно поляризованных сегнетоэлектрических бидоменных структур типа «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» [33, 156]. Получение бидоменных кристаллов связано с импульсным инфракрасным отжигом, сопровождающимся возникновением в толще образца заданного градиента температуры и, как следствие, внутреннего электрического поля, поляризующего домены навстречу друг другу [20]. Микрофотография бидоменного кристалла LN y+128º-среза представлена на рисунке 4.3.

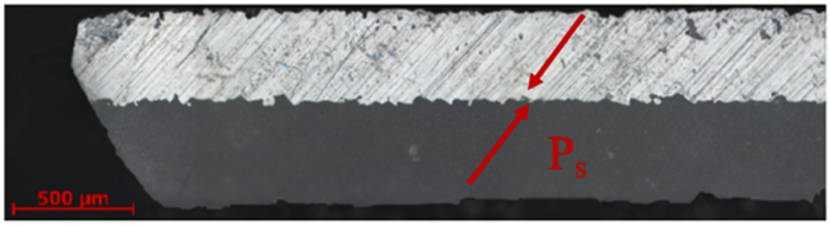


Рисунок 4.3 – Оптическая микрофотография бидоменной структуры «голова-к-голове» на селективно протравленном кристалле LN y+128º-среза, полученной методом диффузионного отжига.

Применение бидоменного кристалла LN в качестве пьезоэлектрической части композитного мультиферроика исключает любые потери, связанные с границей спекания или склеивания. Также бессвинцовые кристаллические пьезоэлектрики обладают малыми диэлектрическими потерями и множественными модами анизотропного электромеханического резонанса с высокой механической

добротностью [31, 157]. Кроме того, недавно было показано, что бидоменные кристаллы LN имеют линейную деформацию изгиба в зависимости от приложенного электрического поля [20]. Ожидаемые преимущества основаны на усилении низкочастотных изгибных мод по сравнению с аналогичными модами в монодоменных кристаллах и подавлении высокочастотных контурных мод. Сенсоры магнитных полей на основе бидоменных кристаллов LN могут быть использованы для детектирования сверхслабых низкочастотных вариаций магнитного поля в широком спектре устройств [30, 31]: для неинвазивных неврологических интерфейсов, магнитоэнцефалографии, магнитокардиографии, детектирования магнитных аномалий и магнитной геологоразведки.

Нами были исследованы МЭ композитные материалы, где в качестве пьезоэлектрической фазы применялись бидоменные кристаллы LN y+128º-среза со структурой «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» и магнитострикционной фазы в виде аморфного сплава метглас (metglas 2826MB) на основе Fe–Ni с очень высокой относительной магнитной проницаемостью, пьезомагнитными коэффициентами и низким полем насыщения [98, 103]. В качестве исходных кристаллов для исследования использовались коммерчески доступные (ООО «Элан+», Санкт-Петербург, Россия) пластины конгруэнтно плавящегося монодоменного ниобата y+128°-среза толщиной 0.5 мм. Площадь кристаллических пластинок составляла ≈10x10 мм^2. Для формирования бидоменной структуры в кристаллах использовались две методики – световой отжиг со стационарным внешним нагревом и отжиг с направленной диффузией оксида лития. В основе данных приемов лежит нагрев кристалла сегнетоэлектрика выше температуры Кюри для разупорядочения имеющейся монодоменной структуры с последующим охлаждением в присутствии искусственным образом заданного объемного электрического поля, поляризующего образующиеся домены навстречу друг другу.

При использовании внешнего стационарного светового отжига образцы размещались в печи инфракрасного нагрева в атмосфере СВЧ азота между поглощающими световое излучение экранами, нагревались до температуры, превышающей температуру Кюри обрабатываемого материала, и затем быстро охлаждались до температуры ниже точки фазового перехода параэлектрик-сегнетоэлектрик. Возникавшее при этом внутри кристаллической пластины тепловое поле имело максимальную температуру в серединной плоскости и минимальную – в области граней. Поляризация доменов при таком распределении температуры при переходе через точку Кюри происходит по направлению градиента температуры (формируется доменная структура типа «голова-к-голове») [20]. Следует отметить, что отжиг в неоднородном тепловом поле приводит к получению бидоменных сегнетоэлектрических пластин с образованием не резкой междоменной границы, а размытой переходной полидоменной области, наличие которой несущественно уменьшает значение максимально возможной деформации, однако ухудшает резонансные характеристики биморфа. Этот эффект особенно сильно заметен при получении бидоменных пластин ниобата лития и практически отсутствует в кристаллах танталата лития. Преимуществом формирования бидоменной структуры методом внешнего светового нагрева через экраны является относительно небольшое время процесса (около 3-х часов) [33].

Образование бидоменной структуры при диффузионном отжиге ниобата лития впервые было обнаружено в 1987 году [158] и связано с обеднением (обогащением) приповерхностной области кристалла оксидом лития и изменением состава кристалла в пределах области гомогенности, приводящим к появлению внутреннего электрического поля. Нагрев такого кристалла выше температуры Кюри с последующим охлаждением приводит к образованию бидоменной структуры типа «голова-к-голове» (при обеднении Li_2O) или «хвост-к-хвосту» (при обогащении Li_2O) с выраженной резкой междоменной границей. Процесс формирования доменной структуры в этом случае длится около 10 часов (с учетом времени нагрева и охлаждения печи).

Для того, чтобы получить МЭ композитный материал, были подготовлены слои магнитострикционного материала метглас площадью 10x10 мм^2 и толщиной 29 мкм. Кристаллы LN и метглас были соединены при помощи эпоксидной смолы (Devcon epoxy 14260). Во время затвердевания смолы соединенные материалы подвергались вертикальному давлению (100 кПа) и нагреву до 70ºC в течение 24 часов. Также для сравнения были подготовлены МЭ образцы на основе монодоменных и биморфных кристаллов LN y+128º-среза. Биморфные образцы со структурой «голова-к-голове» были получены при помощи соединения двух противоположено поляризованных кристаллов LN y+128º-среза толщиной 0.25 мм каждый.

В работе были проведены измерения импеданса для изучения ЭМ резонанса пьезоэлектрических структур. Кроме того, чтобы идентифицировать природу мод ЭМ резонанса в пьезоэлектрических образцах, было проведено численное моделирование спектров импеданса. Для изучения МЭ свойств и спектров шума композитных материалов были измерены прямой МЭ эффект и зависимость электрического сигнала образцов от частоты без приложения внешнего магнитного поля. Техника измерения и установка представлены в главе 3.

Для исследования были выбраны следующие пьезоэлектрические кристаллы LN y+128º-среза: с монодоменной структурой, бидоменной «голова-к-голове» (технология светового отжига, ТСО), два кристалла со структурой «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» (технология диффузионного отжига, ТДО) и биморфный кристалл со структурой «голова-к-голове».

Результаты измерения импеданса для выбранных МЭ структур представлены на рисунке 4.4. Основные параметры, полученные в данных измерениях, представлены в таблице 4.1. Ёмкость кристаллов была определена на низкой частоте (f < 1 кГц) из измерений импеданса, представленных на рисунке 4.4 (а). Измеренные значения ёмкости бидоменных и монодоменных кристаллов очень близки к расчётному значению по формуле плоского конденсатора $C = \varepsilon_{33}^{T} wl/t_p$ = 87 пФ. Однако ёмкость для биморфного образца составила 56 пФ. Данное значение сильно зависит от толщины клеевого слоя между кристаллами. Действительно, если использовать следующее выражение для ёмкости: $C = wl/(t_p/\varepsilon_{33}^{T} + t_e/{}^{e}\varepsilon_{33}^{T})$, где t_e - толщина и ${}^{e}\varepsilon_{33}^{T}$ - диэлектрическая проницаемость эпоксидного слоя (${}^{e}\varepsilon_{33}^{T}/\varepsilon_0 \approx 2.5\ldots6.0$), то возможно оценить толщину эпоксидного слоя как $t_e \approx 14\ldots34$ мкм. Тангенс угла потерь ($\tan(\delta)$) для монодоменного и бидоменного ТДО-кристаллов составили 0.75 % и в два раза больше для биморфного образца и бидоменного ТСО-кристалла. Разницу для биморфного образца можно объяснить потерями в

эпоксидным слое, а для бидоменного образца, полученного по ТСО, - нерезкой междоменной границей и большей проводимостью из-за большого количества собственных дефектов. Таким образом, бидоменные кристаллы, полученные по ТДО, более предпочтительны на низких частотах.

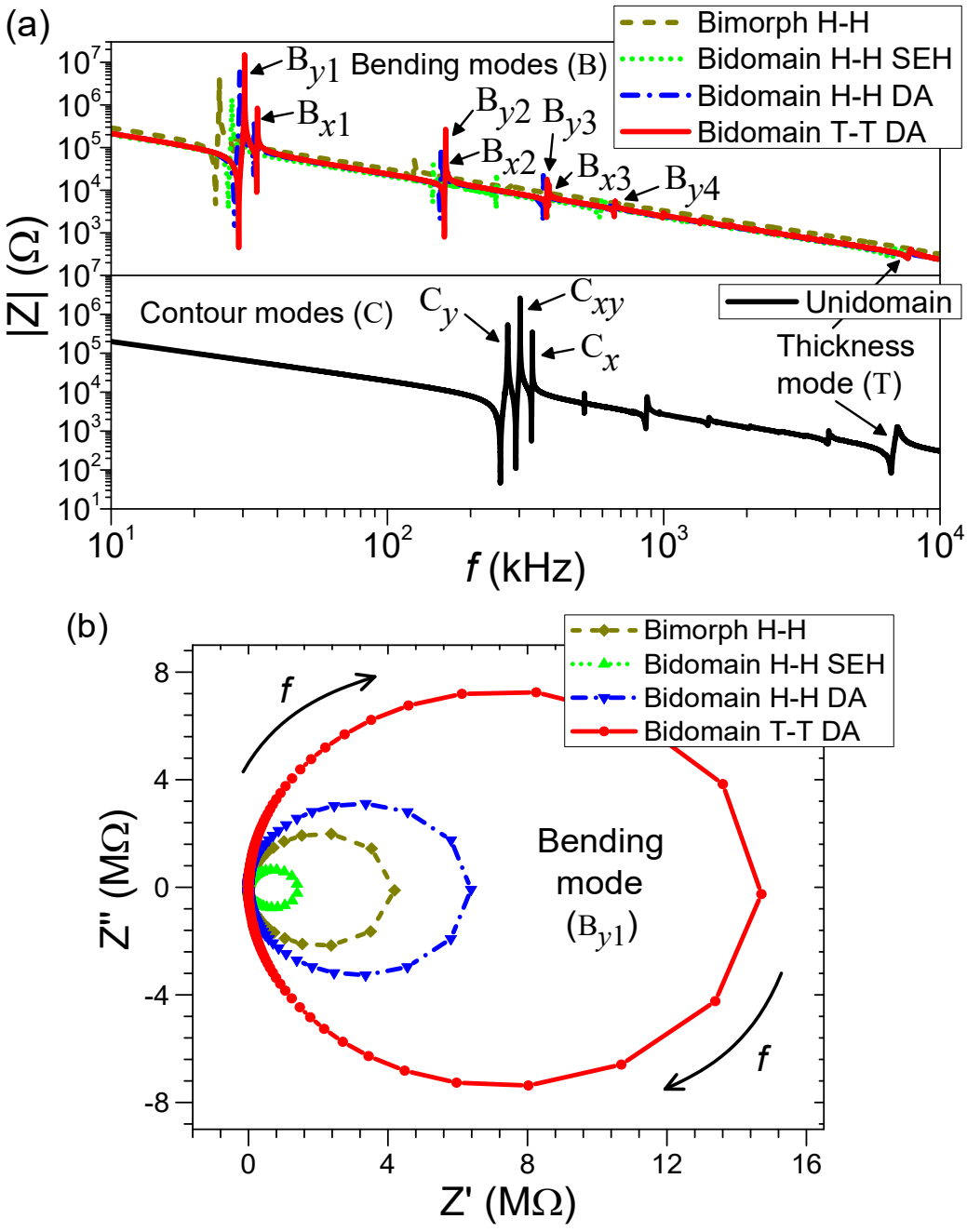


Рисунок 4.4 – (а) Зависимость абсолютного значения импеданса $|Z|$ от частоты f в монодоменном, бидоменных и биморфном кристаллах LN y+128º-среза. Наблюдаемые изгибные, продольные и толщинные моды обозначены как B_{in}, C_i и T, соответственно. (б) Амплитудно-фазовая частотная характеристика (АФЧХ) (мнимая часть Z'' в зависимости от действительной части Z') представлена для основной изгибной моды в области антирезонанса (23-33 кГц).

Как видно из частотной зависимости импеданса, ЭМ резонансы различаются для монодоменного и бидоменных кристаллов. Для бидоменных кристаллов наблюдаются

множественные пики изгибных мод, а основные моды колебаний наблюдаются в низкочастотной области (24-31 кГц). Данные моды отсутствуют в монодоменном образце. С другой стороны, данный образец имеет высокочастотные (250-340 кГц) резонансы, которые связаны с продольными модами колебаний.

Основные моды изгибного резонанса B_{y1} и B_{x1} имеют разные значения $|Z|$. В последней амплитуда импеданса меньше, это связано с тем, что $|d_{32}| > |d_{31}|$.

Наиболее важные параметры, полученные при измерении импеданса кристаллов LN представлены в таблице 4.1

Таблица 4.1 – Основные характеристики образцов, полученные при измерении импеданса.

Образцы	Монодомен	Биморф	Бидомен (ТСО)	Бидомен («голова-к-голове», ТДО)	Бидомен («хвост-к-хвосту», ТДО)
C_p, пФ	81	56	84	74	73
tan(δ)	0,0073	0,0148	0,149	0,008	0,0077
f_r, кГц	256 (C_1)	23.87	26.57	27.96	29,32
f_a, кГц	272 (C_1)	24,65	27,35	29,22	30,86
k_{eff}	0.337	0.250	0.237	0.29	0.305
$\|Z\|_{max}$, МОм	0,5 (C_1)	4,2	1,4	6.2	8,3
Q	1169 (C_1)	446	377	861	1319

Поясним величины, представленные в таблице 4.1. C_p - ёмкость образца. tan(δ) - коэффициент диэлектрических потерь. f_r - Резонансная частота основной моды, f_a - антирезонансная частота. Q - механическая добротность образцов. $|Z|_{max}$ - Полное сопротивление образца при антирезонансной частоте. k_{eff} - коэффициент ЭМ связи (${k_{eff}}^2 = (f_a^2 - f_r^2)/f_a^2$).

АФЧХ, представленная на рисунке 4.4 (б), показывает значения амплитуды Z' изгибной моды для каждого из бидоменных и биморфных кристаллов. Видно, что наибольшее значение импеданса демонстрирует бидоменный кристалл со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО), дальше идет бидоменный кристалл со структурой «голова-к-голове» (ТДО), затем бидоменный ТСО-кристалл и биморфный образец. Механическая добротность Q имеет идентичную зависимость для всех выбранных образцов (таблица 4.1).

В заключение можно отметить, что импедансные измерения кристаллов LN показали, что бидоменные образцы, полученные по ТДО со структурой «хвост-к-хвосту», демонстрируют лучшие пьезоэлектрические характеристики в условиях изгибного резонанса структуры по сравнению с бидоменным (ТСО), биморфным и монодоменным образцами.

На следующем этапе на основе данных пьезоэлектриков были подготовлены МЭ образцы и проведены МЭ измерения. На рисунке 4.5 представлены результаты измерения МЭ коэффициентов на частоте 1 кГц (вдали от резонансных частот) при приложенном поле модуляции амплитудой δH = 1 Э. МЭ коэффициент $|\alpha_{\text{Из}a}|$ и фаза сигнала были измерены как функция приложенного

постоянного магнитного поля в направлениях x (α_{E31}) и y (α_{E32}) кристалла. Наблюдаемые кривые МЭ эффекта соответствуют зависимости пьезомагнитного коэффициента $q = \partial S/\partial H$ метгласа, который имеет максимум при постоянном поле, равном 16 Э, и стремится к нулю при насыщении намагниченности [98, 142, 159]. В таблице 4.2 приведены основные данные по измерению МЭ эффекта.

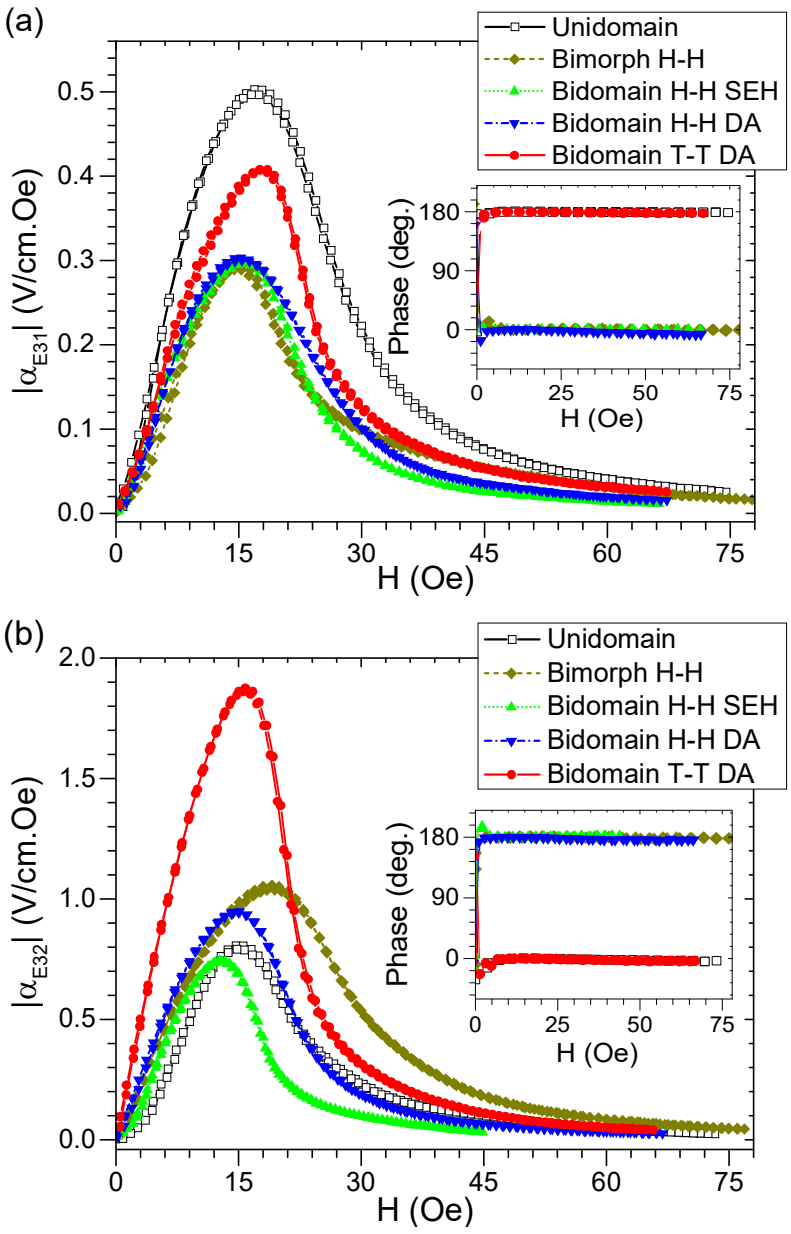


Рисунок 4.5 – Прямые МЭ коэффициенты (а) $|\alpha_{E31}|$ и (б) $|\alpha_{E32}|$, измеренные как функция приложенного постоянного магнитного поля при одновременном приложении модулирующего поля δH = 1 Э с частотой f = 1 кГц. Фаза МЭ коэффициента относительно переменного магнитного поля представлена во вставках на рисунках.

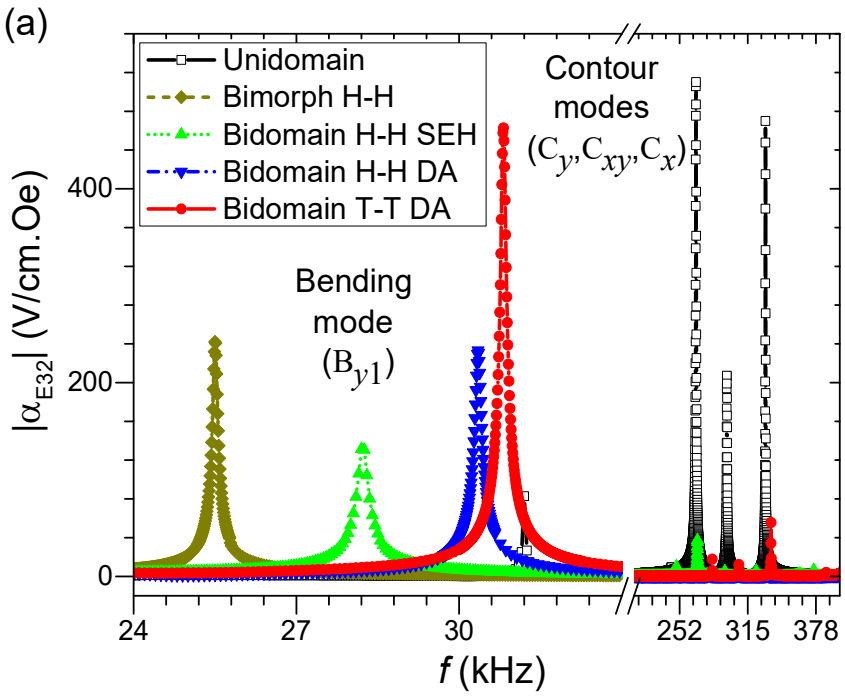
Видно, что МЭ коэффициенты $|\alpha_{E31}|$ и $|\alpha_{E32}|$ отличаются друг от друга, что является следствием анизотропии кристаллов LN. В среднем значение коэффициента α_{E32} в три раза больше, чем α_{E31}, и они имеют разные знаки, поскольку $d_{32} \approx -3d_{31}$. Это согласуется с вычислениями,

проведенными в главе 2. Однако большая разница между измеренными и вычисленными значениями амплитуды МЭ коэффициента может быть объяснена потерями, связанными с эпоксидным слоем, с неидеальным расположением границы между доменами в пьезоэлектрическом материале. Кроме того, пьезомагнитные коэффициенты метгласа в действительности могут иметь сильную нелинейную зависимость от напряжения, вызванного соединением материалов [86, 160–162] . Максимальное значение коэффициента $|\alpha_{E32}|$ больше в бидоменных образцах в сравнение с монодоменными. $|\alpha_{E32}|$ в два раза больше в образцах со структурой «хвост-к-хвосту», полученных ТДО, что также предсказано расчётами (рисунок 2.3). Поэтому МЭ образцы на основе бидоменных кристаллов LN со структурой «хвост-к-хвосту», полученные ТДО, можно считать близким по свойствам к идеальным биморфам.

Таблица 4.2 Основные экспериментальные данные по измерению МЭ эффекта.

Образцы	Монодомен	Биморф	Бидомен (ТСО)	Бидомен («голова-к-голове», ТДО)	Бидомен («хвост-к-хвосту», ТДО)
α_{E31}, В/(см·Э)	–0.50	0.29	0.30	0.30	–0.41
α_{E32}, В/(см·Э)	0.81	–1.06	–0.74	–0.95	1.88
f_a^{ME}, kHz	31.20	25.55	28.20	30.35	30.82
$\|\alpha_{E32}\|$, В/(см·Э)	82.8	242.0	131.5	233.2	462.7

Результаты динамических измерений МЭ эффекта как функции частоты переменного магнитного поля (f = 20 - 600 кГц, δH = 0.1 Э) с оптимальным постоянным магнитным полем (16 Э), приложенным в направлении y, представлены на рисунке 4.6.



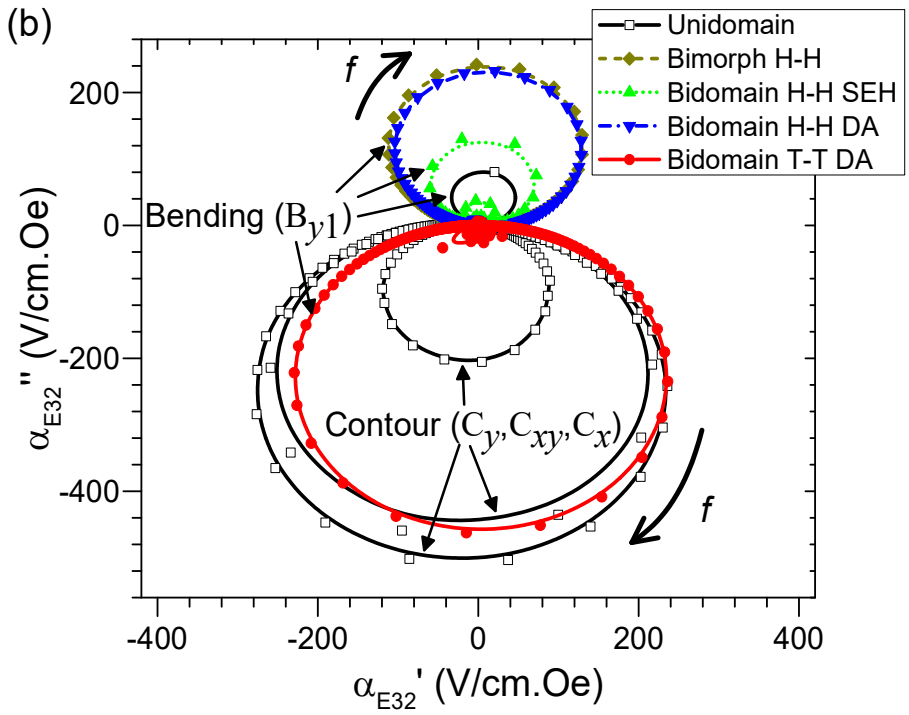


Рисунок 4.6 – Резонансный прямой МЭ коэффициент (α_{E32}), измеренный как функция частоты переменного магнитного поля в двуслойных композитных структурах LN y+128º-среза / метглас на основе монодоменого, биморфного и бидоменных кристаллов LN при приложенном оптимальном постоянном магнитном поле H = 16 Э и амплитуде модуляции магнитного поля δH = 0.1 Э. (а) Результирующий коэффициент $|\alpha_{E32}|$ в диапазоне частот изгибного и продольного резонанса и (б) АФЧХ графика $\alpha_{E32}{}''$ от α'_{E32} в широком диапазоне частот (до 600 kHz).

Видно, что амплитуда коэффициент $|\alpha_{E32}|$ возрастает до максимального значения на частоте, соответствующей ЭМ резонансу данной структуры, что связано с антирезонансными частотами, наблюдаемыми в импедансных измерениях. При резонансе МЭ коэффициент увеличивается в Q раз по сравнению с низкочастотным значением. Поскольку данные измерения были выполнены в условиях холостого хода, пики МЭ эффекта соответствуют частотам антирезонанса образцов, где импеданс и деформация максимальны [99, 157, 163]. Низкочастотные изгибные моды электромеханического резонанса максимальны для бидоменных образцов и практически отсутствуют в монодоменных. Однако на частоте продольного резонанса МЭ максимален для монодоменных образцов. Наличие слабых продольных резонансных пиков МЭ коэффициента для бидоменных кристаллов может быть связано с эффективным смещением границы раздела между доменами (т.е. $t_{p+} \neq t_{p-}$), что приводит к ненулевому члену $\langle \overline{h_{31}} \rangle_p$ в уравнении (2.13).

Как и в случае низкочастотных измерений МЭ эффекта (рисунок 4.5), видно, что наибольший МЭ коэффициент 463 В/(см·Э) соответствует бидоменному образцу со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО) при частоте антирезонанса 30.8 кГц, затем следует биморфный образец 242 В/(см·Э). Бидоменный образец со структурой «голова-к-голове» (ТДО) показал МЭ

коэффициент 233 В/(см·Э), а наименьший эффект 131 В/(см·Э) был обнаружен для бидоменного образца, полученного по ТСО. Стоит отметить, что монодоменный образец также продемонстрировал ненулевой МЭ эффект 83 В/(см·Э), что связано со смещением нейтральной плоскости в образце за счёт эпоксидного слоя и магнитострикционного материала, что приводит к появлению изгибной моды колебания. МЭ эффект в бидоменном образце со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО) почти вдвое больше, чем в биморфном, как при низкой частоте, так и при изгибном резонансе структуры. Это доказывает превосходство ТДО и бидоменных структур на основе LN над биморфными образцами. Данная технология позволяет создавать биморфные структуры с относительно резкой областью перехода между доменами, что увеличивает упругую связь между ними. Поэтому ТДО может быть полезна при изготовлении датчиков магнитных полей на основе МЭ материалов или актюаторов, работающих на низких частотах. С теоретической точки зрения нет разницы между бидоменными структурами «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» по величине МЭ отклика, за исключением изменения знака сигнала. Экспериментально, однако, МЭ эффект в структурах с конфигурацией доменов «хвост-к-хвосту» гораздо выше, чем в образцах с бидоменными структурами «голова-к-голове».

На рисунке 4.6 (б) представлен график АФЧХ МЭ коэффициентов как зависимость мнимой части $\alpha_{E32}{}''$ от реальной части $\alpha_{E32}{}'$. Как и предсказывает теория, видим, что вблизи антирезонансной частоты эти коэффициенты приблизительно пропорциональны $j\omega Z$, где Z - комплексное сопротивление образцов, которое почти соответствует импедансу кристаллов, представленных на рисунке 4.4 [123, 157].

Измерения МЭ эффекта выявили лучший образец, который показывает максимальный МЭ коэффициент на низкой частоте (изгибная мода резонанса). Для данного образца были проведены измерения шума и способности детектировать сверхслабые магнитные поля. Измерения проводились на той же установке, что и измерения МЭ эффекта. К образцу прикладывалось оптимальное постоянное магнитное поле 16 Э. Результаты измерений спектральной плотности шума как функции частоты и расчёт чувствительности к магнитному полю в зависимости от частоты представлены на рисунке 4.7.

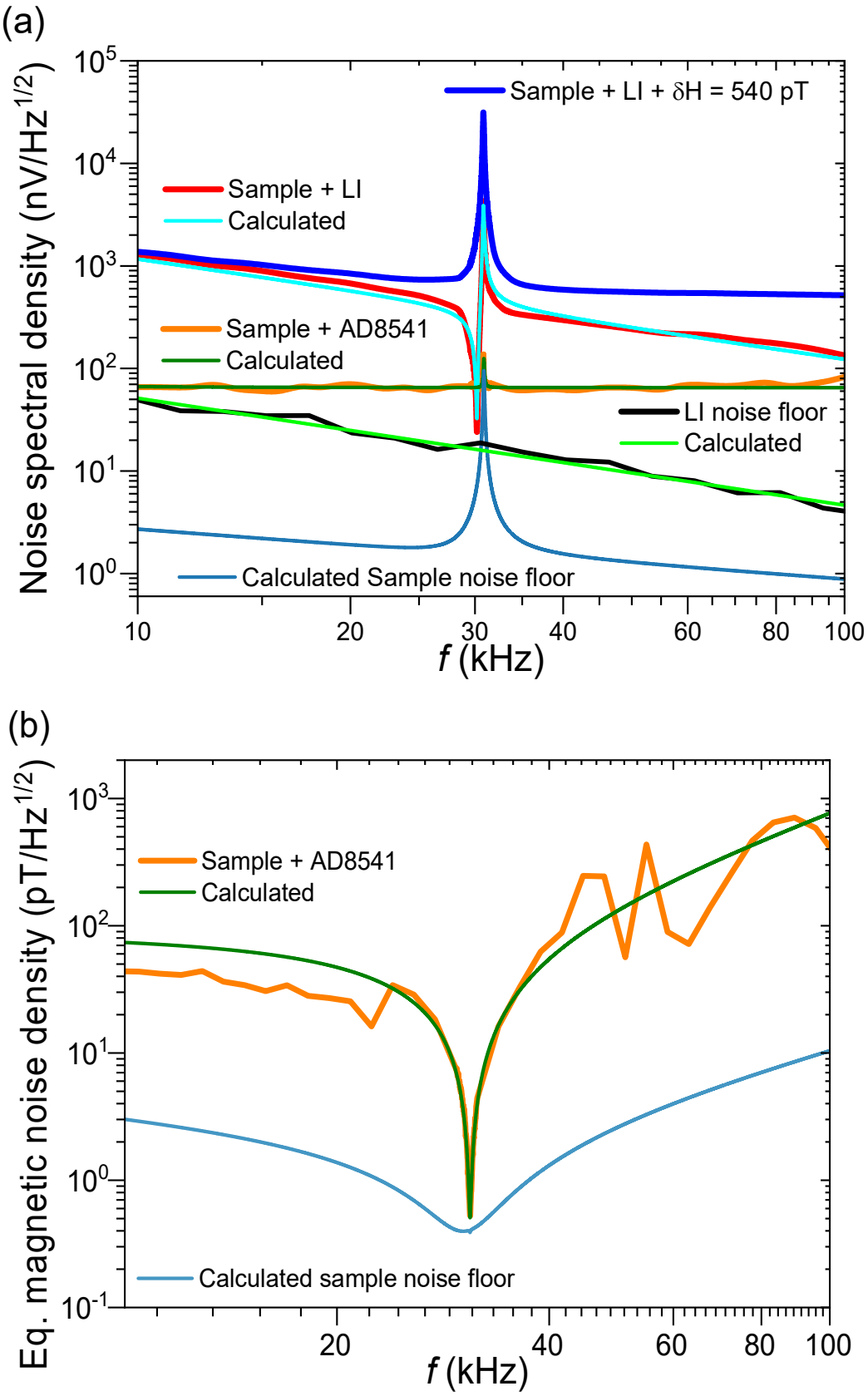


Рисунок 4.7 – (а) Спектральная плотность шума как функция частоты для выбранного двуслойного МЭ образца LN / метглас на основе бидоменного (ТДО) кристалла LN y+128º-среза. Схема детектирования включала в себя синхронный детектор или операционный усилитель AD8541 плюс синхронный детектор (в режиме низкого импеданса). На экспериментальные графики наложены результаты теоретического вычисления спектральной плотности шума. (б) Экспериментальная и

расчетная эквивалентная спектральная плотность магнитного шума для образца и схемы детектирования (синхронный детектор (LI – lock-in) и AD8541).

В первую очередь отметим, что на рисунке 4.7 черная линия с постоянным наклоном показывает минимальный уровень сигнала, обнароживаемого синхронным детектором (т.е. уровень шума). Данные измерения также приведены на рисунке 3.11. Зелёная линия, которая повторяет данный график, является результатом расчёта с использованием уравнения (2.16). Теоретический расчёт основан на эквивалентной схеме, показанной на рисунке 2.5, с использованием следующих параметров: G = 1, Z_{a1}= Z_{a2} = 1 МОм||20 пФ, e_a = 1 нВ/Гц$^{1/2}$ и i_a = 10 пА/Гц$^{1/2}$.

Плотность шума была измерена для образца, подключенного напрямую к синхронному детектору (красная линия на рисунке 4.7). Как было предсказано в главе 2, шум убывает с частотой и имеет локальный минимум и максимум, связанные с ЭМ резонансом и антирезонансом импеданса структуры. Данные результаты хорошо аппроксимируются расчётом шума по формуле (2.16) при использовании следующих параметров: R = 1 ГОм, C = 60 пФ, L_m = 5.0 Гн, C_m = 5.55 пФ, R_m = $(1/Q).\sqrt{L_m/C_m}$, Q = 300 и $\tan(\delta)$ = 0.7%. Из этого следует, что основной вклад составляет тепловой шум Найквиста.

В количественном отношении этот спектр демонстрирует плотность шума 11.3 мкВ/Гц$^{1/2}$ на низкой частоте 1 кГц, 23.8 нВ/Гц$^{1/2}$ – на частоте резонанса и 4.3 мкВ/Гц$^{1/2}$ - на частоте антирезонанса образца. Данные значения превосходят входной шум измерительной системы.

Также был построен график плотности шума МЭ композита, рассчитанный по формуле (2.12). Данный график показывает уровень шума на три порядка ниже, чем измеренный вне резонанса. Также на графике виден пик, соответствующий антирезонансу импеданса. Значения, полученные в этом случае, составляют 9.8 нВ/Гц$^{1/2}$ при 1 кГц, 7.2 нВ/Гц$^{1/2}$ при частоте резонанса и 95.9 нВ/Гц$^{1/2}$ при частоте антирезонанса. Были проведены измерения отклика МЭ образца при подаче слабого переменного поля δH = 540 пТл. Видно, что данное поле легко детектируется с хорошим отношением сигнал-шум.

Для понижения входного шума были проведены измерения с использованием операционного усилителя в режиме повторителя. В эксперименте использовали AD8541 с низким входным током смещения 4 пА и малой плотностью входного шума по току (<0.1 пА/Гц$^{1/2}$). В данном эксперименте входной импеданс синхронного детектора был равен 50 Ом || 20 пФ. Полученный результат показывает значительное уменьшение уровня эквивалентного шума. Это согласуется с вычисленными значениями шума по модели, представленной в главе 2, с использованием следующих параметров: G = 1, Z_a = 10 МОм, e_a = 65 нВ/Гц$^{1/2}$ и i_a = 0.1 пА/Гц$^{1/2}$. Вне резонанса уровень шума уменьшился почти на два порядка. Однако данное значение ограничивается высоким шумом по напряжению операционного усилителя (e_a). С использованием данной схемы детектирования удалось получить следующие значения шума: для низких частот 151 нВ/Гц$^{1/2}$, 67 нВ/Гц$^{1/2}$ на частоте резонанса и 152 нВ/Гц$^{1/2}$ на частоте антирезонанса, что всего в полтора раза больше расчётного значения.

Для того, чтобы вычислить эквивалентное значение магнитного шума, детектируемое МЭ образцом, использовали выражение $\delta H_{min}/\sqrt{\Delta f} = v_n.\sqrt{SNR}/|\alpha_{E32}|.t_p$, где Δf - ширина полосы входного фильтра и *SNR* - отношение сигнал-шум. Данное выражение позволяет оценить чувствительность к переменному магнитному полю нашей системы. При значении *SNR* = 1 были вычислены спектры эквивалентного магнитного шума, используя данные, полученные при измерении МЭ коэффициента и шума. Результаты вычислений представлены на рисунке 4.7 (б). Вычисления проводились для случая с наименьшим шумом (образец, соединенный с операционным усилителем). Эквивалентный магнитный шум медленно уменьшается с частотой и имеет локальный минимум на частоте антирезонанса структуры (30.8 кГц). Минимальное значение измеренного магнитного шума составило 524 фТл/Гц$^{1/2}$. Для сравнения был вычислен эквивалентный магнитный шум самого образца, который составил 388 фТл/Гц$^{1/2}$. Важно отметить, что данные значения сопоставимы с чувствительностями, полученными для МЭ материалов на основе ЦТС и других пьезоэлектрических керамик [30, 136, 149, 150, 164–166]. Кроме того, магнитный шум на частоте 1 кГц составил 153 пТл/Гц$^{1/2}$.

Данный МЭ сенсор магнитного поля может быть использован и как детектор постоянного магнитного поля. Для этого нужно прикладывать к МЭ образцу модулирующее магнитное поле с заданной амплитудой и измерять отклик как функцию приложенного постоянного магнитного поля, как это было показано на рисунке 4.5. Данные измерения необходимо проводить на линейном участке кривой (рисунок 4.5). Рассчитаем значение чувствительности для образца с бидоменной структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО). Из рисунка 4.5 (б) возьмем линейный наклон кривой, равный $\partial|\alpha_{E32}|/\partial H$ = 155 мВ/(см·Э^2), и рассчитаем минимальное значение спектральной чувствительности к магнитному полю $H_{min}/\sqrt{\Delta f} = v_n \cdot \sqrt{SNR} \cdot \sqrt{2}/\left((\partial|\alpha_{E32}|/\partial H) \cdot \delta H \cdot t_p\right)$ = 2.6 нТл/Гц$^{1/2}$ (для SNR = 1 и f = 1 кГц). Данную величину можно уменьшить на несколько порядков величины, модулируя структуру на антирезонансной частоте, где эквивалентный шум в десятки раз ниже чем при 1 кГц, а МЭ эффект в 100 раз выше.

Теория, изложенная в главе 2, предсказывает увеличение МЭ коэффициента при оптимальном отношении $t_p/t \approx 0.6$. С целью приближения к данному значению были подготовлены образцы с разным количеством слоёв метгласа (до 5 слоёв). Данные слои были последовательно наклеены на образец из предыдущих измерений (МЭ образец на основе бидоменного (ТДО) кристалла LN y+128º-среза / метгалас). Результаты низкочастотных и резонансных измерений МЭ коэффициента представлены на рисунке 4.8.

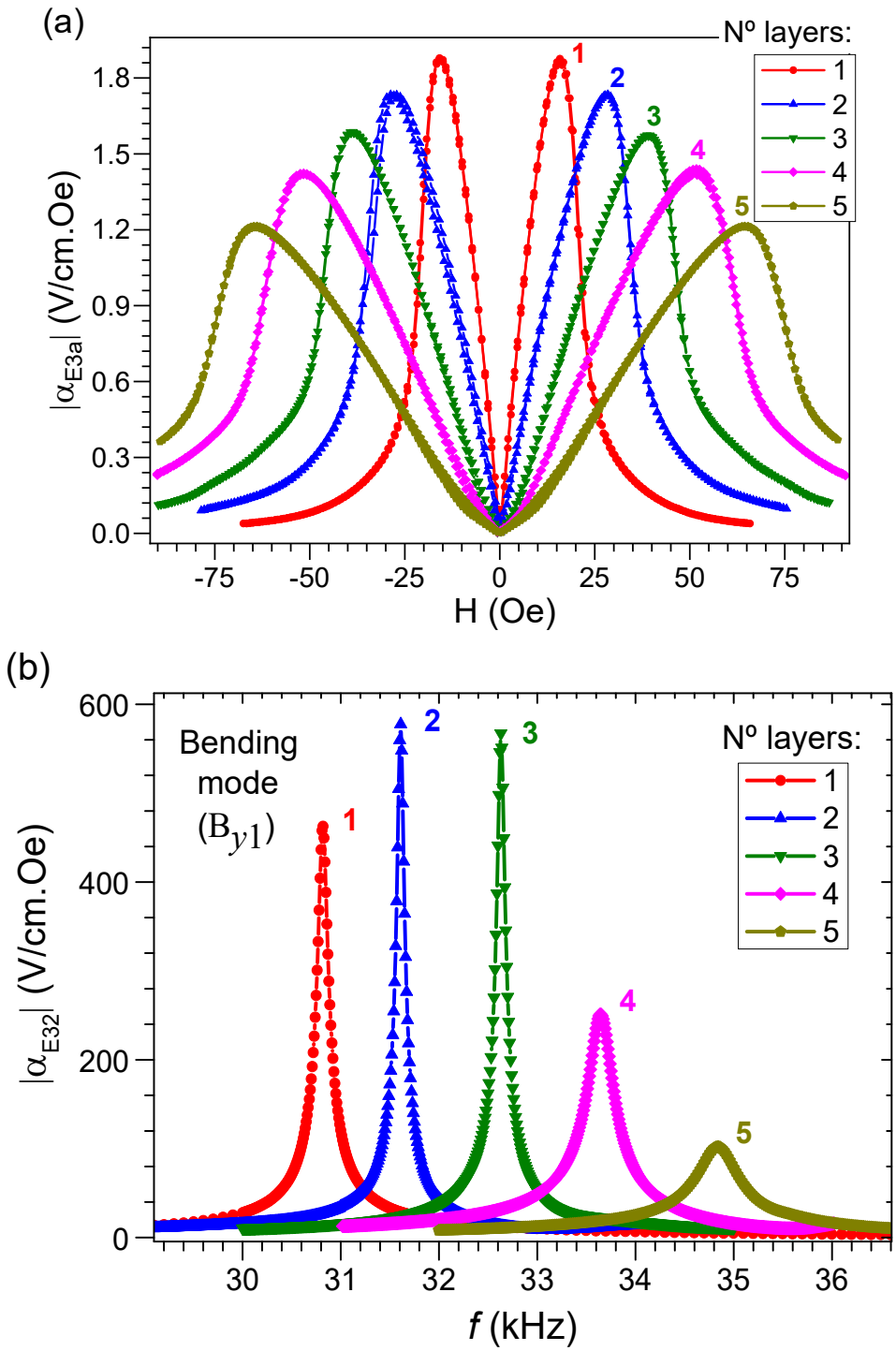


Рисунок 4.8 – Прямой МЭ коэффициент ($|\alpha_{E32}|$), измеренный в композитных многослойных образцах на основе бидоменного (ТДО) кристалла LN y+128º-среза с разным числом слоёв метгласа (N = 1–5). (а) МЭ коэффициент как функция постоянного магнитного поля (при f = 1 кГц и δH = 1 Э); (б) Динамический МЭ эффект в условиях изгибного резонанса и при оптимальном постоянном поле (H = 16, 28, 39, 52, 65 Э для N = 1, 2, 3, 4 и 5 соответственно).

При низкочастотных измерениях (рисунок 4.8 (а)) наблюдается уменьшение МЭ эффекта и увеличение оптимального постоянного магнитного поля с увеличением числа слоёв метгласа. Данную зависимость можно объяснить эффектом размагничивания метгласа, который уменьшает

эффективное поле внутри магнитострикционного материала с увеличением толщины [161]. Другим фактором может быть большое механическое напряжение, созданное слоем эпоксидного клея [160].

На рисунке 4.8 (б) представлены измерения МЭ коэффициента вблизи электромеханического резонанса структур при подаче оптимального постоянного магнитного поля для образцов с разным числом слоёв метгласа. Резонансная частота увеличивается примерно на 1 кГц с увеличением числа слоёв метгласа. Это происходит из-за увеличения толщины композитной структуры. Это также приводит к увеличению МЭ эффекта на 25 % до 578 В/(см·Э) для двух и трех слоёв метгласа. Дальнейшее увеличение количества слоев приводит к быстрому снижению МЭ коэффициента. Такое поведение можно объяснить увлечением объема эпоксидной смолы, что увеличивает вязкие потери и уменьшает механическую добротность системы, в результате чего уменьшается МЭ эффект [161, 162].

В будущих исследованиях необходимо идти по пути уменьшения эквивалентного магнитного шума и рабочей частоты МЭ композитов на основе бидоменных кристаллов [31]. Как было показано выше, увеличения отношения сигнал-шум можно достичь при выборе подходящей схемы детектирования сигнала с низким уровнем шума [21, 164]. Главными параметрами малошумящей системы детектирования сигнала являются большой входной импеданс Z_a, малый токовый шум i_a и шум по напряжению e_a. Другими важными характеристиками схемы детектирования являются большой коэффициент подавления синфазного сигнала и малый входной ток смещения операционного усилителя. С точки зрения улучшения параметров образцов необходимо получить более резкую границу в бидоменных кристаллах, что приведет к увеличению коэффициента электромеханической связи в кристаллах. Требуется также достичь оптимального соотношения между пьезоэлектрической и магнитострикционной фазой; исключить эпоксидный клей из технологии получения композитных образцов; использовать методы магнетронного распыления магнитострикционных мишеней, электрохимическое осаждение, лазерную абляцию или наносить между материалами специальные припои с определенной температурой плавления (использовать их вместо клеевого слоя). Также эквивалентный шум может быть уменьшен при помощи увеличения объёма структуры. Необходимо изготавливать композитные материалы малой толщины, большой площади и с большим относительным объёмом магнитострикционной фазы. Использование анизотропии свойств кристаллов LN также может увеличить МЭ отклик композитных структур. Кроме того, чтобы повысить МЭ эффект и увеличить объем магнитострикционного материала, можно использовать трёхслойные несимметричные структуры, где в качестве третьего слоя может использоваться никель или другой слой метгласа с отрицательной магнитострикцией [26]. Другие методы, которые можно использовать для понижения рабочей частоты МЭ сенсора, включают в себя приложение постоянного магнитного [167, 168] или электрического поля [169], добавление массы на поверхность композитов [50] и использование более длинных подложек, сделанных из третьего материала (не содержащего пьезоэлектрического эффекта) с высокой механической добротностью [170]. МЭ композиты на основе бидоменных кристаллов могут уменьшить размеры устройств

высокочастотных сенсоров с сохранением рабочей частоты устройства. Например, такое решение подойдет для сенсоров магнитного поля, которые регистрируют смещение резонансной частоты от приложенного постоянного магнитного поля [171].

Выводы к разделу

В работе было проведено изучение бидоменных кристаллов LN, полученных по разной технологии, с целью применения в МЭ композитах в приложении к сенсорам сверхслабых магнитных полей. В качестве исходных структур были взяты квадратные пластинки LN y+128º-среза размерами 10x10x0.5 мм^3, в которых методами ТДО и ТСО были сформированы бидоменные структуры. Для получения МЭ композитного материала на данные структуры при помощи эпоксидной смолы (Devcon epoxy 14260) был нанесен магнитострикционных аморфный сплав метглас (размер 10x10x0.03 мм^3). Также для сравнения были подготовлены МЭ образцы на основе монодоменных и биморфных кристаллов LN y+128º-среза. Биморфные образцы со структурой «голова-к-голове» были получены при помощи соединения двух противоположено поляризованных кристаллов LN y+128º-среза толщиной 0.25 мм каждый.

По результатам измерения импеданса было показано, что бидоменные кристаллы LN со структурой «хвост-к-хвосту», полученные по ТДО, демонстрируют лучшие пьезоэлектрические характеристики в условиях изгибного резонанса по сравнению с бидоменным (ТСО), биморфным и монодоменным образцами.

МЭ измерения на низкой частоте показали, что максимальное значение коэффициента $|\alpha_{E32}|$ выше в бидоменных образцах в сравнение с монодоменными. $|\alpha_{E32}|$ в два раза больше в образце со структурой «хвост-к-хвосту», полученном ТДО, чем в биморфном образце, а также в бидоменном образце со структурой «голова-к-голове» (ТДО) (рисунок 2.3). Динамические измерения МЭ эффекта (рисунок 4.5) показали, что наибольший МЭ коэффициент 463 В/(см·Э) соответствует бидоменному образцу со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО) на частоте антирезонанса 30.8 кГц. Это согласуется с низкочастотными измерениями МЭ коэффициента.

Минимальное значение эквивалентного магнитного шума составило 524 фТл/Гц$^{1/2}$ на частоте антирезонанса структуры 30.8 кГц, и 153 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 1 кГц. Данные результаты были получены на лучшем МЭ образце на основе бидоменного (ТДО, «хвост-к-хвосту») кристалла LN y+128º-среза / метгласа. Для сравнения был вычислен эквивалентный магнитный шум самого образца, который составил 388 фТл/Гц$^{1/2}$. Важно отметить, что данные значения сопоставимы с чувствительностями, полученными для МЭ материалов на основе ЦТС и других пьезоэлектрических керамик [30, 136, 149, 150, 164–166].

Преимущество использования бидоменных кристаллов LN в качестве компоненты МЭ сенсора неоспоримы, потому что кристалл не имеет гистерезиса при деформации, обладает высокой температурной стабильностью физических и химических свойств, является бессвинцовым материалом, не имеет эффектов ползучести и старения, свойства материала воспроизводятся с высокой точностью в силу хорошо изученных процессов роста данного кристалла и его широкого применения в других областях техники. Кроме того, он обладает относительно низкой ценой.

4.2 Детектирование полей уровня фТл магнитоэлектрическим композитным материалом на основе бидоменного кристалла LN *y*+140°-среза / метгласа.

Анизотропия кристалла LN может быть использована в МЭ сенсорах для достижения высокой чувствительности, зависящей от направления, к низкочастотным магнитным полям. Выбор кристалла с подходящим срезом является очень важным шагом в разработке МЭ датчиков. На рисунке 4.9 показана зависимость пьезоэлектрического коэффициента d_{3j} от ориентации среза кристалла, рассчитанного с использованием материальных констант, найденных в литературе [172].

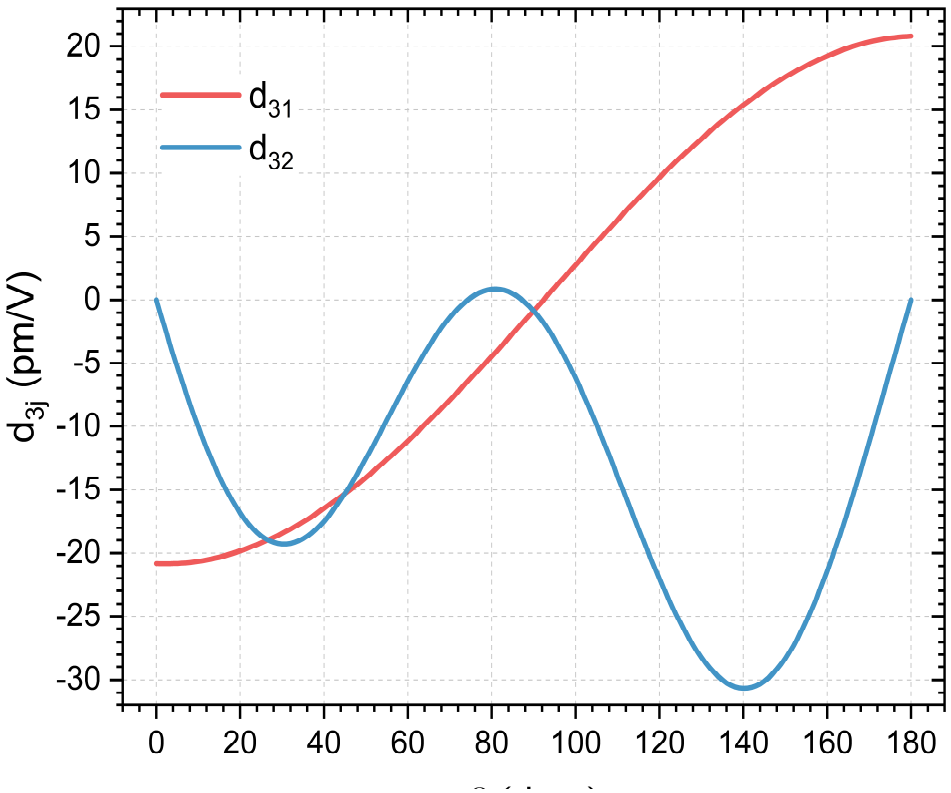


Рисунок 4.9 – Зависимость поперечных пьезоэлектрических коэффициентов от угла среза кристалла LN.

Можно наблюдать большое изменение поперечного пьезоэлектрического коэффициента в зависимости от ориентации кристалла. Максимальное значение поперечного пьезоэлектрического коэффициента достигается для угла среза y+140º ($|d_{32}|$ = 30.64 пм/В). МЭ эффект пропорционален отношению $g_{ij} = \varepsilon_{ik}^{-1} d_{kj}$. Для угла среза y+140º максимальное значение коэффициента g_{ij} составляет 30.58 м·мВ/Н, что сравнимо с величинами для пьезоэлектрических керамик на основе ЦТС [145]. Более того, срез кристалла LN y+140º очень близок к срезу y+137º, при котором наблюдается максимальный поперечный коэффициент электромеханической связи, равный 0.51 [173]. Другими интересными срезами кристалла для чувствительных к направлению магнитного поля сенсоров, являются, например, *y*-срез, соответствующий одноосному направлению работы (d_{31} = – 20.8 пм/В и d_{32} = 0); *y*+26.5°-срез может быть полезен для сенсоров, в которых необходимо

детектировать поле в плоскости сенсора независимо от его направления в этой плоскости ($d_{31} = d_{32} = -18.9$ пм/В); и y+162°-срез можно использовать для векторного детектирования магнитного поля в плоскости образца ($d_{31} = -d_{32} = 19.6$ пм/В).

Исходя из вышеперечисленных преимуществ кристалла LN с y+140º-срезом, было предложено исследовать МЭ структуру на основе бидоменного кристалла LN с y+140º-среза / метглас для измерения сверхслабых вариаций магнитных полей.

Для создания бидоменной структуры в кристаллах LN применялась технология диффузионного отжига, которая была подробно описана в главе 4.1 [154, 158, 174]. Кристаллы отжигались в воздушной атмосфере при температуре 1100 ºC в течение 5 часов для достижения диффузии Li_2O из материала, сопровождаемой инверсией поляризации в объёме материала. Все образцы подвергались термообработке в течение одного и того же процесса отжига. Для визуализации доменной структуры был подготовлен косой шлиф одного из бидоменных образцов, после чего шлиф полировали и проводили селективное травление в кипящей смеси кислот HF : HNO_3 = 2 : 1 (об.) [175]. Как хорошо видно на рисунке 4.10 (а), 5 часов достаточно для получения бидоменной структуры в образцах LN y+140º-среза. Определенный наклон границы раздела доменов вблизи левого и правого краев косого шлифа является результатом анизотропии диффузии в кристалле LN.

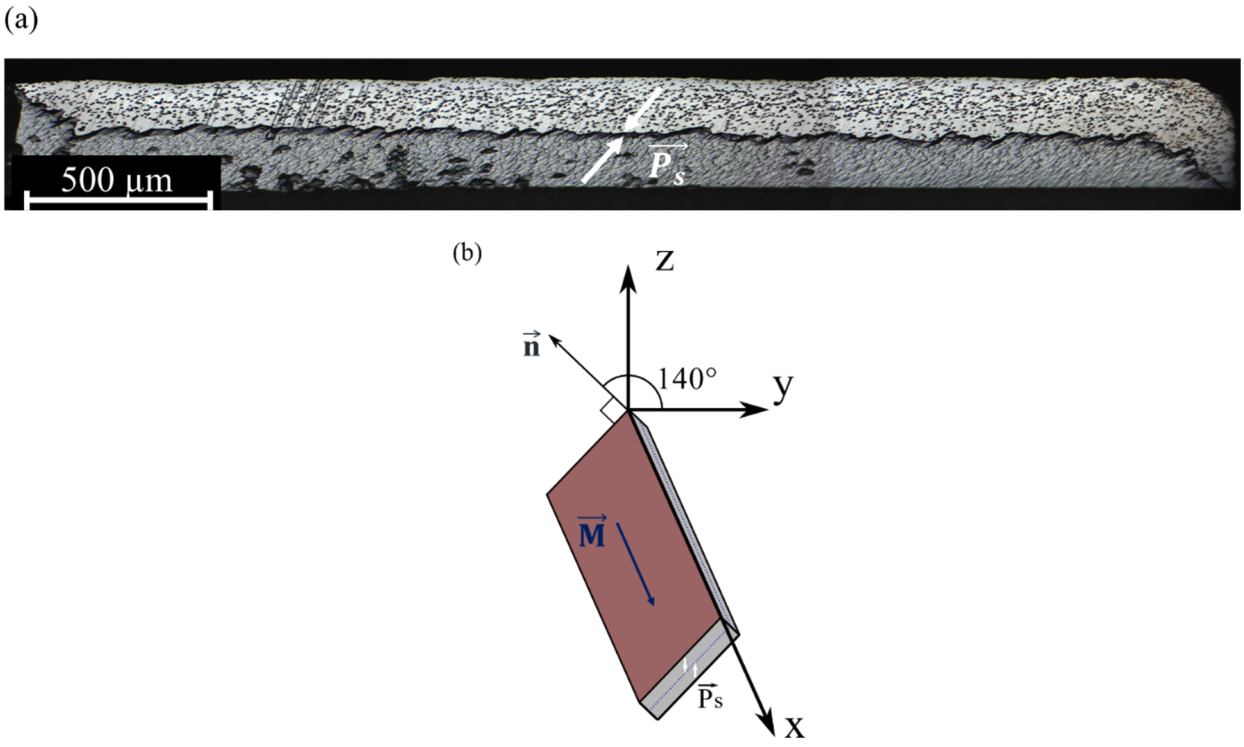


Рисунок 4.10 – (а) Фотография косого шлифа после травления бидоменного кристалла LN y+140°-среза. (б) Схема прямоугольного двухслойного МЭ композитного материала, образованного верхним магнитострикционным слоем и нижним бидоменным пьезоэлеткрических кристаллом, где белые стрелки представляют векторы спонтанной поляризации в структуре «голова-к-голове». Черные стрелки показывают оси кристалла x, y, z и угол среза.

Методика контроля доменной структуры методом косого шлифа является разрушающей. Чтобы избежать этого, использовалась другая техника контроля выбора лучшего бидоменного кристалла. Известно, что бидоменный кристалл LN изгибается при приложении к нему электрического поля в соответствие с биморфным принципом [20, 176, 177]. Уравнение, описывающее отклонение конца консольно закрепленного биморфа, предсказывает его линейную зависимость от пьезоэлектрического коэффициента и приложенного напряжения, а также квадратичную зависимость от коэффициента *L/t* [178]: $\delta = k \cdot U \left(\frac{L}{t}\right)^2$, где *L* и *t* - длина и толщина биморфа, соответственно, *U* - приложенное напряжение, а $k = 1.5 \cdot d_{31}$ в случае идеального биморфа. Для кристалла y+140°-среза данный коэффициент должен быть равен k_{y+140° = 23.17 пм/В. Однако из-за неидеальности доменной границы в центре бидоменного кристалла [33, 156] действительное значение *k* будет меньше, что будет сказываться на величине отклонения конца биморфа (δ). Поскольку мы можем измерять *L* и *t* напрямую, а $\delta = f(U)$ - линейная функция с фиксированным наклоном, то отсюда легко вычислить *k* и сравнить его с теоретическим значением.

После формирования бидоменной структуры в образцах на их противоположенные стороны методом магнетронного распыления мишени были нанесены металлические электроды (Ni) толщиной 100 нм для создания биморфного актюатора. Для того, чтобы измерить отклонение δ в зависимости от подаваемого напряжения *U*, образцы помещались в специальный держатель со встроенными электродами, где они жестко фиксировались с одного конца (консольное закрепление). Отклонение свободного конца бидоменных образцов контролировалось оптическим микроском ZEISS Axio Imager M1. Методика данного измерения описана в работе [179]. Напряжение на бидоменном кристалле постепенно изменялось от – 300 В до + 300 В, а отклонение δ измерялось каждые 50 В. Полученные экспериментальные точки хорошо ложатся на прямую с наклоном δ/U. Теперь можно вычислить *k* для каждого из образцов. График зависимости $\delta = f(U)$ для лучшего образца представлен на рисунке 4.11.

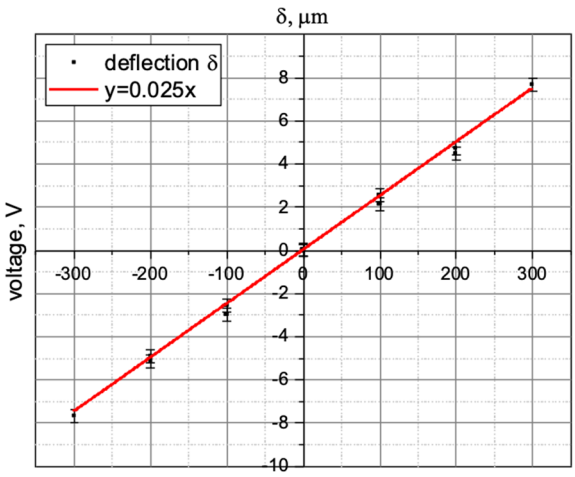


Рисунок 4.11 – Зависимость отклонения δ конца бидоменного кристалла от электрического напряжения, приложенного к контактам.

Лучшие из полученных образцов имели $k =$ 20.2 пм/В, что всего на 13 % меньше теоретического значения, рассчитанного для идеального биморфа.

Для выбранного лучшего бидоменного кристалла LN были проведены измерения импеданса, после чего на основе данного кристалла был подготовлен МЭ композитный материал для исследования МЭ эффекта. МЭ композитный материал состял из бидоменного кристалла LN y+140°-среза и метгласа (2826MB тип, $Fe_{0.4–0.5}Ni_{0.4–0.5}Mo_{0.05–0.1}B_{0.01–0.05}$), который был нанесён на кристалл при помощи эпоксидной смолы (3M™ Scotch–Weld™ Epoxy Adhesive EC–2216 B/A). Сразу после нанесения тонкого (10 мкм) слоя эпоксидной смолы композитная структура была помещена под вертикальное давление 100 кПа, равномерно приложенному по всей площади образца с помощью цилиндра с поршнем, и подвержена нагреву до 65 ºC в течение 2 часов. Размеры исследуемой структуры были следующие: длина 20 мм, ширина 5 мм, толщина пьезоэлектрика 0.41 мм, толщина метгласа 29 мкм.

Измерения импеданса, прямого МЭ эффекта и плотности шума проводились в диапазоне частот от 1 Гц до 10 кГц при комнатной температуре в режиме свободно колеблющегося кристалла (рисунок 2.7 (г)). Образец был закреплен в измерительной системе по центру при помощи тонких (Ø 100 мкм) медных проводов. Низкочастотные измерения МЭ эффекта как функции постоянного магнитного поля проводились на частоте 110 Гц, далекой от частоты электромеханического резонанса. К образцу прикладывали модулирующее магнитное поле с амплитудой δH = 0.1 Э, а постоянное магнитное поле изменялось в диапазоне от – 25 Э до + 25 Э. При измерении динамического МЭ эффекта как функции частоты магнитного поля амплитуда модулирующего магнитного поля составляла δH = 0.01 Э. Одновременно прикладывалось оптимальное постоянное магнитное поле. МЭ коэффициент был рассчитан по формуле $\alpha_{E31} = \delta V_{ME}/(t_p \cdot \delta H)$.

Эквивалентное значение шума и предельная чувствительность к магнитному полю МЭ сенсора были измерены для полосы пропускания фильтра Δf = 1 Гц. Предельная чувствительность образца измерялась как функция магнитного поля переменного тока в резонансных условиях с приложенным оптимальным постоянным магнитным полем. Измерения проводились без какого-либо дополнительного экранирования от внешних источников шума.

Измерения импеданса бидоменного кристалла LN y+140º-среза и МЭ образца на его основе, а также АФЧХ мнимой части импеданса Z'' в зависимости от действительной части Z' представлены на рисунке 4.12. Были проведены вычисления импеданса МЭ структуры по модели, представленной в главе 3 (рисунок 4.12 (а)).

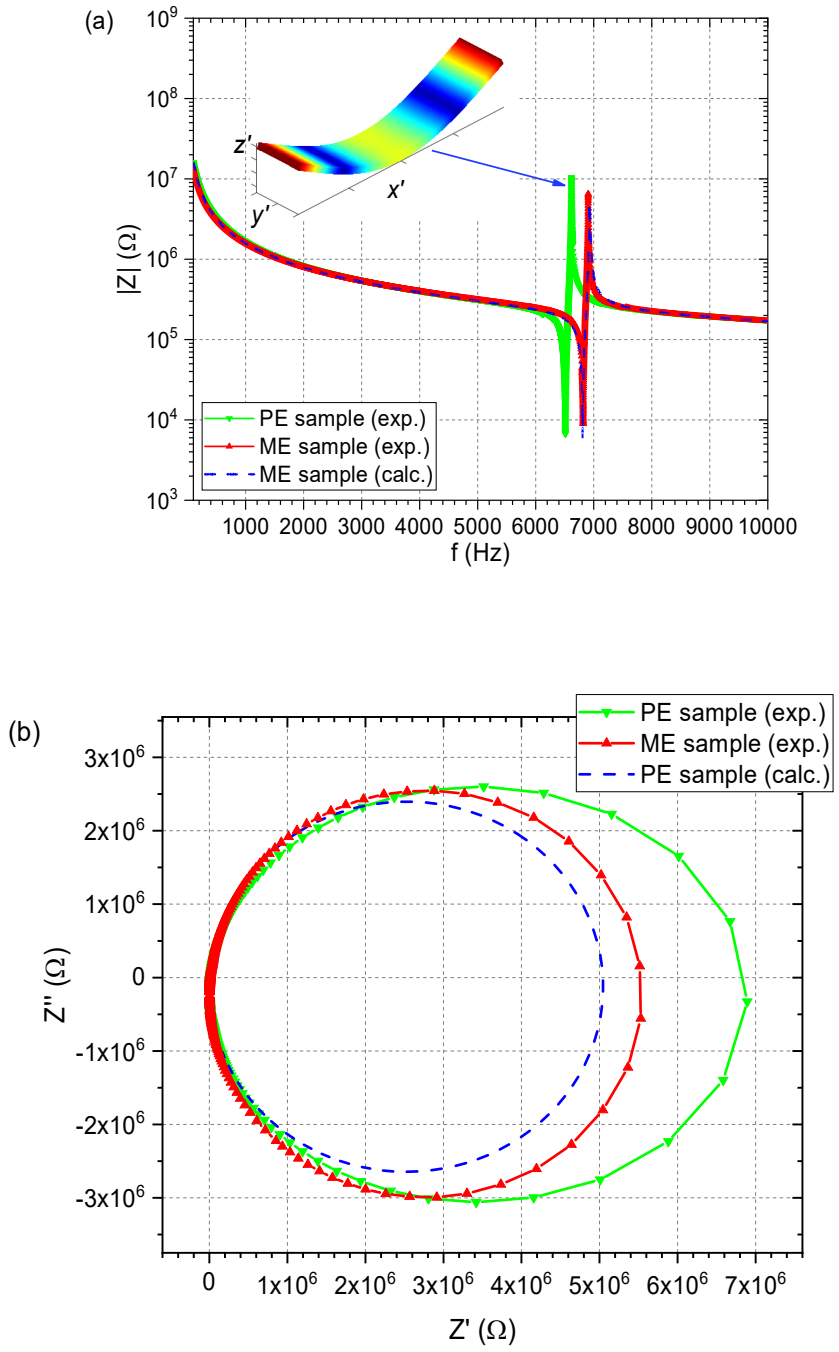


Рисунок 4.11 – (а) Спектры импеданса бидоменного кристалла LN *y*+140º-среза, МЭ композитного материала метглас / бидоменный кристалл LN *y*+140-среза и теоретически рассчитанный спектр для композитного материала. На вставке показана пространственная деформация бидоменного кристалла LN *y*+140º-среза на частоте изгибного резонанса. (б) АФЧХ мнимой части импеданса Z'' в зависимости от действительной части Z' вблизи резонансной частоты структур (пьезоэлектрического образца, МЭ образца и расчёт для МЭ материала).

Основные электромеханические параметры пьезоэлектрического кристалла и МЭ композитного материала, такие как низкочастотное значение ёмкости (C), диэлектрические потери

$\tan(\delta)$, частота резонанса f_r и антирезонанса f_a и механическая добротность Q на частоте изгибного резонанса структуры приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3. Основные экспериментальные и теоретические результаты для МЭ образца и пьезоэлектрического кристалла.

	МЭ образец (эксперимент)	МЭ образец (вычисления)	Пьезоэлектрический образец (эксперимент)
C, пФ	99	100	88
$\tan(\delta)$, %	1.3	1	0.6
f_r, Гц	6810	6806	6512
f_a, Гц	6862	6862	6617
Q	1105	1100	1208
$\lvert\alpha_{E31}(110\ \text{Гц})\rvert$, В·(см·Э)$^{-1}$	1.9	5.4	–
$\lvert\alpha_{E31}(f_a)\rvert$, В·(см·Э)$^{-1}$	1704	1707	–
$\mathrm{EMND}(f_a)$, фТл/Гц$^{1/2}$	92	90	–

Тангенс угла потерь составили не более 1.3 % для МЭ образца и 1 % для пьезоэлектрического кристалла. Механическая добротность МЭ образца составила $Q \approx 1100$, когда как для пьезоэлектрического кристалла $Q \approx 1200$. Это различие можно объяснить, принимая во внимание дополнительные потери, вносимые промежуточным слоем эпоксидной смолы и магнитострикционной фазой. В модели для расчёта импеданса использовали типичные значения диэлектрических потерь tan(δ) = 1% и добротности Q = 1100. Видно, что модель хорошо описывает экспериментальный результат во всем диапазоне частот. График АФЧХ, представленный на рисунке 4.11 (б), показывает значения амплитуды Z' изгибной моды для каждого из образцов и расчётное значение. Видно, что наибольшее значение импеданса демонстрирует бидоменный кристалл, дальше идет МЭ композитный материал, затем теоретический расчёт для МЭ структуры. Механическая добротность Q имеет идентичную зависимость для выбранных образцов.

На рисунке 4.12 (а) представлены результаты измерения МЭ коэффициента как функции постоянного магнитного поля.

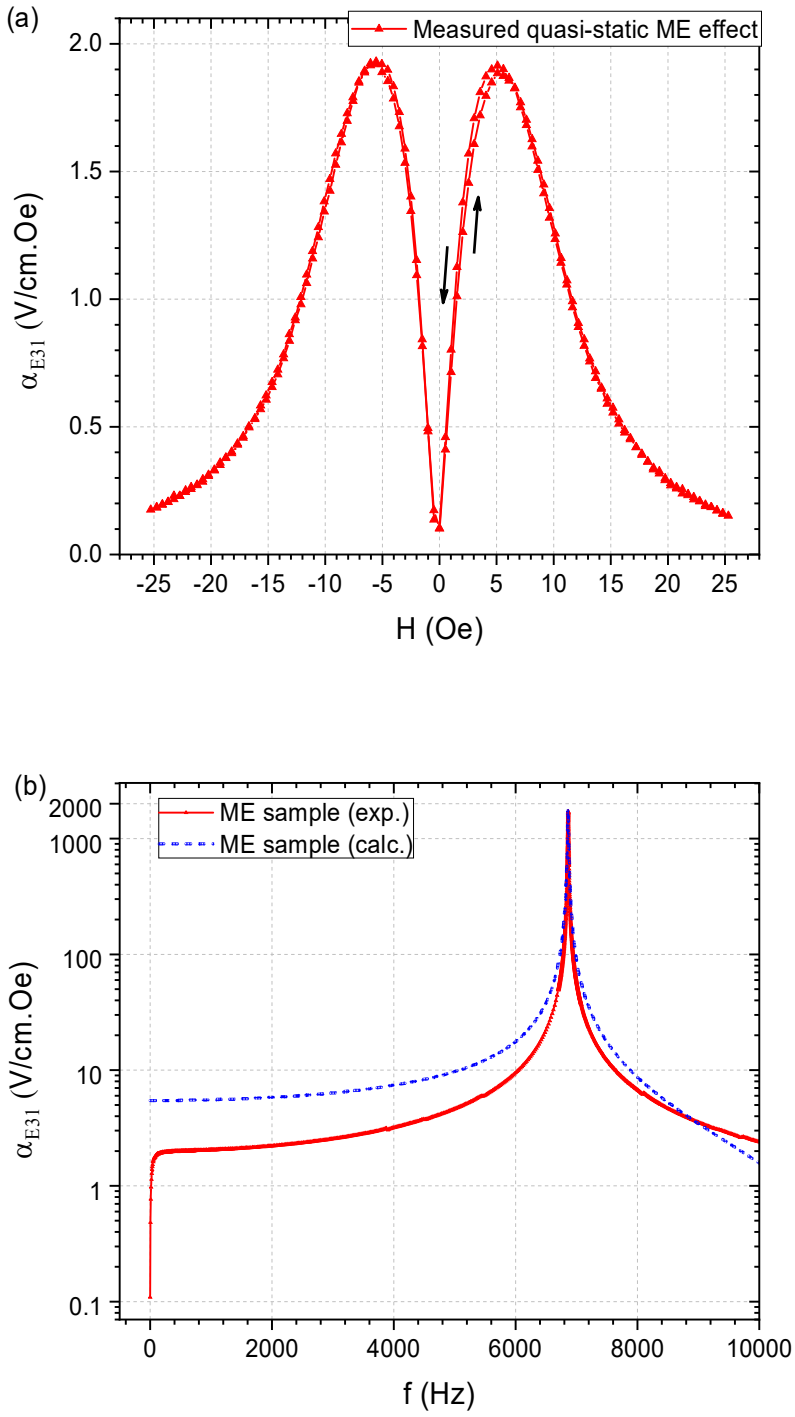


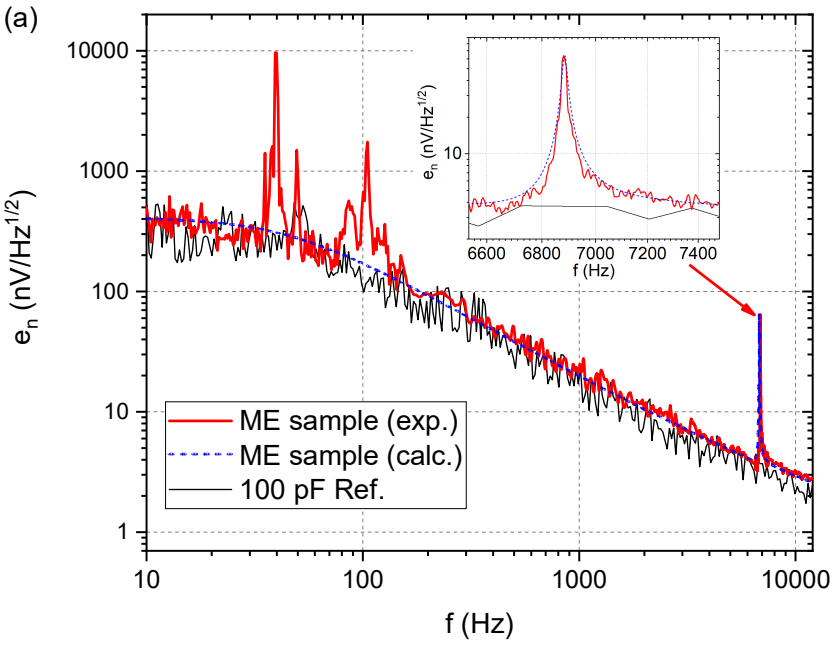
Рисунок 4.12 – (а) МЭ коэффициент ($|\alpha_{E31}|$) как функция постоянного магнитного поля на частоте 110 Гц при амплитуде модулирующего поля δH = 0.1 Э. (б) Динамический МЭ эффект как функция частоты переменного магнитного поля. Пунктирной кривой изображен расчётный график МЭ коэффициента, полученный по динамической модели (глава 2).

Максимальное значение МЭ коэффициента составило $|\alpha_{E31}|$ = 1.9 В·(см·Э)$^{-1}$ на частоте 110 Гц при постоянном магнитном поле 5 Э. В тоже время теоретическое значение, полученное на основе расчётов в рамках динамической модели (глава 2), составило $|\alpha_{E31}|$ = 5.4 В·(см·Э)$^{-1}$. Разницу

между расчетным и экспериментальным значением можно объяснить несовершенной механической связью между магнитострикционной и пьезоэлектрической фазой из-за механических и электрических потерь в слое эпоксидного клея, а также несовершенной междоменной областью в бидоменном кристалле. Также показано, что МЭ образец демонстрирует безгистерезисное поведение, которое характерно для используемых материалов.

Динамический МЭ коэффициент был измерен как функция частоты модулирующего магнитного поля (рисунок 4.12 (б)). Одновременно к образцу прикладывали оптимальное постоянного магнитное поле 5 Э. На частоте антирезонанса (6.8 кГц) структура показала огромный МЭ коэффициент, равный 1704 В·(см·Э)$^{-1}$. Рассчитанный по динамической модели МЭ коэффициент на антирезонансной частоте равен 1707 В·(см·Э)$^{-1}$.

Для того, чтобы показать величину чувствительности к переменному магнитному полю, были проведены измерения эквивалентного шума (e_n) МЭ образца и детектирующей системы. Данные измерения проводились при помощи той же установки, что описана в главе 3, но с дополнительным экраном, защищающим от внешних электромагнитных и акустических шумов. Кроме того, с целью показать эквивалентный шум детектирующей системы была использована ёмкость величиной 100 пФ, которая помещалась в держатель вместо образца. Все измерения представлены на рисунке 4.13 (а). Также был рассчитан эквивалентный шум (e_n) для МЭ сенсора при комнатной температуре [180, 181].



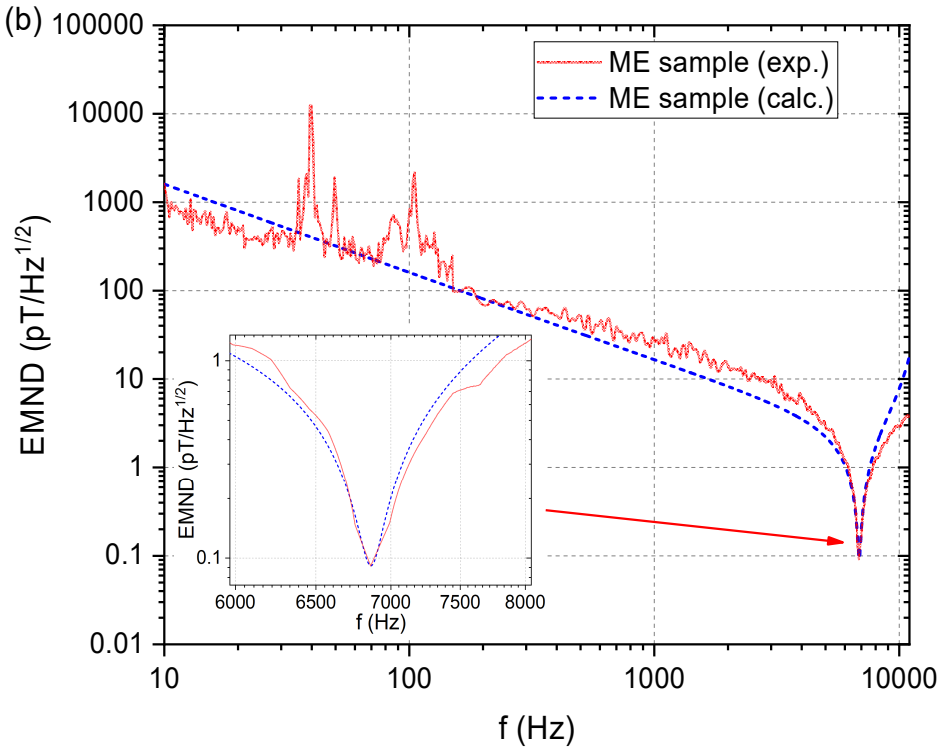


Рисунок 4.13 – (а) Спектральная плотность шума (e_n), измеренная для МЭ композитной структуры метглас / бидоменный кристалл LN *y*+140º-среза, а также ее рассчитанная величина. Представлены измерения входного шума измерительной системы при подключенном вместо образца конденсаторе ёмкостью 100 пФ. (б) Эквивалентный магнитный шум (EMND) в зависимости от частоты для МЭ композитного материала, а также его величина, рассчитанная по динамической модели.

Расчётное значение спектральной плотности шума, полученное по динамической модели на частоте резонанса структуры 6862 Гц, равно 63 нВ/Гц$^{1/2}$. Измеренная величина составила 63 нВ/Гц$^{1/2}$. Таким образом, теоретическая модель хорошо описывает спектральную плотность шума МЭ структуры и согласуется с экспериментом. С целью определения предельного значения чувствительности сенсора был рассчитан эквивалентный магнитный шум $EMND = \delta H_{min}/\sqrt{\Delta f} = e_n.\sqrt{SNR}/|\alpha_{E31}|.t_p$ при $SNR = 1$. Результаты расчёта представлены на рисунке 4.13 (б) в сравнении с теоретическим значением. Эквивалентный магнитный шум на частоте резонанса составил 92 фТл/Гц$^{1/2}$. Теоретическое значение $EMND = 90$ фТл/Гц$^{1/2}$.

Следующим шагом было измерение чувствительности к магнитному полю МЭ сенсора на резонансной частоте как функции амплитуды модулирующего магнитного поля. Результаты измерения представлены на рисунке 4.14.

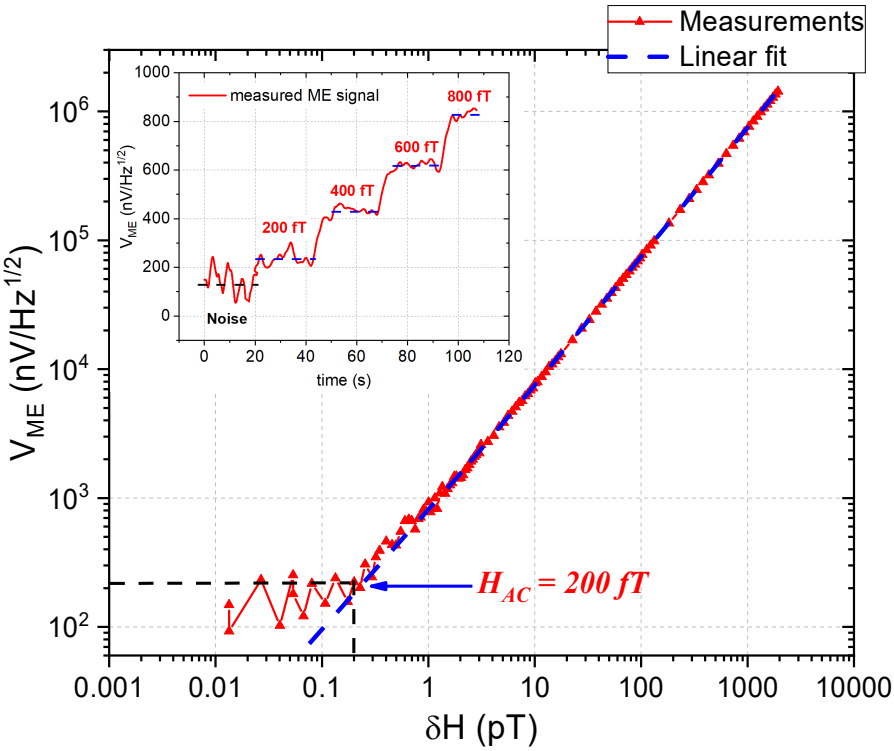


Рисунок 4.14 – Предел обнаружения магнитного поля и линейная характеристика выходного напряжения датчика в зависимости от амплитуды переменного магнитного поля δH в диапазоне от 0,015 пТ до 2000 пТ при резонансной частоте 6862 Гц с приложенным оптимальным постоянным полем H = 5 Э. На вставке к графику приведена зависимость напряжения на сенсоре от времени при последовательном изменении амплитуды модулирующего поля со ступенькой в 200 фТл.

Данные измерения были проведены без дополнительного экранирования внешних шумов. Амплитуда модулирующего магнитного поля в эксперименте варьировалась от 15 фТл до 2 нТл. Для создания малого магнитного поля на катушки подавался ток порядка 10 пА. Предельное детектируемое переменное магнитное поле составило δH = 200 фТл. С повышением амплитуды модулирующего поля отклик сенсора возрастает линейно с наклоном ≈74 В/Э.

Выводы к разделу

В работе было показана реализация возможного преимущества – анизотропии кристаллов LN в применение к МЭ сенсорам магнитного поля. Были проведены МЭ измерения структуры на основе бидоменного кристалла LN y+140º-среза / метгласа. Также были измерены эквивалентное значение шума и предельная чувствительность к магнитному полю МЭ сенсора. Эквивалентный магнитный шум на частоте резонанса составил 92 фТл/Гц$^{1/2}$, что является рекордом для частот менее 25 кГц [136, 164, 182]. Предел обнаружения магнитного поля без дополнительного экранирования составил $\delta H =$ 200 фТл на частоте резонанса 6.86 кГц. Кроме того, мы наблюдали хорошее соответствие между экспериментальными данными и результатами, рассчитанными при помощи динамической модели. Таким образом, данный МЭ композитный материал может найти применение в бессвинцовых чувствительных сенсорах низкочастотных магнитных полей, работающих при комнатной температуре, например, для биомедицинских применений.

4.3 Измерение низкочастотных магнитных полей при помощи МЭ композитных материалов на основе бидоменных кристаллов $LiNbO_3$ y+128º-срез / метгласа.

В последние годы новые исследования в области МЭ композитных материалов открыли путь для создания недорогих коммерческих сверхчувствительных магнитных датчиков, работающих при комнатной температуре [3, 4, 10, 14, 15, 17, 30, 183–185]. Наиболее вероятное практическое применение МЭ композиты могут найти в области биомедицины для измерения магнитных полей, создаваемых электрической активностью сердца и мозга человека. Первые шаги в этом направлении представлены в работах [10, 11, 118, 186, 187]. Чтобы успешно использовать МЭ сенсоры в магнитоэнцефалографии и магнитокардиографии, их чувствительность должна достигать значений от 50 пТ/Гц$^{1/2}$ до 10 фТ/Гц$^{1/2}$ в диапазоне рабочих частот 1 Гц до 1 кГц [11, 13, 187–189].

Как было показано, композитные МЭ материалы на основе бидоменных кристаллов LN могут детектировать сверхслабые магнитные поля. С целью уменьшения рабочей частоты и увеличения чувствительности МЭ структур на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-срез / метглас было предложено исследовать прямоугольные структуры длиной 30, 40 и 45 мм, шириной 5 мм и толщиной 0.5 мм. Измерения проводились для двух режимов закрепления: (1) консольное и (2) свободно колеблющаяся структура (рисунок 2.7 (в)-(г)). Также для уменьшения резонансной частоты структур были проведены измерения с разными массами (m = 0.1, 0.6 и 1.2 г), закрепленными на конце МЭ пластины длиной 45 мм. Теоретические расчёты импеданса, МЭ эффекта, эквивалентного шума и чувствительности к магнитному полю для данных структур представлены на рисунке 2.7.

МЭ структуры были подготовлены по методике, описанной в главах 4.1 и 4.2.

Измеренные спектры импеданса МЭ композитов с разным типом закрепления структур и с разной длиной образцов представлены на рисунке 4.15. На данных спектрах можно наблюдать серию резонансных и антирезонансных пиков, связанных с низкочастотными изгибными электромеханическими модами, которые хорошо соответствуют теоретическому расчёту по динамической модели, представленному на рисунке 2.7. Из этих спектров могут быть извлечены различные параметры, такие как низкочастотная емкость (C), тангенс угла диэлектрических потерь tan(δ), полученные на частоте 100 Гц, резонансные частоты f_r и f_a, а также коэффициент электромеханический связи k_{eff} и механическая добротность Q. Все параметры приведены в таблице 4.4.

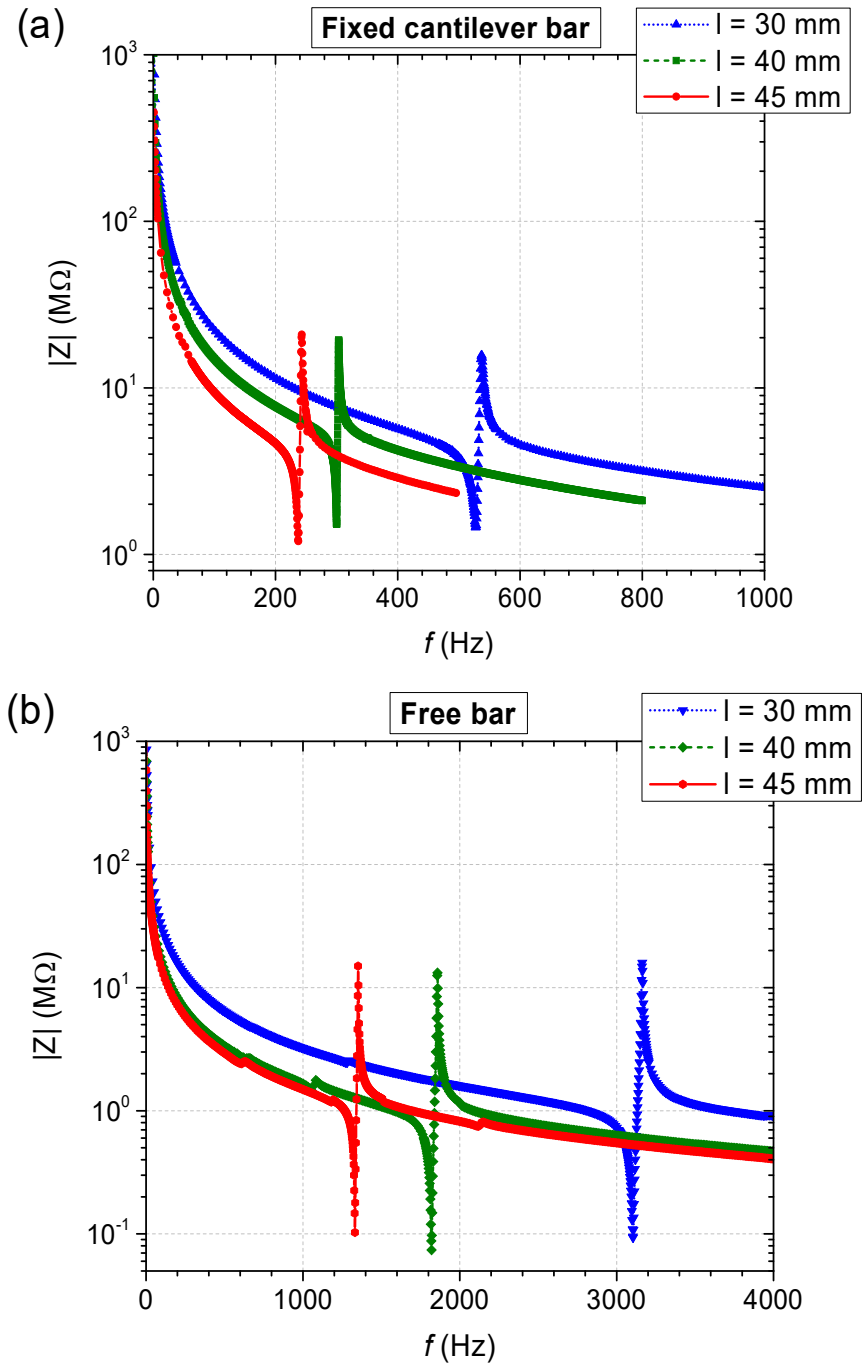


Рисунок 4.15 – Зависимость импеданса МЭ образцов (длиной l = 30, 40 and 45 мм) от частоты электрического сигнала для двух случаев закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры.

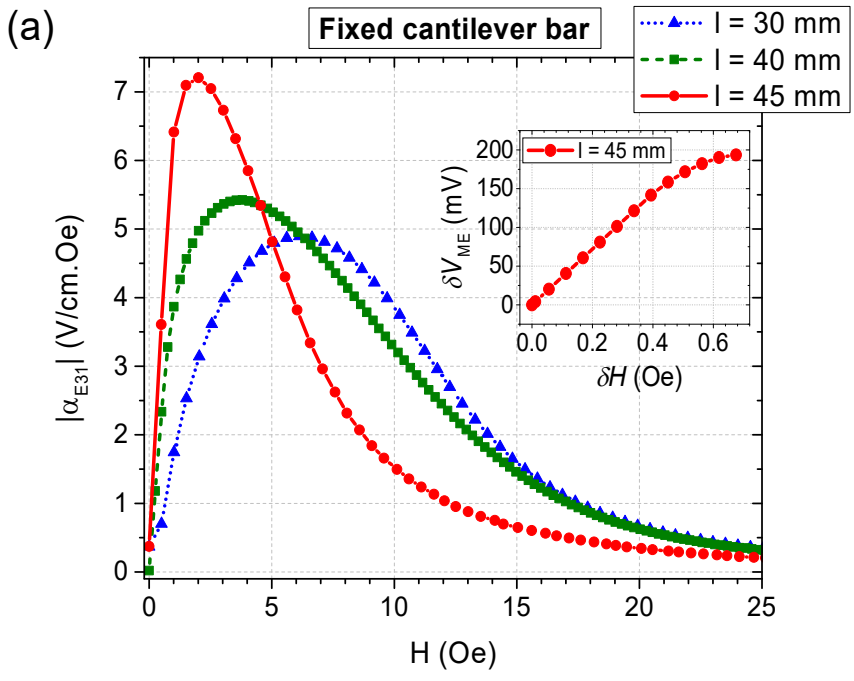
Значение ёмкости образцов было порядка 100 пФ и увеличивалось с длиной структуры, как это предсказывает формула плоского конденсатора $C = \varepsilon_{33}^{T} wl/t_p$. Диэлектрические потери показали довольно низкое значение $\tan(\delta)$ ~ 2%. Эффективный коэффициент электромеханической связи был порядка k_{eff} ~ 0.2 во всех образцах, что практически в полтора раза меньше, чем расчётное значение 0.33, что может указывать на меньшее значение пьезоэлектрического коэффициента в образцах, чем табличное значение. Механическая добротность структур длиной 40 и 45 мм составила Q = 300. Однако образец длиной 30 мм показал значение практически в два раза ниже,

что может говорить о плохой механической связи, которую обеспечивает слой эпоксидного клея, а также о локальном расширении междоменной области, которое не было обнаружено при первоначальном тестировании образцов. Коэффициент механической добротности уменьшается при консольном режиме закрепления образцов, что может указывать на неидеальные условия зажима одного из концов образца в держателе.

Таблица 4.4 – Основные характеристики образцов, полученные при измерении импеданса, МЭ эффекта и шума для двух типов закрепления: (1) консольное и (2) свободно колеблющаяся структура.

Образец	l = 45мм		l = 40 мм		l = 30 мм	
	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
C, пФ	129		106		71	
$\tan(\delta)$, %	2.6		2.0		1.9	
f_r, Гц	237.5	1307	322.0	1822	518.0	3108
f_a, Гц	243.6	1335	328.3	1860	527.0	3166
k_{eff}	0.222	0.204	0.195	0.201	0.184	0.191
Q	253	280	295	305	129	146
$\lvert Z(f_a)\rvert$, МОм	20.9	14.9	19.4	13.2	15.7	15.9
$\lvert\alpha_{E31}(10\ \text{Hz})\rvert$, В·(см·Э)$^{-1}$	7.2	5.0	5.4	4.1	4.9	4.0
$\lvert\alpha_{E31}(f_a)\rvert$, В·(см·Э)$^{-1}$	440	478	395	443	147	179
EMND(10 Hz), пТл/Гц$^{1/2}$	126	181	168	221	185	227
EMND(f_a), пТл/Гц$^{1/2}$	37	1.2	32.0	0.8	23	0.4

На рисунке 4.16 представлены результаты измерений МЭ коэффициентов как функции постоянного магнитного поля при частоте модулирующего магнитного поля f = 10 Гц и амплитуде δH = 0.5 Э.



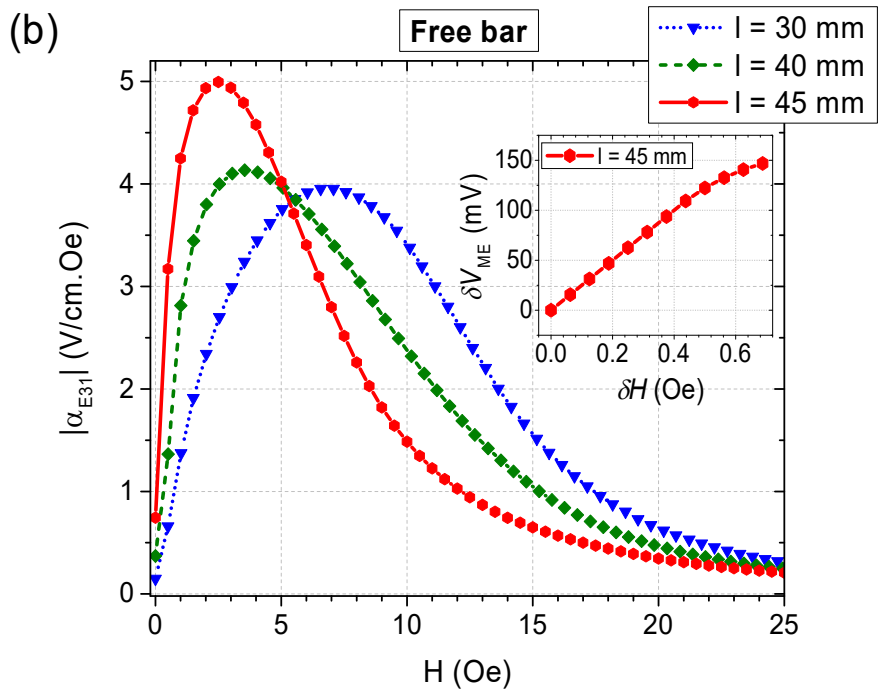


Рисунок 4.16 – МЭ коэффициент ($|\alpha_{E31}|$), измеренный как функция постоянного магнитного поля H (при f = 10 Гц и δH = 0.5 Э) в структурах на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-срез / метглас (с длинами l = 30, 40 и 45 мм) в двух режимах закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры. Во вставках к рисункам представлены измерения амплитуды напряжения (δV_{ME}) как функции модулирующего переменного магнитного поля (δH) для структуры длиной 45 мм (при f = 10 Гц и H = 2 Э).

Видно, что максимальный МЭ коэффициент составляет α_{E31} = 7.2 В/(см·Э) для образца длиной 45 мм с консольным методом закрепления при величине постоянного магнитного поля 2 Э. Прослеживается общая тенденция к увеличению МЭ коэффициента с увеличением длины образцов и уменьшении постоянного поля, при котором наблюдается максимальное значение МЭ эффекта. Данное поведение можно объяснить увеличением объема магнитострикционного материала, увеличением соотношения сторон, что приводит к снижению размагничивания [129, 130, 190, 191], а также к эффекту сдвигового запаздывания [161, 192], в результате чего происходит увеличение эффективного значения пьезомагнитного коэффициента. Также были проведены измерения выходного напряжения ($\delta V_{\text{МЭ}}$) как функции амплитуды модуляции магнитного поля (δH) для образца длиной 45 мм при оптимальном постоянном магнитном поле H = 2 Э (вставка к рисунку 4.16). Отсюда видно, что МЭ образец показывает очень линейный отклик при приложении переменного магнитного поля на частоте f = 10 Гц, по крайней мере, до δH = 0.5 Э. Нелинейность возникает из-за проявления нелинейного эффекта магнитострикции метгласа.

Динамический МЭ коэффициент как функция частоты переменного магнитного поля был измерен для каждого из случаев закрепления структур при амплитуде модулирующего магнитного поля δH = 0.05 Э и оптимальном постоянном магнитном поле H. Измерения представлены на рисунке 4.17.

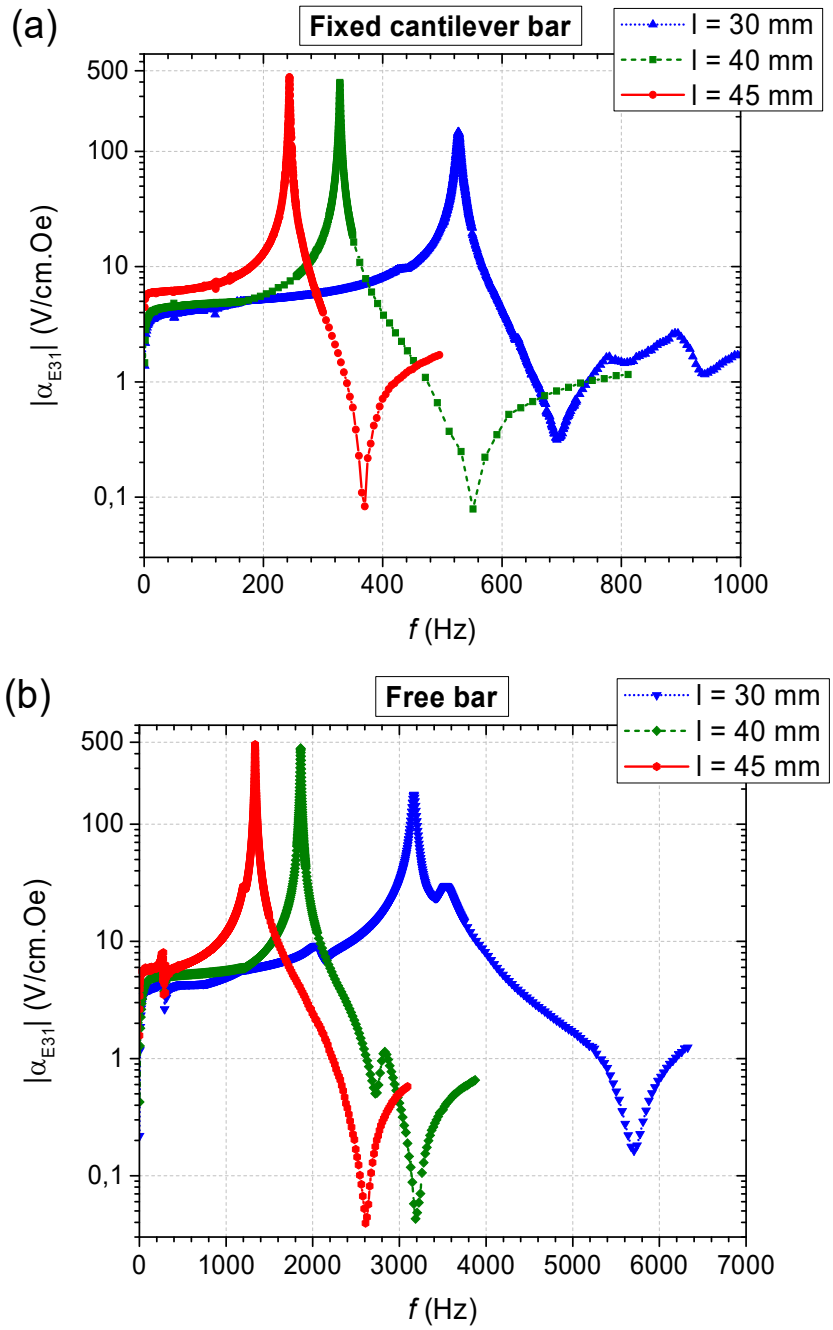
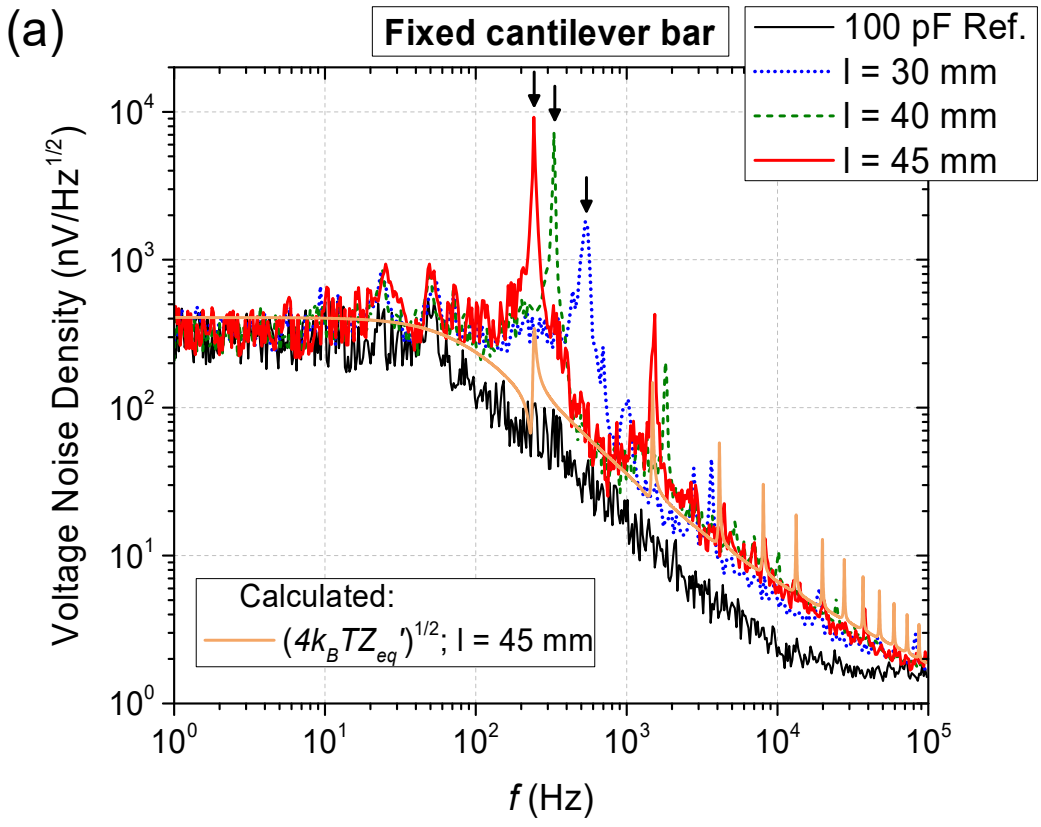


Рисунок 4.17 – Динамический МЭ коэффициент ($|\alpha_{E31}|$) в зависимости от частоты модуляции магнитного поля (при оптимальном магнитном поле H = 6.5, 3.5 или 2 Э, соответствующем каждой длине структуры) для МЭ материалов на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-срез / метглас в двух режимах закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры.

МЭ коэффициент демонстрирует высокие значения амплитуды сигнала на частоте антирезонанса структур. Возрастание МЭ коэффициенета связано с высокой механической добротностью Q на частоте антирезонанса структур. Данные частоты соответствуют изгибным модам структур, полученным при измерении импеданса, когда деформация изгиба максимальна, а

ток, протекающий через структуру, стремится к нулю. МЭ коэффициент увеличивается с длиной структуры и соответствует значениям 147, 395, и 440 В/(см·Э) при консольном режиме работы, и такая же зависимость имеет место для режима свободно колеблющейся структуры: 179, 443 and 478 В/(см·Э), соответственно. Однако данные значения примерно в два раза меньше полученных при расчёте по динамической модели (рисунок 2.7). Это отклонение можно объяснить механическими и диэлектрическими потерями в соединяющем эпоксидном слое [129, 130, 193], малыми эффективными значениями пьезоэлектрического коэффициента, нелинейной зависимостью эффективного пьезомагнитного коэффициента от приложенного магнитного поля и механическим напряжением [160]. МЭ эффект также уменьшается на частотах ниже 10 Гц из-за конченного сопротивления входной цепи и композитного материала.

Спектральная плотность шума детектирующей цепи и МЭ образцов была измерена без приложения какого-либо переменного магнитного поля и с дополнительным экраном, защищающим от внешних электромагнитных и акустических шумов. Результаты представлены на рисунке 4.18.



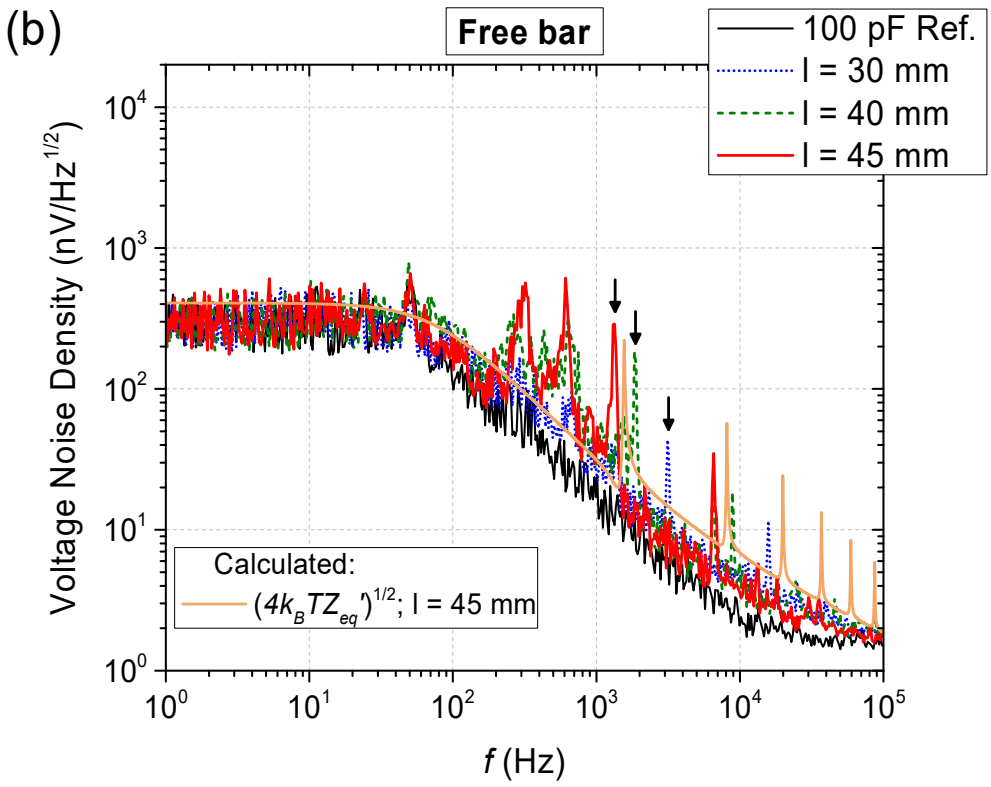
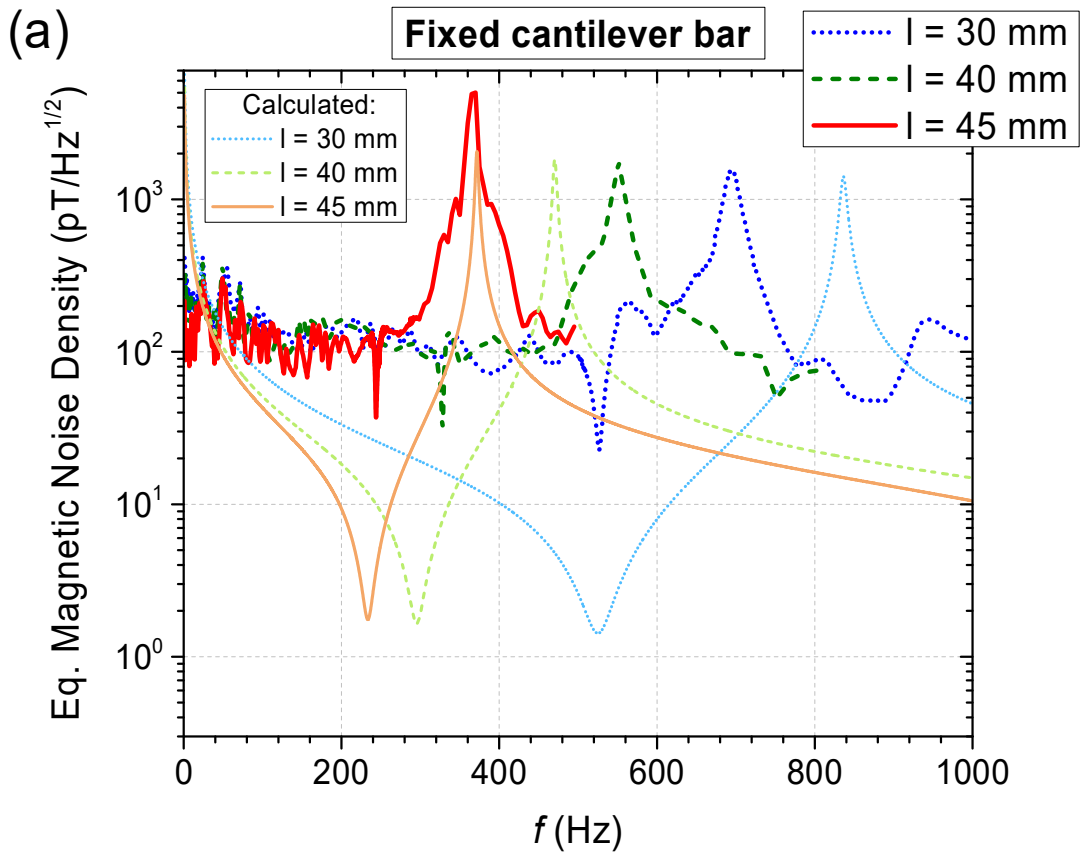


Рисунок 4.18 – Спектральная плотность шума МЭ образцов на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-срез / метглас (длиной l = 30, 40 и 45 мм) для двух режимов закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры. Черные стрелки указывают на основные изгибные электромеханические резонансные моды структур. Также приведены результаты измерения входного шума напряжения синхронного детектора с подключенным конденсатором ёмкостью 100 пФ вместо МЭ образца. Для МЭ сенсора длиной 45 мм показан расчёт теплового шума Найквиста ($\sqrt{4k_BTZ'_{eq}}$) по динамической модели.

Также были проведены измерения шума конденсатора ёмкостью 100 пФ (рисунок 4.18). На частотах между 1 Гц и 100 Гц шум слабо меняется с частотой и имеет постоянное значение 340 нВ/Гц$^{1/2}$, что соответсвует тепловому шуму $\sqrt{4k_BTZ'_{eq}}$, где $Z_{eq} = 100$ пФ$||2Z_a$ (Z_a = 10 МОм||40 пФ – это значение входного импеданса синхронного детектора). На частотах между 100 Гц и 10 кГц доминирует 1/f-шум. Эта зависимость сохраняется до 10 кГц, после чего переходит в постоянный уровень шума 1.6 нВ/Гц$^{1/2}$, что связано с шумом входного напряжения e_n синхронного детектора. Вклады входного токового шума синхронного детектора ($|Z_{eq}|i_n$) и внешних источников шума по напряжению ($|Z_{eq}/Z|e_{ext}$) в общий шум, по уравнению (2.16), не видны во всём частотном диапазоне измерения шума конденсатора. Плотность шума МЭ образцов имеет аналогичные значения в зависимости от частоты, что и шум конденсатора кроме резонансных чатсот соответсвующих изгибному резонансу структур. Это доказывает, что вне резонанса шум магнитных датчиков в основном определяется входным шумом схемы детектирования. Также на рисунке 4.18 приведен расчёт теплового шума ($\sqrt{4k_BTZ'_{eq}}$) для МЭ сенсора длиной 45 мм по динамической модели, представленной в главе 2. Данные вычисления показывают, что доминирующий шум МЭ

структуры вне резонанса практически равен тепловому шуму. Шум на резонансных частотах изгибных мод МЭ структуры на частотах выше 1 кГц также обусловлен тепловым шумом. С другой стороны, на частоте основного изгибного резонанса (243 Гц) шум МЭ образца превышает расчётное значение более чем на порядок величины. Это можно объяснить тем, что на данной частоте уровень шума определяется компонентой внешнего источника шума $|Z_{eq}/Z|e_{ext}$. Данный внешний шум возникает из-за акустических вибраций внешней среды. МЭ сенсоры очень восприимчивы к низкочастотным вибрациям из-за пьезоэлектрической природы одной из фаз. В режиме свободно колеблющейся структуры МЭ сенсор также подвержен паразитному внешнему шуму в диапазоне частот от 100 Гц до 1 кГц. Однако на более высоких частотах шум сенсора соответствует тепловому шуму, рассчитанному по динамической модели. В заключение, плотность шума, измеренная на частоте резонанса МЭ образцов с возрастанием длины структуры, составила 1810, 7240 и 9200 нВ/Гц$^{1/2}$ для консольного закрепления и 44, 184 и 289 нВ/Гц$^{1/2}$ в режиме свободно колеблющейся структуры.

Наиболее важной характеристикой МЭ магнитного датчика является эквивалентная плотность магнитного шума, которая количественно определяет его нижний предел чувствительности. Это значение может быть вычислено из плотности шума выходного напряжения (v_n) и МЭ коэффициента (α_{E31}) как $EMND = v_n/|\delta V_{ME}/\delta H|$, где $\delta V_{ME}/\delta H = |Z_{eq}/Z|(\alpha_{E31}.t_p)$. Частотная зависимость эквивалентной плотности магнитного шума МЭ композитных материалов представлена на рисунке 4.19.



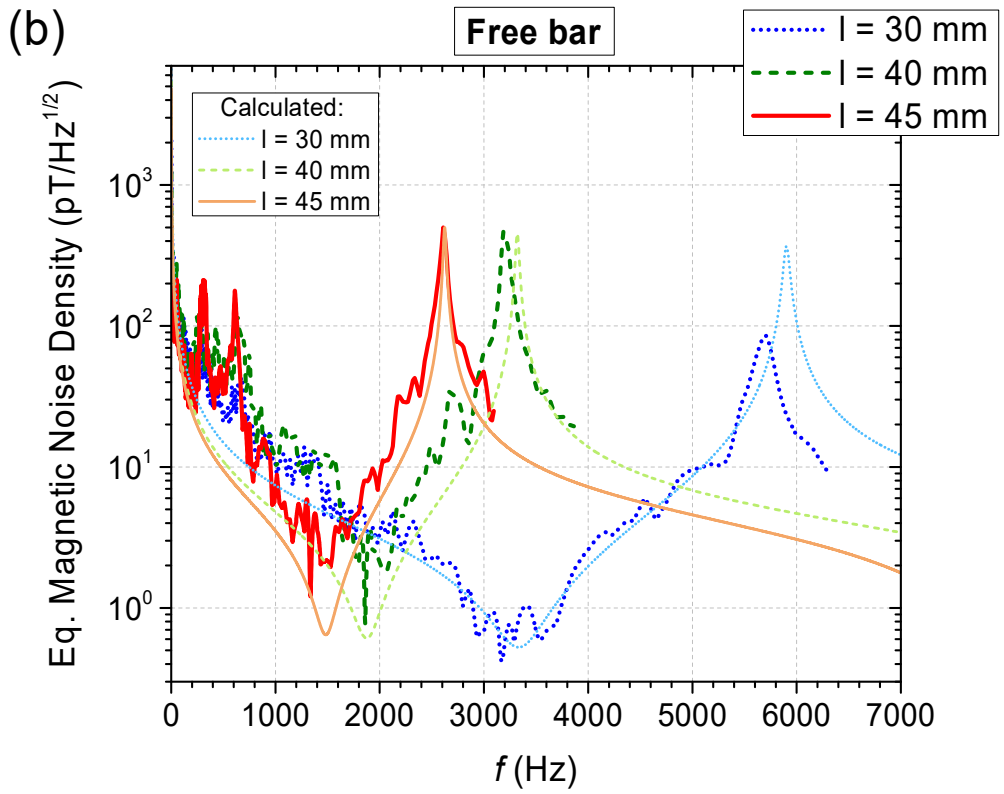
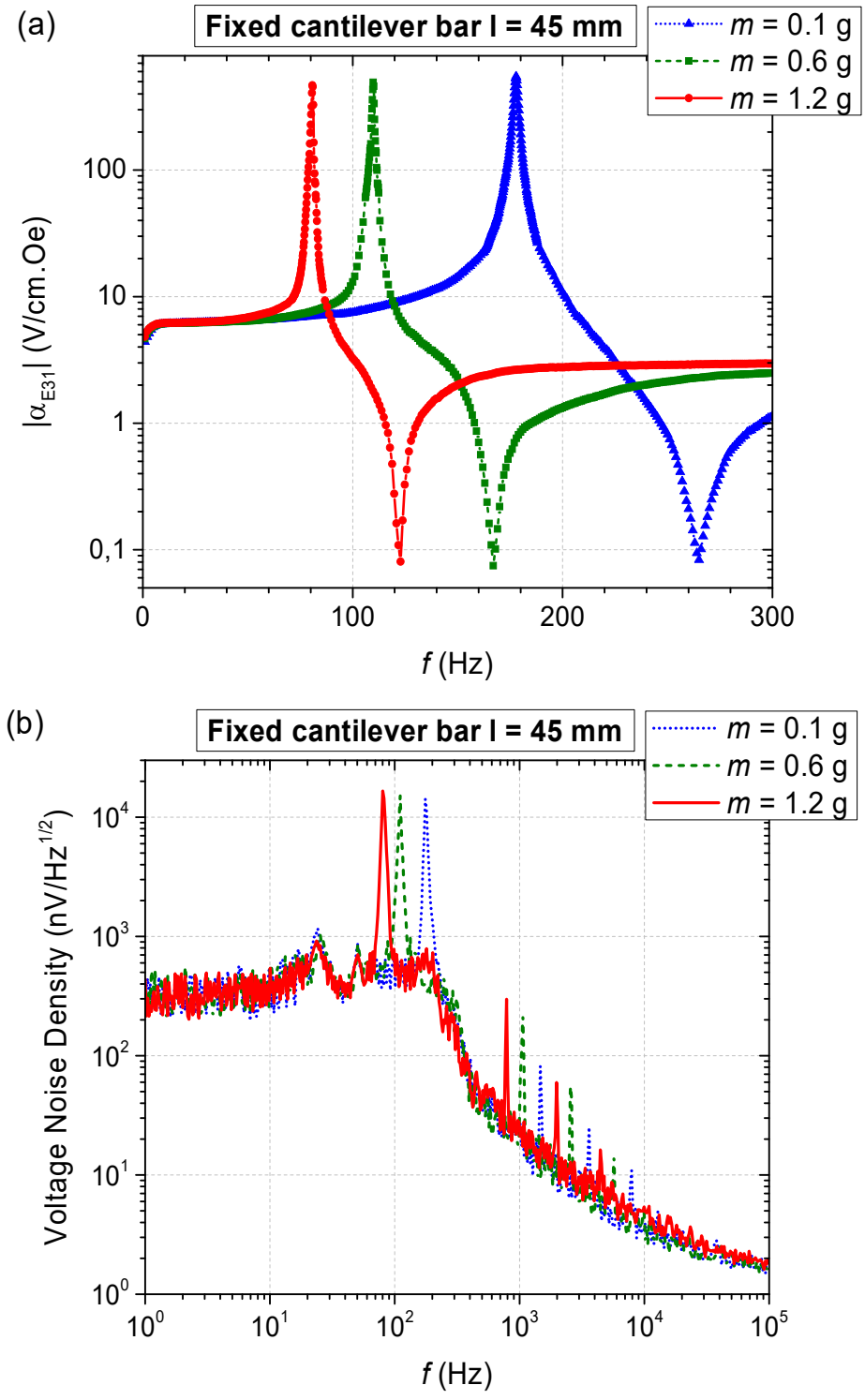


Рисунок 4.19 – Эквивалентная плотность магнитного шума МЭ композитных материалов (длиной l = 30, 40 и 45 мм) для двух режимов закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры. На рисунках также представлены вычисления эквивалентной плотности магнитного шума для МЭ структур по динамической модели, в которой учитывался только тепловой шум образцов и входной шум синхронного детектора.

Для сравнения результатов измерения с теоретическим расчётом на рисунке 4.19 были приведены результаты расчета *EMND* для МЭ образцов и системы детектирования сигнала с использованием динамической модели с учетом только теплового шума Найквиста. Как и в случае шума напряжения, магнитный шум на частотах ниже 100 Гц демонстрирует почти постоянное значение порядка 180 пТ/Гц$^{1/2}$. Как и предсказывалось в главе 2, мы наблюдаем наличие относительно широких минимумов вокруг резонансных частот. Кроме того, значение данных минимумов увеличивается пропорционально корню из длины МЭ образцов. Результаты расчетов хорошо описывают экспериментальные кривые в случае режима свободно колеблющейся структуры с высокочастотными резонансными модами, где собственный тепловой шум является доминирующим на фоне остального шума. В режиме свободно колеблющейся структуры МЭ образец длиной 45 мм демонстрирует значение эквивалентного магнитного шума всего 1.2 пТ/Гц$^{1/2}$ на резонансной частоте 1335 Гц. Для консольного режима закрепления образцов предел чувствительности МЭ образцов на порядок выше расчётного из-за дополнительного акустического и низкочастотного шума, вносимого окружающей средой. Тем не менее, для МЭ образца длиной 45 мм измеренный магнитный шум по-прежнему достаточно низкий, 37 пТ/Гц$^{1/2}$ на резонансной частоте 243 Гц. Наиболее важные результаты для МЭ композитных материлов, полученные при

данных измерениях, приведены в таблице 4.4.

С целью уменьшения резонансной частоты и увеличения чувствительности на частотах ниже 100 Гц были проведены измерения в режиме консольного закрепления образца для МЭ структуры длиной 45 мм с добавлением на свободный конец образца малой массы из немагнитного материала. На рисунке 4.2 представлены измерения МЭ эффекта и эквивалентного шума с добавлением масс m = 0.1, 0.6, 1.2 г.



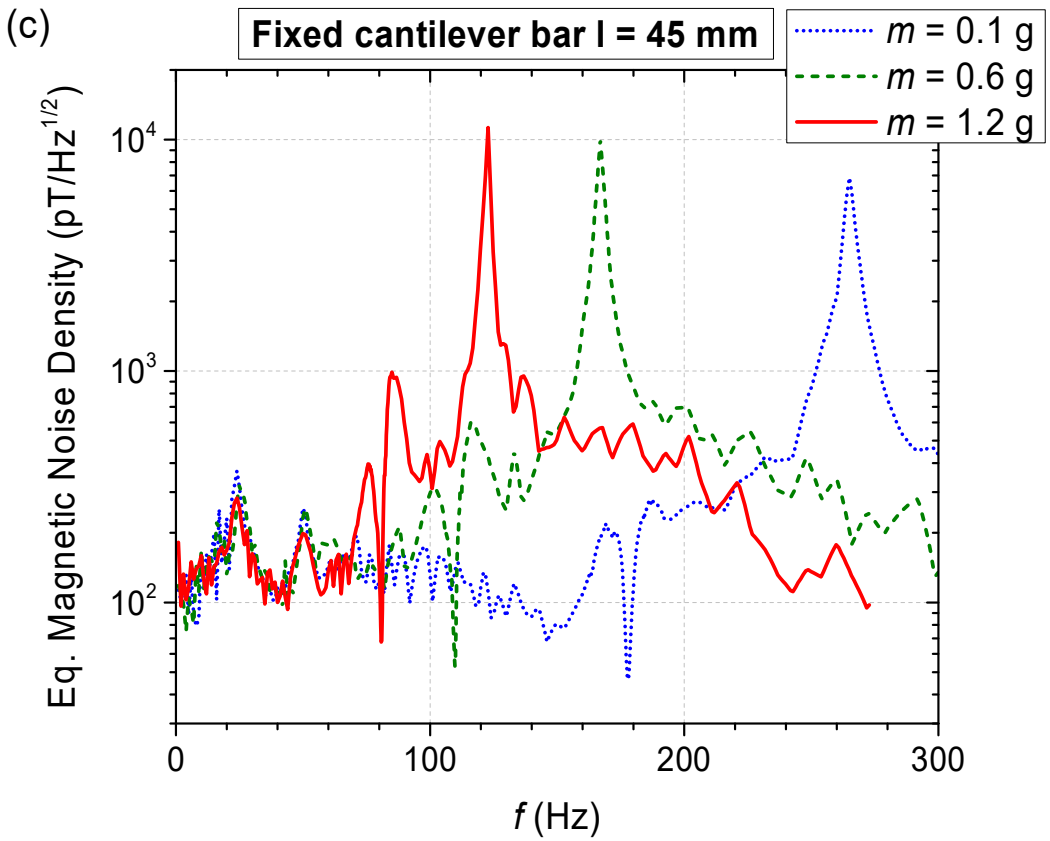


Рисунок 4.20 – (а) Динамический МЭ коэффициент (при H = 2 Э и δH = 0.05 Э), (б) спектральная плотность шума напряжения, и (в) спектральная плотность магнитного шума в зависимости от частоты, измеренные для МЭ композитного материала на основе бидоменного кристалла LN y+128º-срез / метглас длиной 45 мм и с массой на свободном конце m = 0.1, 0.6 и 1.2 г.

Видно, что частота изгибного резонанса консольно закрепленного образца уменьшается от 243.6 Гц (без массы на свободном конце) до 177.8, 109.8 и 80.8 Гц. МЭ коэффициент увеличивается до 550 В/(см·Э) при массе 0.1 г, после чего видно небольшое уменьшение МЭ эффекта до значений 493 В/(см·Э) и 468.5 В/(см·Э) при массах 0.8 г и 1.2 г, соответственно. Как и в предыдущих измерениях, шум напряжения имеет максимум на антирезонансных частотах, что связано с внешними источниками шума и тепловым шумом образца (рисунок 4.20 (б)). Эти максимумы также увеличиваются при уменьшении частоты резонанса. В свою очередь, эквивалентная плотность магнитного шума (рисунок 4.20 (в)) сначала немного уменьшается с частотой до достижения резкого минимума при резонансе, а затем быстро увеличивается. Минимальные значения эквивалентной плотности магнитного шума с увеличением массы (уменьшением резонансной частоты) равны 46, 53 и 68 пТ/Гц$^{1/2}$. Таким образом, используя консольное закрепление МЭ композитного материала на основе бидоменного кристалла LN y+128º-срез / метглас длиной 45 мм и массой на свободном конце m = 1.2 г, удалось снизить его основную резонансную частоту изгибной моды до 81 Гц, а результирующая эквивалентная плотность магнитного шума составила 68 пТ/Гц$^{1/2}$. Однако это значение всего в два раза меньше, чем чувствительность, полученная на частоте 10 Гц - около 120 пТ/Гц$^{1/2}$. С практической точки зрения ширина полосы минимума шума

также очень мала. Следовательно, чтобы в полной мере использовать повышение чувствительности на резонансной частоте в условиях низкочастотного резонанса, необходимо уменьшить уровень шума, создаваемого внешними источниками и схемой детектирования сигнала, до уровня собственного шума. При данном шуме можно достичь чувствительности меньше 2 пТ/Гц$^{1/2}$ (расчёты представлены в главе 2).

Выводы к разделу

Были проведены измерения чувствительности к переменному низкочастотному магнитному полю МЭ структур на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза / метгласа (длиной l = 30, 40 и 45 мм) для двух режимов закрепления: консольное закрепление и свободно колеблющаяся структура. Максимальное значение МЭ коэффициента составило 550 В/(см·Э). Данная величина была получена в условиях резонанса на частотах порядка 100 Гц с приложенным постоянным магнитным полем 2 Э и массой на свободном конце образца m = 0.1 г. Эквивалентная плотность магнитного шума МЭ образца длиной 45 мм с массой 1.2 г составила 68 пТ/Гц$^{1/2}$ на частоте изгибного резонанса 81 Гц и 120 пТ/Гц$^{1/2}$ на частоте 10 Гц. В этом же образце без добавленной массы было показано, что магнитный шум может быть равен всего 37 пТ/Гц$^{1/2}$ при резонансной частоте 244 Гц и 1.2 пТ/Гц$^{1/2}$ при резонансной частоте 1335 Гц режиме свободно колеблющейся структуры. Таким образом, МЭ образцы на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза конкурентоспособны по сравнению с некоторыми недавно разработанными МЭ датчиками магнитных полей с минимальным магнитным шумом около 1 пТ/Гц$^{1/2}$ при резонансной частоте 1 кГц и 60 пТ/Гц$^{1/2}$ при частоте 10 Гц с использованием метода модуляции низкочастотного сигнала [10, 14]. Можно отметить, что динамическая модель предсказывает возможность снижения значения 37 пТ/Гц$^{1/2}$ по меньшей мере до 2 пТ/Гц$^{1/2}$ в случае отсутствия всех внешних источников шума, особенно связанных с внешними вибрациями. Также оптимизация отношения толщины магнитной к пьезоэлектрической фазам может уменьшить величину эквивалентного электрического шума в три раза.

Из-за низкого значения эквивалентного магнитного шума на резонансных частотах можно ожидать, что МЭ сенсоры на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза / метгласа в будущем найдут применение в биомедицинских областях, таких как магнитокардиография или магнитоэнцефалография, и заменят в определенных областях такие датчики магнитных полей как сенсоры на основе гигантского магнитосопротивления (GMR) или эффекта Холла. Преимущества предлагаемых систем включают возможность пассивной работы при комнатной температуре, высокую термическую и химическую стабильность и дешевый процесс изготовления. Однако недостатками МЭ сенсоров на этом этапе являются относительно большой размер, необходимость в магнитном поле смещения и высокая чувствительность к вибрациям. Дальнейшие разработки в этой области должны быть направлены на увеличение МЭ коэффициента, уменьшение шума в цепи детектирования, уменьшение резонансной частоты и увеличение рабочей полосы пропускания.

4.4 Высокочувствительный магнитоэлектрический сенсор магнитных полей на основе бидоменного кристалла $LiNbO_3$ y+128º-среза / метгласа в форме камертона

Наибольшая чувствительность МЭ сенсоров к магнитному полю достигается при электромеханическом резонансе структуры, но при этом условии МЭ композиты также очень чувствительны к акустическим и другим внешним шумам [181, 187] Актуальной задачей является снижение воздействия внешних источников шума, таких как вибрационные, пироэлектрические и магнитные. В реальных условиях простое экранирование МЭ датчика от всех вышеперечисленных паразитных эффектов невозможно, поэтому существует необходимость в проработке дальнейших стратегий снижения внешних шумов. Наиболее эффективно снижать шумы при помощи свойств материалов, используемых в составе композитной структуры, или их совокупных характеристик.

В работе [17] продемонстрирована способность частично компенсировать как внешние вибрационные, так и тепловые шумы, используя биморфную пьезоэлектрическую структуру, содержащую два слоя, поляризованных противоположно вдоль направления толщины в составе МЭ композитного материала. В другой работе [118] предложено использовать концепцию камертона для увеличения чувствительности МЭ сенсора. Предложенная конструкция включала в себя два одинаковых консольно-закреплённых с разных сторон держателя МЭ образца на основе ЦТС / метглас. При этом для закрепления каждого из образцов на держателе использовали цианакрилатный клей, что приводило к технологической проблеме получения как можно более одинаковых консолей. Поэтому в работе обговаривается, что в условиях резонанса авторам не удалось добиться увеличения чувствительности к магнитному полю, но имело место увеличение чувствительности вблизи резонансной частоты. Также в работе не приводится доказательства исключения вибрационного сигнала при помощи данной конструкции. В большинстве работ по подавлению акустических и других шумов в МЭ структурах используют образцы на основе свинецсодержащей ЦТС керамики. В работе [118] предложено последовательное электрическое соединение сенсоров в структуре камертона, что увеличивает тепловой шум структуры в два раза.

Нами была разработана конструкция МЭ сенсора на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза в форме камертона. В отличие от ранее предложенного МЭ камертона, данная конструкция была выполнена на одном кристалле пьезоэлектрического материала. Фотография МЭ сенсора в держателе и послойная схема представлены на рисунке 4.21.

Конструкция сенсора выполнена из композитного магнитоэлектрического материала в форме плоского камертона, нерабочая сторона которого жестко зафиксирована. Основа, из которой выполняется камертонная конструкция, вырезается из единой монокристаллической пластины LN в форме прямоугольника, который затем прорезают посередине на расстоянии, несколько меньшем длинной стороны прямоугольника, формируя таким образом два отдельных зубца камертона. Зубцы изготовленного таким образом плоского камертона имеют одинаковые длину, ширину, толщину и условия закрепления на нерабочей стороне кристалла, благодаря чему очень хорошо согласованы между собой по резонансным частотам и добротности. На каждый из зубцов наносят магнитострикционный материал (метглас 2826MB), причем на одном из зубцов слой расположен

сверху относительно плоскости монокристаллической основы, а на другом - снизу относительно плоскости монокристаллической основы. Оба магнитострикционных слоя представляют собой отдельные электроды. С обратной по отношению к магнитострикционным слоям стороны методом магнетронного распыления наносят тонкопленочные металлические электроды. Полезный сигнал снимается на нерабочей стороне плоского камертона с двух контактных площадок, которые представляют собой выводы, попарно гальванически связанные электродами. Сенсор магнитного поля закрепляется за нерабочую сторону в жестком держателе, предпочтительно изолированном от внешних механических вибраций; съем полезного сигнала осуществляют с контактных площадок посредством тонких металлических проводов или прижимных контактов.

Слои метгласа были нанесены на каждый из зубцов по технологии, описанной в главах 4.1, 4.2. Размеры сенсора и толщина каждого из слоёв были следующие: длина l = 40 мм и ширина w = 2 мм каждого из зубцов, толщина пьезоэлектрического материала t_p = 500 мкм, толщина метгласа t_m = 29 мкм, толщина Ta электродов = 100 нм, и вся длина подложки LN = 50 мм.

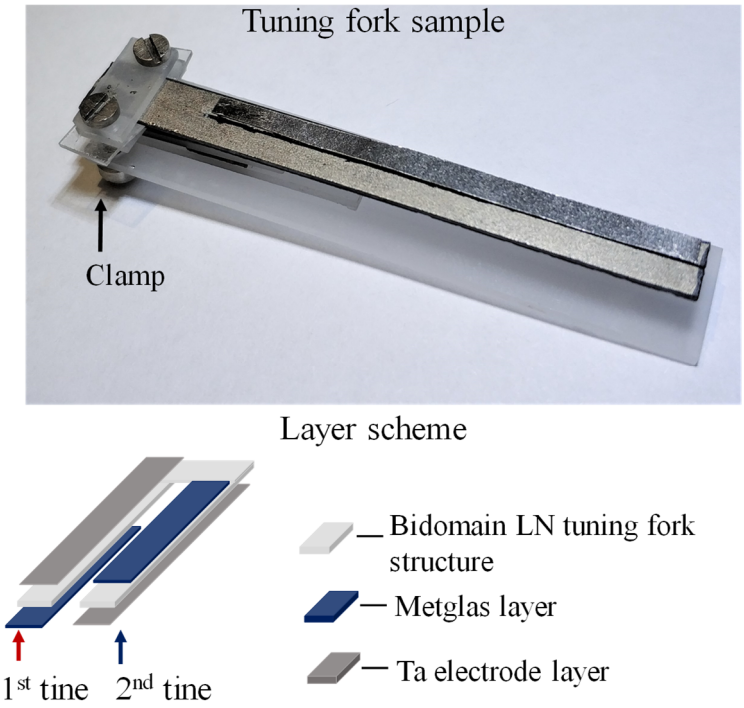


Рисунок 4.21 – Фотография МЭ камертона в держателе и послойная схема МЭ композитного материала.

Принцип работы сенсора магнитного поля можно описать следующим образом: при нахождении во внешнем магнитном поле за счет магнитострикционного эффекта происходит расширение или сжатие магнитострикционных слоев, приводящее к изгибу каждого из зубьев плоского камертона в противоположных направлениях. Изгиб приводит к деформации пьезоэлектрического материала и появлению разности потенциалов на электрических контактах структуры, причем за счет гальванического соединения электродов количество индуцированных на них зарядов складывается. В случае воздействия на сенсор внешнего вибрационного шума изгиб

зубьев плоского камертона происходит в одном и том же направлении, а наведенные на поверхности пьезоэлектрика положительные и отрицательные заряды компенсируются благодаря соединению электродов двух зубьев “накрест”. Таким образом, реализуется дифференциальная схема, в которой вибрационное воздействие приводит к возникновению на зубьях синфазного сигнала, а магнитное поле - противофазного, причем предлагаемое соединение электродов зубьев позволяет ослабить синфазный сигнал и повысить отношение сигнал-шум. Моделирование данного процесса с приложением к сенсору магнитного и вибрационного возбуждения представлено на рисунке 4.22.

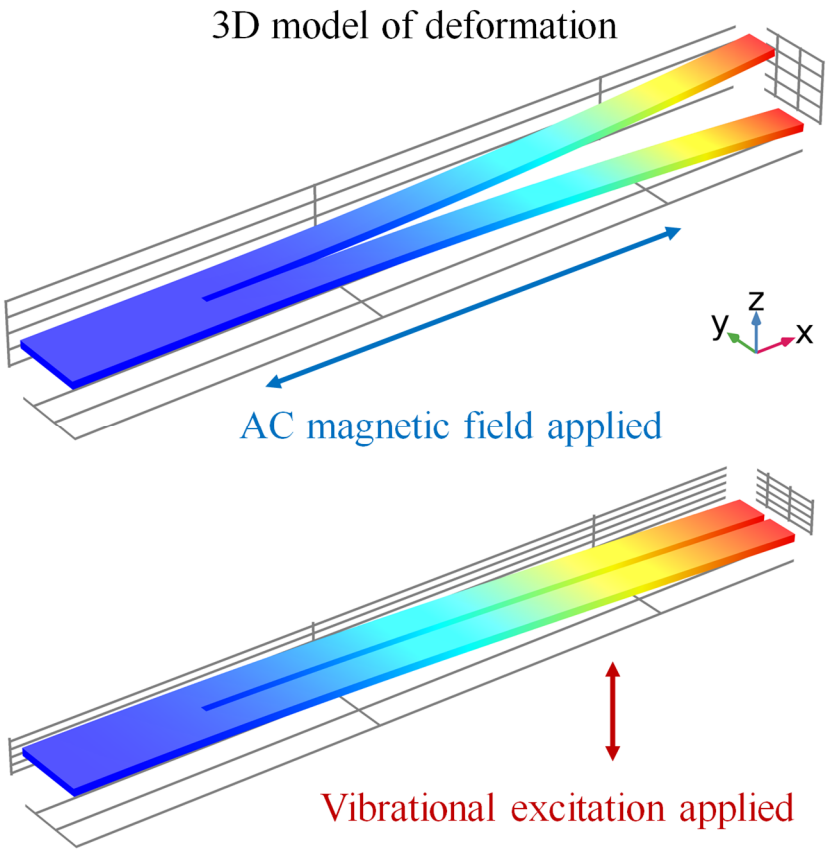


Рисунок 4.22 – Трёхмерная модель деформации МЭ камертона в случае приложения магнитного и вибрационного возбуждения к сенсору.

Также при реализации данной конструкции амплитуды выходного напряжения от структур должны быть равными (но с разной фазой) при эквивалентном и равномерном магнитном или механическом возбуждении. В данной работе было применено параллельное подключение зубцов МЭ камертона. Эквивалентная схема данного подключения и одного зубца представлены на рисунке 4.23.

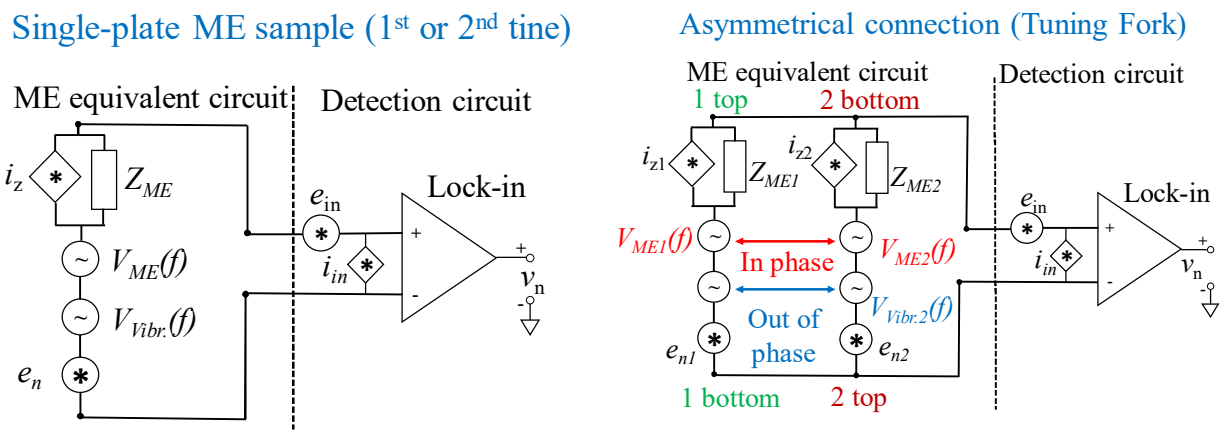
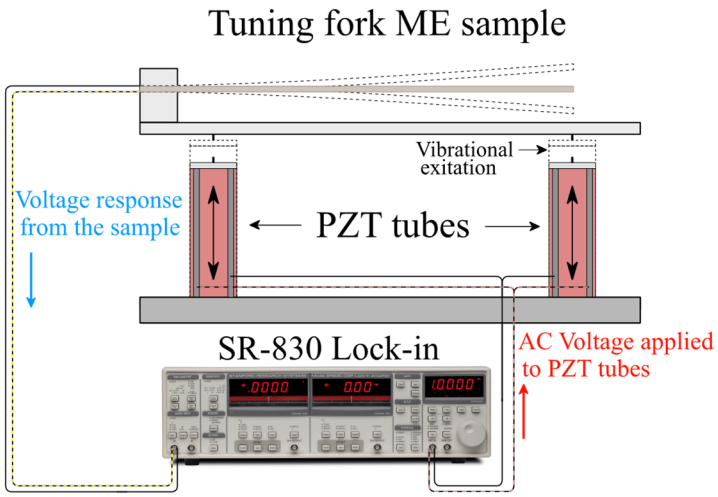


Рисунок 4.23 – Эквивалентная схема электрического включения одного зубца (а) и камертона (б) МЭ образца и детектирующей схемы в виде синхронного детектора.

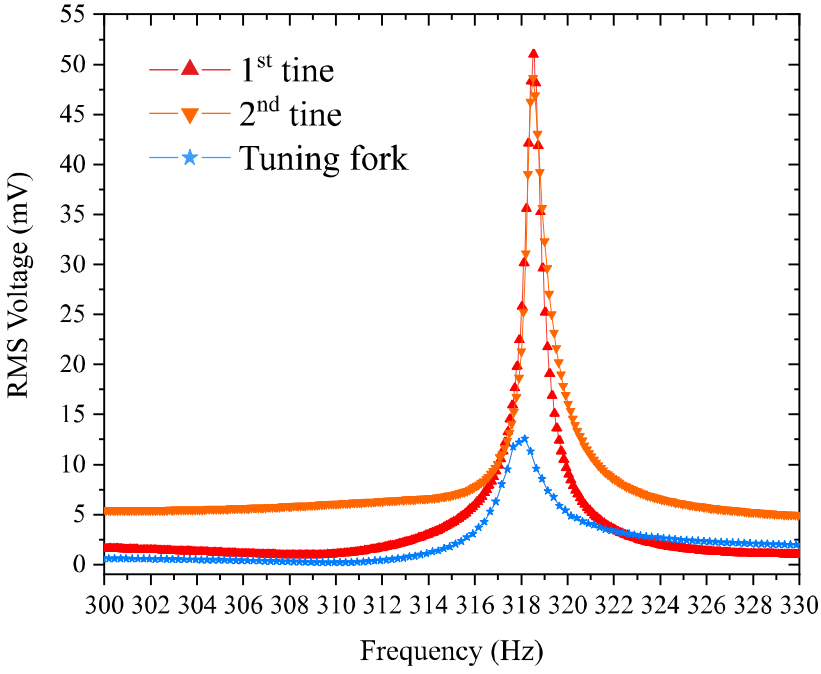
При данном подключении МЭ напряжение камертона равно напряжению на каждом из зубцов. Кроме того, полное сопротивление системы уменьшается вдвое, что приводит к снижению теплового шума в $\sqrt{2}$ раз. Параллельное соединение упрощает изготовление и уменьшает требования к предусилителю с высоким входным сопротивлением, сохраняя при этом то же отношение сигнал-шум. На рисунке 4.23 представлена эквивалентная схема электрического подключения МЭ камертона, где Z_{ME} - это импеданс МЭ образца, e_n - внешний шум напряжения, $V_{ME}(f)$ - МЭ источник сигнала, $V_{Vibr}(f)$ - вибрационный источник сигнала, e_{in} - входной шум напряжения и i_{in} - токовый шум детектирующей схемы.

Таким образом предполагается, что отношение сигнал-шум МЭ камертона возрастёт в $\sqrt{2}$ раз за счёт уменьшения импеданса и увеличится на величину уменьшения акустического паразитного сигнала.

Для проверки концепции уменьшения вибрационного сигнала были проведены измерения вибрационного отклика структуры для каждого зубца отдельно и при их параллельном включении в виде камертона. Измерительная схема и результаты представлены на рисунке 4.24.



(а)



(б)

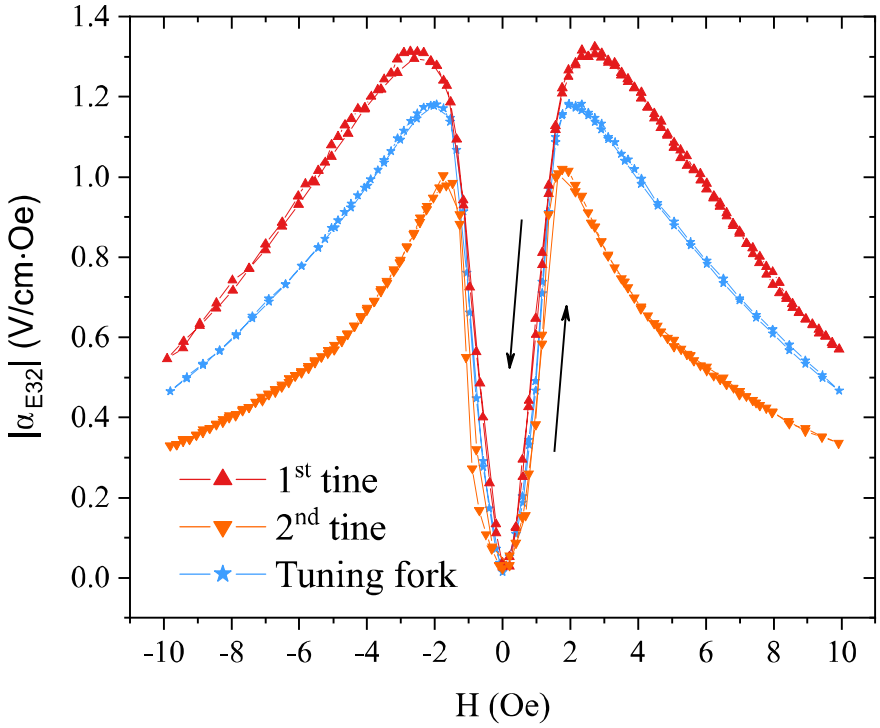
Рисунок 4.24 – (а) Стенд для измерения вибрационного отклика образцов. (б) Зависимость выходного напряжения МЭ образца от частоты вибрационного возбуждения вблизи изгибного резонанса МЭ камертона.

Вибрационные измерения проводили на самодельном вибрационном стенде, который содержит две пьезокерамические ЦТС трубки (ceramic type APC 850, APC International, Ltd., USA) длиной 40 мм, внешним диаметром 11 мм и внутренним 10 мм. ЦТС трубки размещены вертикально на массивной металлической платформе, закрепленной на пневматически стабилизированном оптическом столе (Standa Ltd, Литва). Поверх трубок ЦТС была установлена алюминиевая платформа, где были закреплены образцы. Схема экспериментального стенда показана на рисунке 4.24 (а). Для проведения вибрационных измерений на трубки ЦТС подавался сигнал синусоидального напряжения переменного тока от внутреннего генератора сигналов синхронного

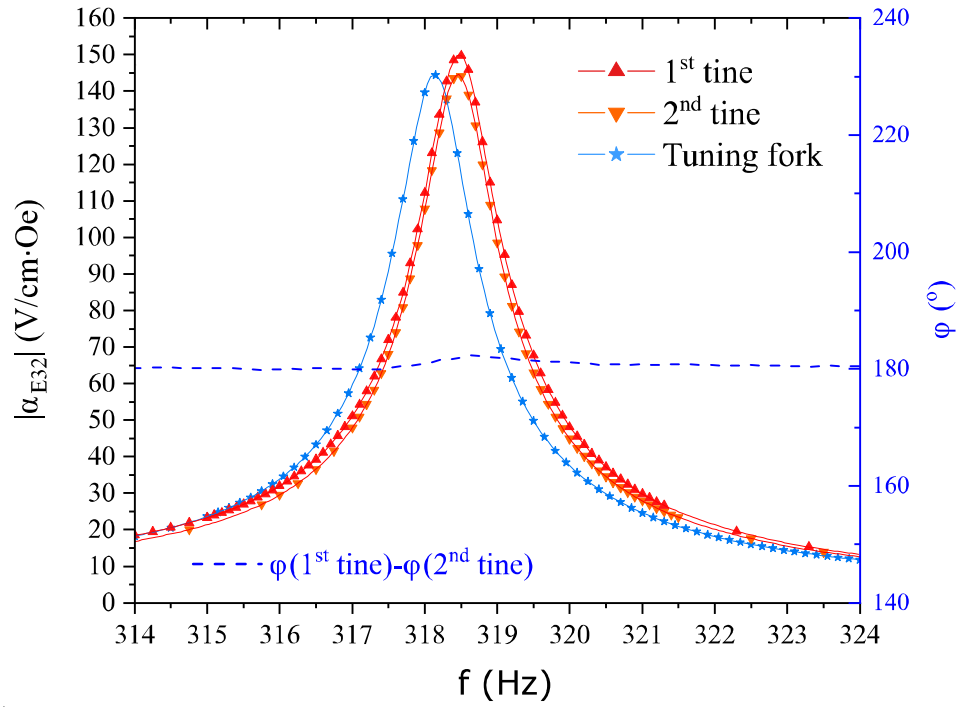
усилителя (Stanford Research SR830 DSP). Амплитуда сигнала напряжения составляла 1 В, что соответствует линейной деформации ЦТС трубок 14 нм. Вибрационные измерения выполнялись как функция частоты с шириной полосы входного фильтра нижних частот синхронного детектора $\Delta f = 1$ Гц.

При параллельном включении зубцов камертона вибрационный отклик уменьшается в 5 раз. Кроме того, правый и левый зубец демонстрируют практические одинаковую амплитуду электрического сигнала и очень близкие резонансные частоты (318.5 Гц). Резонансная частота камертона была незначительно ниже. Данная резонансная частота соответствует первой моде изгибного резонанса структуры.

Измерения прямого МЭ эффекта в квазистатическом режиме проводились при комнатной температуре и частоте модуляции магнитного поля 10 Гц и амплитуде $\delta H = 0.1$ Э. Измерения МЭ коэффициента как функции постоянного магнитного поля представлены на рисунке 4.26 (а). Также были проведены измерения МЭ коэффициента в динамическом режиме (рисунок 4.26 (б)).



(а)



(б)

Рисунок 4.26 – (а) Квазистатические измерения МЭ коэффициента как функции постоянного магнитного поля. (б) Динамический МЭ коэффициент в зависимости от частоты модулирующего магнитного поля. Правая ось ординат показывает значение разности фаз 1-го и 2-го зубцов МЭ камертона в зависимости от частоты модулирующего магнитного сигнала.

Квазистатические измерения МЭ коэффициента проводились для каждого из зубцов и камертона в отдельности. Амплитуда МЭ коэффициента для каждого из зубцов составляет 1 В/(см·Э) при оптимальном постоянном магнитном поле 1.7 Э и 1.3 В/(см·Э) при оптимальном постоянном магнитном поле 2.7 Э (рисунок 4.26 (а)). Данную разницу можно объяснить размагничивающим эффектом [129, 130, 190, 191], а также эффектом сдвигового запаздывания [161, 192] из-за небольшой разницы в длине или ширине магнитострикционного слоя. Максимальный МЭ коэффициент для камертона составил некое среднее значение $|\alpha_{E32}|$ = 1.25 В/(см·Э) при оптимальном постоянном магнитном поле 2.1 Э.

Динамические МЭ коэффициенты измерялись как функция частоты модулирующего магнитного поля с амплитудой δH = 0.01 Э при оптимальном постоянном магнитном поле. Также показана разность фаз МЭ коэффициентов между зубцами. Как видно, коэффициенты $|\alpha_{E32}|$ имеют локальные максимумы, соответствующие изгибному резонансу структур. Величина амплитуды МЭ коэффициента и резонансной частоты первого и второго зубцов практически одинаковы. Разница между каждым из зубцов и камертоном по величине амплитуды МЭ коэффициента и резонансной частоты равны 5.6 В/(см·Э) и 0.35 Гц, соответственно. Максимальное значение МЭ коэффициента для камертона $|\alpha_{E32}|$ = 144.4 В/(см·Э) при частоте резонанса 318.2 Гц. Первый и второй зубцы продемонстрировали максимальные МЭ эффекты, равные $|\alpha_{E32}|$ = 150 В/(см·Э) и $|\alpha_{E32}|$ = 144.1 В/(см·Э), соответственно, при резонансной частоте 318.5 Гц. Разность фаз между 1-м и 2-м

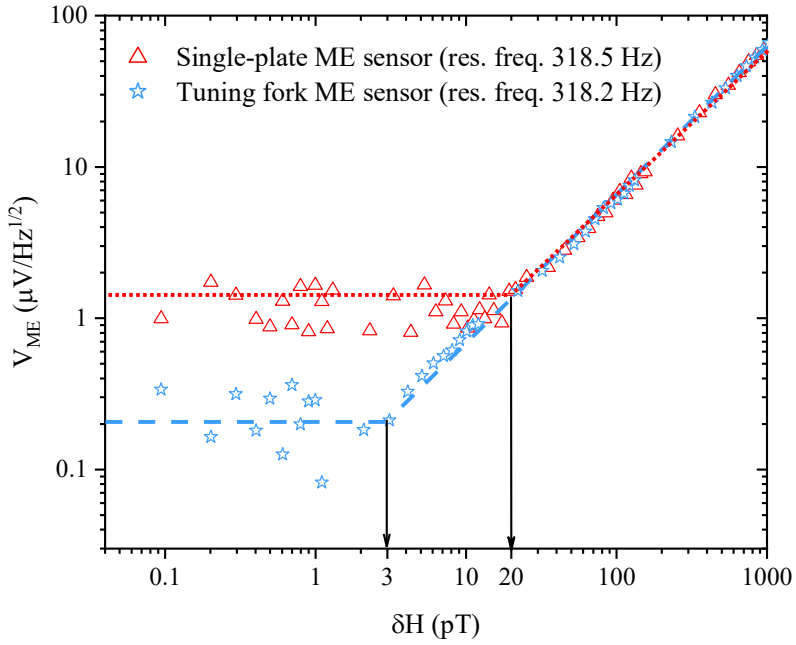
зубцами составляла ~ 180º в исследуемом диапазоне частот и не изменялась более чем на 1º при изгибном резонансе (рисунок 4.26 (б)), что подтверждает тот факт, что зубцы были очень близкими друг к другу по параметрам.

Основные электромеханические и магнитоэлектрические параметры МЭ материала приведены в таблице 4.5.

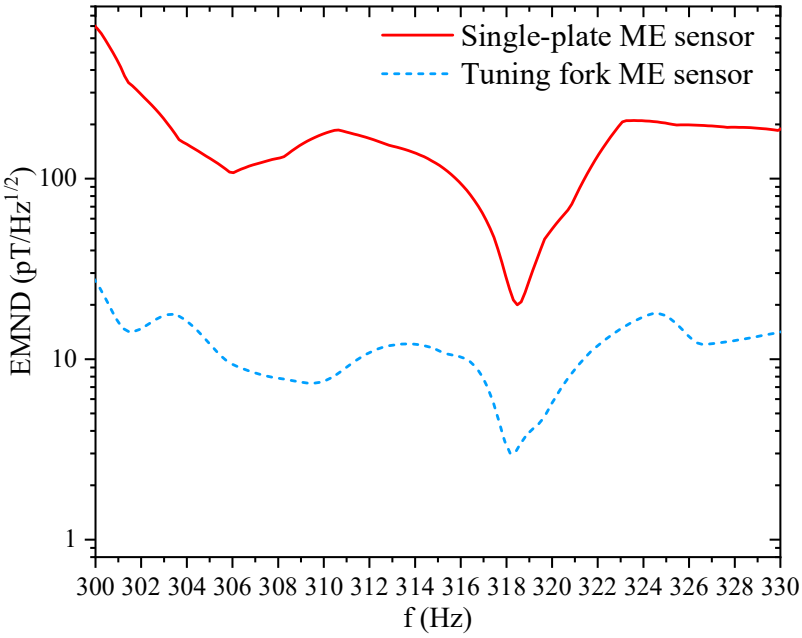
Таблица 4.5 – Основные характеристики образцов, такие как низкочастотная ёмкость (*C*), резонансная частота (f_r), механический добротность (*Q*), МЭ коэффициенты ME, оптимальные магнтные поля (*H*), предел чувствительности магнитного поля (*MFDL*).

	1 зубец	2 зубец	Камертон
C, пФ	14	15	29
f_{r}, Гц	318.5	318.5	318.2
Q	305	304	310
Квазистатический $\lvert\alpha_{\mathrm{E32}}\rvert$, В/(см·Э)	1.3	1	1.25
Оптимальное магнитное поле *H*, Э	2.7	1.7	2.1
Динамический $\lvert\alpha_{\mathrm{E32}}(f_{\mathrm{r}})\rvert$, В/(см·Э)	150	144.1	144.4
MFDL, пТл	20	–	3

На заключительном этапе были проведены измерения предела чувствительности МЭ датчика по магнитному полю (*MFDL*). Здесь сравнивали чувствительность камертона и одного из зубцов МЭ структуры на резонансной частоте около 318 Гц. Также показана спектральная плотность магнитного шума образцов. Рисунок 4.27 (а) показывает *MFDL* камертона в сравнении с первым зубцом МЭ структуры в реальных условиях (без экранирования от внешних шумов). Предельная магнитная чувствительность камертона составила 3 пТл, в то время как зубец продемонстрировал чувствительность ≈ 20 пТл. Плотность шума напряжения МЭ камертона составила 0.2 мкВ/Гц$^{1/2}$, а для зубца 1.5 мкВ/Гц$^{1/2}$. На рисунке 4.27 (б) показаны значения спектральной плотности магнитного шума для МЭ камертона и первого зубца данной структуры.



(а)



(б)

Рисунок 4.27 – (а) Линейная зависимость МЭ напряжения от приложенного переменного магнитного поля в диапазоне от 0.1 пТл до 1000 пТл на резонансной частоте 1-го зубца МЭ образца (318.5 Гц) и МЭ камертона (318.2 Гц) при оптимальном постоянном магнитном поле. Пунктирные горизонтальные линии показывают уровень шума, которым определяется предел детектирования магнитного поля. (б) Спектральная плотность магнитного шума в зависимости от частоты.

На резонансной частоте спектральные плотности магнитного шума составляли 3 пТл/Гц$^{1/2}$ и 20 пТл/Гц$^{1/2}$ для камертона и первого зубца. Способность подавлять шум варьировалась от 7 до 25 раз на нерезонансных частотах для МЭ камертона в сравнение с единичным МЭ датчиком. Этот

результат согласуется с утверждением о том, что отношение сигнал-шум для МЭ сенсора в виде камертона увеличивается из-за частичной компенсации вибрационного сигнала и уменьшения импеданса структуры, что приводит к уменьшению теплового шума. В результате для камертона было достигнуто увеличение чувствительности к магнитным полям в 6.7 раза по сравнению с обычной структурой МЭ сенсора на резонансной частоте.

Ранее опубликованная композитная МЭ структура (PZT/Si/FeCoSiB) в виде камертона продемонстрировала предел обнаружения в 500 фТл при более высокой частоте 1 кГц и четырехкратное увеличение чувствительности по сравнению с единичным МЭ сенсором [118]. Исследованный в этой работе МЭ датчик обладает гораздо более низкой резонансной частотой 318 Гц. Кроме того, бидоменные кристаллы LN превосходит PZT в том, что они демонстрируют безгистерезисный пьезоэлектрический эффект, они значительно более температурно-стабильны, не содержат свинца, а также гораздо более дешевы в производстве.

В результате проведенных экспериментальных работ по изучению МЭ эффекта в композитных мультиферроиков на основе бидоменных кристаллов LN / метглас было показано, что предельная чувствительность к магнитному полю (EMND) лимитируется внешними акустическими и электромагнитными шумами. Эффективным способом подавления акустического шума является применение ассиметричной МЭ структуры в виде камертона. Такая структура способна достигать чувствительности в единицы пТл/Гц$^{1/2}$ на низких частотах, что позволяет предложить использовать МЭ сенсоры на основе бидоменных кристаллов LN / метглас для техник измерения биомагнитных сигналов от мозга и сердца человека: магнитоэнцефалографии и магнитокардиографии. Сравнение предельной чувствиельности изученных МЭ структур в диссертации с одними из лучших результатов на МЭ материалах конкурирующих групп в этой области, а также с необходимой чувствительностью к магнитному полю для техник магнитоэнцефалографии и магнитокардиографии приведено на рисунке 4.28. Сравнение чувствительности к магнитному полю (EMND) в зависимости от частоты сигнала представлено для следующих МЭ структур: бидоменный кристалл LN / метглас (синие звёздочки, результаты представленные в главах 4.2-4.3), PMN-PT / метглас [136] (черный квадратик, чувствительность на резонансной частоте), ассиметричный МЭ образец PZT / метглас [118] (зелёный кружок, чувствительность на резонансной частоте), PZT / метглас [14] (зеленый треугольник, методика преобразования частоты измеряемого низкочастотного сигнала), PZT / метглас [10] (розовый треугольник, чувствительность на не резонансной частоте), градиометр метглас / PZT / метглас [194] (точка в виде ромбика на графике). Также на рисунке представлены необходимые чувствительности для детектирования биомагнитных сигналов для техник магнитоэнцефалографии (MEG) и магнитокардиографии (MCG) в виде заштрихованных областей. Расчёт EMND по динамической модели, представленной в главе 2, для прямоугольного МЭ образца (LN y+128º-срез / метглас) в виде консоли длиной 45 мм соответствует фиолетовой кривой, а для оптимальной МЭ структуры (LN y+128º-срез / метглас) с соотношением t_p/t= 0.6 соответствует оранжевой кривой.

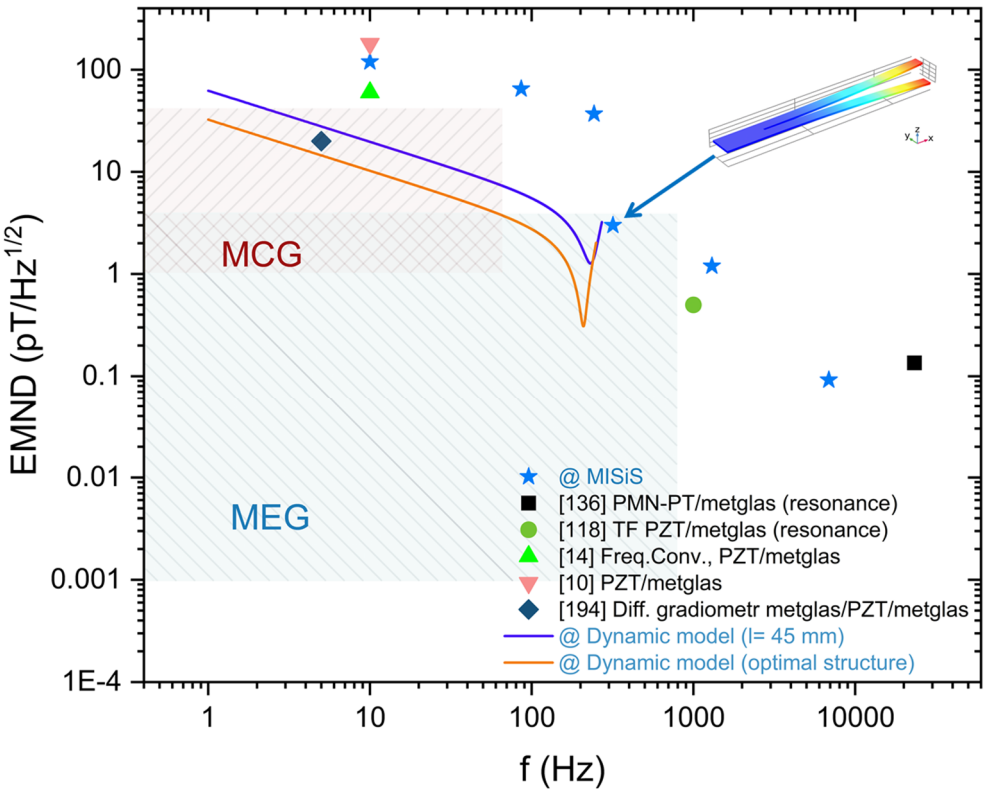


Рисунок 4.28 – Сравнение чувствительности к магнитному полю (EMND) в зависимости от частоты сигнала для различных МЭ структур.

МЭ структуры на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа имеют конкурентноспособную чувствительность к низкочастотному магнитному полю в сравнение с лучшими работами мирового уровня, полученными на МЭ композитах на основе свинецсодержащих пьезоэлектриках. Оптимальная МЭ структура на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа способна достичь необходимой чувствительности для детектирования сверхслабых биомагнитных полей на низких частотах. Чувствительность данной структуры на частоте магнитного поля 20 Гц может достигает 7 пТл/Гц$^{1/2}$, а на частоте резонанса (208 Гц) увеличивается до 300 фТл/Гц$^{1/2}$ (рисунок 4.28).

Выводы к разделу

Был разработан и измерен МЭ сенсор в форме камертона на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза / метгласа. МЭ сенсор в виде камертона увеличил чувствительность к магнитному полю в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком на резонансной частоте. Предел чувствительности камертона составил 3 пТл без дополнительного экранирования от внешних шумов на низкой резонансной частоте 318.2 Гц. Также структура камертона показала уменьшение паразитного вибрационного сигнала в 5 раз по сравнению с единичным МЭ сенсором. Данный результат доказывает высокую пригодность МЭ материалов к детектированию сверхслабых магнитных полей, что делает такие датчики подходящими для биомедицинского применения. Чувствительность данной структуры можно повысить увеличением отношения объема магнитострикционной фазы к пьезоэлектрической. Понизить рабочую частоту (ниже 100 Гц) возможно, используя более тонкие пьезоэлектрические подложки и путем закрепления небольшой массы (~ 1 г) на свободном конце зубцов камертона.

Данная конструкция обеспечивает эффективное подавление низкочастотных вибрационных шумов как на резонансной частоте, так и вне её. Поэтому МЭ структуры в форме камертона, выполненного на одной подложке, возможно использовать для датчиков постоянного магнитного поля.

Использование бидоменного кристалла ниобата лития позволяет добиться температурной стабильности МЭ датчиков вплоть до точки Кюри магнитострикционного материала.

Основные результаты и выводы

Результаты проделанной работы соответствуют поставленным целям диссертации – созданию новых МЭ композитных материалов на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, исследованию МЭ эффекта в данных структурах и измерению предела детектирования низкочастотных сверхслабых магнитных полей.

Проведены вычисления МЭ коэффициента в композитных двухслойных структурах с бидоменным или монодоменным кристаллом LN и магнитострикционным слоем метгласа. Вычислены МЭ коэффициенты для квазистатического и динамического режимов. Максимальный МЭ коэффициент наблюдается для образцов на основе пьезоэлектрического кристалла с бидоменной структурой и срезом кристалла y+129°, что очень близко к коммерчески доступному срезу y+128°. Максимальный квазистатический МЭ коэффициент составил $|\alpha_{E32}|$ = 20,3 В/(см·Э). Оптимизация соотношения толщин пьезоэлектрической и магнитострикционной компонент повышает максимальное значение квазистатического МЭ коэффициента до 95 В/(см·Э) при отношении толщины пьезоэлектрической фазы к общей толщине композитной структуры t_p/t = 0,6 для композитной структуры на основе бидоменного кристалла LN y+128º-среза / метгласа.

В динамическом случае решение основных уравнений учитывает зависимость параметров МЭ материала от частоты. Получены аналитические выражения для адмиттанса и МЭ коэффициента в зависимости от частоты. В расчётах учтён электромеханический резонанс МЭ структуры и фактор размагничивания магнитострикционного материала. Для расчётов был выбран коммерчески доступный угол среза кристаллов LN y+128º. Эквивалентный магнитный шум составил 1,67 пТл/Гц$^{1/2}$ в случае консольного закрепления и 0,63 пТл/Гц$^{1/2}$ при свободно колеблющемся образце для длины 45 мм. При оптимальном соотношении t_p/t в диапазоне от 0,7 до 0,4 без изменения толщины пьезоэлектрической фазы МЭ коэффициент увеличивается более чем в три раза, а эквивалентный магнитный шум уменьшается до 0,5 пТл/Гц$^{1/2}$ на частоте резонанса 234 Гц.

Предсказанная высокая чувствительность к низкочастотному магнитному полю показывает высокий потенциал выбранного композитного МЭ материала для применения в сверхчувствительных сенсорах магнитных полей.

В экспериментальной части работы получены следующие результаты:

– Впервые в качестве пьезоэлектрического слоя в композитном мультиферроике использованы бидоменные кристаллы LN. Экспериментально показано, что максимальное значение МЭ коэффициента в МЭ композитных структурах на основе бидоменных кристаллов LN выше, чем в композитном образце на основе монодоменного кристалла LN, что согласуется с расчетом МЭ коэффициента по предложенной модели.

– Для измерения композитных мультиферроиков спроектирована и реализована система измерения МЭ эффекта динамическим и квазистатическим методами. Представлена реализация данных методов на основе измерительной системы, которая включает в себя синхронный детектор,

катушки Гельмгольца и усилитель мощности. Модулирующее магнитное поле в данной системе варьируется в диапазоне от 1 нЭ до 3 Э. Постоянное поле изменяется в пределах от -400 Э до +400 Э.

– Динамический МЭ коэффициент в два раза больше в МЭ образцах на основе бидоменных кристаллов LN (y+128º-срез) со структурой «хвост-к-хвосту», полученных по технологии диффузионного отжига, чем в МЭ композитах на основе бидоменных образцов LN (y+128º-срез) со структурой «голова-к-голове» (ТДО) либо на основе биморфных кристаллов LN (y+128º-срез).

– За счёт использования анизотропии пьезоэлектрических свойств бидоменных кристаллов LN получено рекордное значение чувствительности к магнитному полю и высокое значение МЭ коэффициента. В композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN y+140º-среза / метгласа получен гигантский МЭ коэффициент 1704 В/(см·Э). Достигнута рекордная чувствительность к переменному магнитному полю среди композитных мультиферроиков, которая составила 92 фТл/Гц$^{1/2}$ при комнатной температуре на частоте резонанса 6862 Гц.

– Предложенная конструкция композитного мультиферроика на основе бидоменных кристаллов LN y+128º-среза / метгласа в форме камертона с асимметричным расположением магнитострикционных слоёв позволяет подавить паразитные акустические сигналы и усилить полезный МЭ сигнал, что приводит к увеличению чувствительности к магнитному полю. Применение МЭ структры, выполненной в форме камертона, позволяет увеличить чувствительность к магнитному полю на резонансной частоте в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком. На резонансной частоте спектральные плотности магнитного шума составляли 3 пТл/Гц$^{1/2}$ и 20 пТл/Гц$^{1/2}$ для МЭ камертона и единичного МЭ датчика, соответственно. Усиление шумоподавления на нерезонансных частотах составляло от 7 до 25 раз для МЭ камертона в сравнении с единичным МЭ датчиком.

Основные преимущества использования бидоменных кристаллов LN в качестве компоненты МЭ сенсора следующие: кристалл не имеет гистерезиса при деформации, обладает высокой температурной стабильностью физических и химических свойств, является бессвинцовым материалом, не имеет эффектов ползучести и старения, обладает высоким соотношением $|d/\varepsilon|$= 0,54 пм/В, свойства материала воспроизводятся с высокой точностью в силу хорошо изученных процессов роста данного кристалла и его широкого применения в других областях техники.

Композитные мультиферроики на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа могут найти применение в сверхчувствительных сенсорах низкочастотных магнитных полей, работающих при комнатной температуре. К областям применения можно отнести высокочувствительные миниатюрные магнитометры промышленного и исследовательского классов для бесконтактного измерения сверхслабых токов, магнитных полей в живых организмах в применении к магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии, измерения магнитных аномалий, магнитной геологоразведки и визуализации магнитных наночастиц.

Список использованных источников

1. Eerenstein W. Multiferroic and magnetoelectric materials / Eerenstein W., Mathur N.D., Scott J.F. // Nature – 2006. – Т. 442 – № 7104 – С.759–765.

2. Fiebig M. Revival of the magnetoelectric effect / Fiebig M. // Journal of Physics D: Applied Physics – 2005. – Т. 38 – № 8 – С.R123–R152.

3. Vopson M.M. Fundamentals of Multiferroic Materials and Their Possible Applications / Vopson M.M. // Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences – 2015. – Т. 40 – № 4 – С.223–250.

4. Nan C.-W. Multiferroic magnetoelectric composites: Historical perspective, status, and future directions / Nan C.-W., Bichurin M.I., Dong S., Viehland D., Srinivasan G. // Journal of Applied Physics – 2008. – Т. 103 – № 3 – С.31101.

5. Bichurin M. Magnetoelectric interactions in ferromagnetic-piezoelectric layered structures: Phenomena and devices / Bichurin M., Viehland D., Srinivasan G. // J. Electroceram. – 2007. – Т. 19 – № 4 – С.243–250.

6. Tu C. Mechanical-Resonance-Enhanced Thin-Film Magnetoelectric Heterostructures for Magnetometers, Mechanical Antennas, Tunable RF Inductors, and Filters / Tu C., Chu Z.-Q., Spetzler B., Hayes P., Dong C.-Z., Liang X.-F., Chen H.-H., He Y.-F., Wei Y.-Y., Lisenkov I., Lin H., Lin Y.-H., McCord J., Faupel F., Quandt E., Sun N.-X. // Materials – 2019. – Т. 12 – № 14 – С.2259.

7. Palneedi H. Status and Perspectives of Multiferroic Magnetoelectric Composite Materials and Applications / Palneedi H., Annapureddy V., Priya S., Ryu J. // Actuators – 2016. – Т. 5 – № 1 – С.9.

8. Ma J. Recent Progress in Multiferroic Magnetoelectric Composites: from Bulk to Thin Films / Ma J., Hu J., Li Z., Nan C.-W. // Advanced Materials – 2011. – Т. 23 – № 9 – С.1062–1087.

9. Srinivasan G. Magnetoelectric Composites / Srinivasan G. // Annu. Rev. Mater. Res. – 2010. – Т. 40 – С.153–178.

10. Röbisch V. Pushing the detection limit of thin film magnetoelectric heterostructures / Röbisch V., Salzer S., Urs N.O., Reermann J., Yarar E., Piorra A., Kirchhof C., Lage E., Höft M., Schmidt G.U., Knöchel R., McCord J., Quandt E., Meyners D. // Journal of Materials Research – 2017. – Т. 32 – № 6 – С.1009–1019.

11. Reermann J. Evaluation of magnetoelectric sensor systems for cardiological applications / Reermann J., Durdaut P., Salzer S., Demming T., Piorra A., Quandt E., Frey N., Höft M., Schmidt G. // Measurement – 2018. – Т. 116 – С.230–238.

12. Lin H. Integrated magnetoelectric devices: Filters, pico-Tesla magnetometers, and ultracompact acoustic antennas / Lin H., Page M.R., McConney M., Jones J., Howe B., Sun N.X. // MRS Bulletin – 2018. – Т. 43 – № 11 – С.841–847.

13. Sternickel K. Biomagnetism using SQUIDs: Status and perspectives / Sternickel K., Braginski A.I. // Superconductor Science and Technology – 2006. – Т. 19 – № 3 – С.S160–S160.

14. Salzer S. Noise Limits in Thin-Film Magnetoelectric Sensors With Magnetic Frequency Conversion / Salzer S., Röbisch V., Klug M., Durdaut P., McCord J., Meyners D., Reermann J., Höft M., Knöchel R. // IEEE Sensors Journal – 2018. – Т. 18 – № 2 – С.596–604.

15. Annapureddy V. A pT/√Hz sensitivity ac magnetic field sensor based on magnetoelectric composites using low-loss piezoelectric single crystals / Annapureddy V., Palneedi H., Yoon W.-H., Park D.-S., Choi J.-J., Hahn B.-D., Ahn C.-W., Kim J.-W., Jeong D.-Y., Ryu J. // Sensors and Actuators A: Physical – 2017. – T. 260 – C.206–211.
16. Reermann J. Real-time Biomagnetic Signal Processing for Uncooled Magnetometers in Cardiology / Reermann J., Elzenheimer E., Schmidt G. // IEEE Sensors Journal – 2019. – C.1.
17. Xing Z. Investigation of external noise and its rejection in magnetoelectric sensor design / Xing Z., Zhai J., Li J., Viehland D. // Journal of Applied Physics – 2009. – T. 106 – № 2 – C.24512.
18. Timopheev A.A. Direct and converse magnetoelectric effects in Metglas/LiNbO3/Metglas trilayers / Timopheev A.A., Vidal J. V, Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Journal of Applied Physics – 2013. – T. 114 – № 4 – C.44102.
19. Vidal J. V Anisotropy of the magnetoelectric effect in tri-layered composites based on single-crystalline piezoelectrics / Vidal J. V, Timopheev A.A., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Vacuum – 2015. – T. 122 – C.286–292.
20. Bykov A.S. Formation of bidomain structure in lithium niobate plates by the stationary external heating method / Bykov A.S., Grigoryan S.G., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Ksenich S. V, Kubasov I. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N. // Russian Microelectronics – 2014. – T. 43 – № 8 – C.536–542.
21. Xing Z.P. Modeling and detection of quasi-static nanotesla magnetic field variations using magnetoelectric laminate sensors / Xing Z.P., Zhai J.Y., Dong S.X., Li J.F., Viehland D., Odendaal W.G. // Meas. Sci. Technol. – 2008. – T. 19 – № 1 – C.15206–15214.
22. Jahns R. Noise Performance of Magnetometers With Resonant Thin-Film Magnetoelectric Sensors / Jahns R., Greve H., Woltermann E., Quandt E., Knochel R.H. // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement – 2011. – T. 60 – № 8 – C.2995–3001.
23. Zhuang X. Theoretical analysis of the intrinsic magnetic noise spectral density of magnetostrictive-piezoelectric laminated composites / Zhuang X., Cordier C., Saez S., Lam Chok Sing M., Dolabdjian C., Gao J., Li J.-F., Viehland D. // J. Appl. Phys. – 2011. – T. 109 – № 12 – C.124512–1245110.
24. Jahns R. Sensitivity enhancement of magnetoelectric sensors through frequency-conversion / Jahns R., Greve H., Woltermann E., Quandt E., Knöchel R. // Sensors and Actuators A: Physical – 2012. – T. 183 – C.16–21.
25. Petrie J.R. Enhanced sensitivity of magnetoelectric sensors by tuning the resonant frequency / Petrie J.R., Fine J., Mandal S., Sreenivasulu G., Srinivasan G., Edelstein A.S. // Applied Physics Letters – 2011. – T. 99 – № 4 – C.043504.
26. Fetisov L.Y. Resonance magnetoelectric interactions in an asymmetric ferromagnetic-ferroelectric layered structure / Fetisov L.Y., Perov N.S., Fetisov Y.K., Srinivasan G., Petrov V.M. // Journal of Applied Physics – 2011. – T. 109 – № 5 – C.53908.
27. Zhang Y. Enhanced converse magnetoelectric effect in Pb(Zr,Ti)O3-bimorph/Metglas laminated composite / Zhang Y., Liu G., Li M., Li J., Zhu Y. // Journal of Alloys and Compounds – 2015. – T. 641 – C.188–191.

28. Fetisov Y.K. Resonance magnetoelectric effects in a piezoelectric bimorph / Fetisov Y.K., Chashin D. V., Segalla A.G., Srinivasan G. // Journal of Applied Physics – 2011. – T. 110 – № 6 – C.066101.
29. Petrov V.M. Enhanced Magnetoelectric Coupling in Layered Structure of Piezoelectric Bimorph and Metallic Alloy / Petrov V.M., Bichurin M.I., Lavrentyeva K. V., Leontiev V.S. // Journal of Electronic Materials – 2016. – T. 45 – № 8 – C.4197–4201.
30. Zhai J. Detection of pico-Tesla magnetic fields using magneto-electric sensors at room temperature / Zhai J., Xing Z., Dong S., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2006. – T. 88 – № 6 – C.62510.
31. Wang Y.J. A review on equivalent magnetic noise of magnetoelectric laminate sensors / Wang Y.J., Gao J.Q., Li M.H., Shen Y., Hasanyan D., Li J.F., Viehland D. // Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences – 2014. – T. 372 – № 2009 – C.20120455.
32. Gao J. Comparison of noise floor and sensitivity for different magnetoelectric laminates / Gao J., Das J., Xing Z., Li J., Viehland D. // Journal of Applied Physics – 2010. – T. 108 – № 8 – C.84509.
33. Kubasov I. V Interdomain region in single-crystal lithium niobate bimorph actuators produced by light annealing / Kubasov I. V, Timshina M.S., Kiselev D.A., Malinkovich M.D., Bykov A.S., Parkhomenko Y.N. // Crystallography Reports – 2015. – T. 60 – № 5 – C.700–705.
34. Debye P. Bemerkung zu einigen neuen Versuchen über einen magneto-elektrischen Richteffekt / Debye P. // Z. Phys. – 1926. – T. 36 – № 4 – C.300–301.
35. Wang Y. Multiferroic magnetoelectric composite nanostructures // NPG Asia Mater. – 2010. – T. 2. – № 2. – 61–68c.
36. Lupascu D.C. Measuring the magnetoelectric effect across scales / Lupascu D.C., Wende H., Etier M., Nazrabi A., Anusca I., Trivedi H., Shvartsman V. V, Landers J., Salamon S., Schmitz-Antoniak C. // GAMM-Mitt. – 2015. – T. 38 – № 1 – C.25–74.
37. Ryu J. Magnetoelectric Effect in Composites of Magnetostrictive and Piezoelectric Materials / Ryu J., Priya S., Uchino K., Kim H.-E. // J. Electroceram. – 2002. – T. 8 – № 2 – C.107–119.
38. Nan C.-W. Magnetoelectric effect in composites of piezoelectric and piezomagnetic phases / Nan C.-W. // Phys. Rev. B – 1994. – T. 50 – № 9 – C.6082–6088.
39. Kleemann W. Multiferroic and magnetoelectric nanocomposites for data processing / Kleemann W. // Journal of Physics D: Applied Physics – 2017. – T. 50 – № 22 – C.223001.
40. Newnham R.E. Connectivity and piezoelectric-pyroelectric composites / Newnham R.E., Skinner D.P., Cross L.E. // Mater. Res. Bull. – 1978. – T. 13 – № 5 – C.525–536.
41. Newnham R.E. Composite electroceramics / Newnham R.E. // Ferroelectrics – 1986. – T. 68 – № 1 – C.1–32.
42. Xu T. Synthesis and magnetoelectric effect of composites with CoFe2O4-epoxy embedded in 3–1 type porous PZT ceramics / Xu T., Wang C.A., Wang C. // Ceramics International – 2015. – T. 41 – № 9 – C.11080–11085.
43. Lisnevskaya I. V Investigation of the influence of various factors on the dielectric, piezoelectric, and magnetoelectric properties of 1-3, 3-1, and 1-1 multiferroic composites / Lisnevskaya I. V, Lupeiko T., Myagkaya K. // Journal of Composite Materials – 2017. – T. 51 – № 4 – C.507–517.

44. Alyeksyei A. Anisotropy Magnetoelectric Coupling in NiFe2O4/Bi5Ti3FeO15 0-3 Type Nanocomposite Films / Alyeksyei A., Jiang N., Jiang Y., Lu Q., Zhao S. // physica status solidi (RRL) – Rapid Research Letters – 2019. – Т. 13 – № 5 – С.1800691.
45. Dong S. Ultrahigh magnetic field sensitivity in laminates of TERFENOL-D and Pb(Mg1/3Nb2/3)O3–PbTiO3 crystals / Dong S., Li J.-F., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2003. – Т. 83 – № 11 – С.2265–2267.
46. Zhuang X. Mechanical Noise Limit of a Strain-Coupled Magneto(Elasto)electric Sensor Operating Under a Magnetic or an Electric Field Modulation / Zhuang X., Sing M.L.C., Dolabdjian C., Wang Y., Finkel P., Li J., Viehland D. // IEEE Sensors Journal – 2015. – Т. 15 – № 3 – С.1575–1587.
47. Li M. Ultra-sensitive NEMS magnetoelectric sensor for picotesla DC magnetic field detection / Li M., Matyushov A., Dong C., Chen H., Lin H., Nan T., Qian Z., Rinaldi M., Lin Y., Sun N.X. // Applied Physics Letters – 2017. – Т. 110 – № 14 – С.143510.
48. Sreenivasulu G. Sensitivity Enhancement in Magnetic Sensors Based on Ferroelectric-Bimorphs and Multiferroic Composites / Sreenivasulu G., Qu P., Petrov V., Qu H., Srinivasan G. // Sensors – 2016. – Т. 16 – № 2 – С.262.
49. Bichurin M.I. Magnetoelectric Magnetometers / под ред. A.G.M.J.H.-S.S.C. Mukhopadhyay. Springer International Publishing, 2017. – 127–166c.
50. Lu C. Magnetoelectric Composite Metglas/PZT-Based Current Sensor / Lu C., Li P., Wen Y., Yang A., Yang C., Wang D., He W., Zhang J. // IEEE Trans. Magn. – 2014. – Т. 50 – № 11 – С.1–4.
51. Leung C.M. Wireless Condition Monitoring of Train Traction Systems Using Magnetoelectric Passive Current Sensors / Leung C.M., Or S.W., Ho S.L., Lee K.Y. // IEEE Sensors Journal – 2014. – Т. 14 – № 12 – С.4305–4314.
52. Bichurin M. Magnetoelectric Current Sensors / Bichurin M., Petrov R., Leontiev V., Semenov G., Sokolov O. // Sensors – 2017. – Т. 17 – № 6 – С.1271.
53. Zhang M. Gradient-Type Magnetoelectric Current Sensor with Strong Multisource Noise Suppression / Zhang M., Or S. // Sensors – 2018. – Т. 18 – № 2 – С.588.
54. Leung C.M. Importance of composite parameters in enhanced power conversion efficiency of Terfenol-D/PZT magnetoelectric gyrators / Leung C.M., Zhuang X., Xu J., Li J., Srinivasan G., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2017. – Т. 110 – № 11 – С.112904.
55. Zhai J. Magnetoelectric gyrator / Zhai J., Gao J., Vreugd C. De, Li J., Viehland D., Filippov A. V, Bichurin M.I., Drozdov D. V, Semenov G.A., Dong S.X. // The European Physical Journal B – 2009. – Т. 71 – № 3 – С.383–385.
56. Zhuang X. Upper limit for power conversion in magnetoelectric gyrators / Zhuang X., Leung C.M., Sreenivasulu G., Gao M., Zhang J., Srinivasan G., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2017. – Т. 111 – № 16 – С.163902.
57. Zhang J. Magnetoelectric effects and power conversion efficiencies in gyrators with compositionally-graded ferrites and piezoelectrics / Zhang J., Zhu W., Chen D., Qu H., Zhou P., Popov M., Jiang L., Cao L., Srinivasan G. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 473 – С.131–135.

58. Zhai J. A quasi(unidirectional) Tellegen gyrator / Zhai J., Li J., Dong S., Viehland D., Bichurin M.I. // Journal of Applied Physics – 2006. – Т. 100 – № 12 – С.124509.
59. Leung C.M. Bar-shaped Magnetoelectric Gyrator / Leung C.M., Zhuang X., Li J., Viehland D. // Journal of Physics: Conference Series – 2019. – Т. 1407 – С.012025.
60. Dong S. Multimodal system for harvesting magnetic and mechanical energy / Dong S., Zhai J., Li J.F., Viehland D., Priya S. // App. Phys. Lett. – 2008. – Т. 93 – № 10 – С.103511.
61. Liu G. Energy harvesting from ambient low-frequency magnetic field using magneto-mechano-electric composite cantilever / Liu G., Ci P., Dong S. // App. Phys. Lett. – 2014. – Т. 104 – № 3 – С.32908.
62. Ryu J. Ubiquitous magneto-mechano-electric generator / Ryu J., Kang J.-E., Zhou Y., Choi S.-Y., Yoon W.-H., Park D.-S., Choi J.-J., Hahn B.-D., Ahn C.-W., Kim J.-W., Kim Y.-D., Priya S., Lee S.Y., Jeong S., Jeong D.-Y. // Energy Environ. Sci. – 2015. – Т. 8 – № 8 – С.2402–2408.
63. Chu Z. Dual-stimulus magnetoelectric energy harvesting / Chu Z., Annapureddy V., PourhosseiniAsl M., Palneedi H., Ryu J., Dong S. // MRS Bulletin – 2018. – Т. 43 – № 3 – С.199–205.
64. Gao W. Energy transduction ferroic materials / Gao W., Brennan R., Hu Y., Wuttig M., Yuan G., Quandt E., Ren S. // Mater. Today – 2018. – Т. 21 – № 7 – С.771.
65. Friedrich R.-M. Magnetic particle mapping using magnetoelectric sensors as an imaging modality / Friedrich R.-M., Zabel S., Galka A., Lukat N., Wagner J.-M., Kirchhof C., Quandt E., McCord J., Selhuber-Unkel C., Siniatchkin M., Faupel F. // Scientific Reports – 2019. – Т. 9 – № 1 – С.2086.
66. Xue X. Electric field induced reversible 180° magnetization switching through tuning of interfacial exchange bias along magnetic easy-axis in multiferroic laminates / Xue X., Zhou Z., Peng B., Zhu M., Zhang Y., Ren W., Ren T., Yang X., Nan T., Sun N.X., Liu M. // Scientific Reports – 2015. – Т. 5 – № 1 – С.16480.
67. Bukharaev A.A. Straintronics: a new trend in micro- and nanoelectronics and material science / Bukharaev A.A., Zvezdin A.K., Pyatakov A.P., Fetisov Y.K. // Uspekhi Fizicheskih Nauk – 2018. – Т. 188 – № 12 – С.1288–1330.
68. Lou J. Electrostatically tunable magnetoelectric inductors with large inductance tunability / Lou J., Reed D., Liu M., Sun N.X. // Applied Physics Letters – 2009. – Т. 94 – № 11 – С.112508.
69. Sun N.X. Voltage Control of Magnetism in Multiferroic Heterostructures and Devices / Sun N.X., Srinivasan G. // Spin – 2012. – Т. 02 – № 03 – С.1240004.
70. Yan Y. Colossal tunability in high frequency magnetoelectric voltage tunable inductors / Yan Y., Geng L.D., Tan Y., Ma J., Zhang L., Sanghadasa M., Ngo K., Ghosh A.W., Wang Y.U., Priya S. // Nature Communications – 2018. – Т. 9 – № 1 – С.4998.
71. Tatarenko A.S. Microwave Magnetoelectric Devices / Tatarenko A.S., Bichurin M.I. // Advances in Condensed Matter Physics – 2012. – Т. 2012 – С.1–10.
72. Bichurin M.I. Theory of magnetoelectric effects at microwave frequencies in a piezoelectric/magnetostrictive multilayer composite / Bichurin M.I., Kornev I.A., Petrov V.M., Tatarenko A.S., Kiliba Y. V, Srinivasan G. // Phys. Rev. B – 2001. – Т. 64 – № 9 – С.94404–94409.

73. Yang G.-M. Low-Loss Magnetically Tunable Bandpass Filters With YIG Films / Yang G.-M., Wu J., Lou J., Liu M., Sun N.X. // IEEE Transactions on Magnetics – 2013. – Т. 49 – № 9 – С.5063–5068.
74. Nan T. Acoustically actuated ultra-compact NEMS magnetoelectric antennas / Nan T., Lin H., Gao Y., Matyushov A., Yu G., Chen H., Sun N., Wei S., Wang Z., Li M., Wang X., Belkessam A., Guo R., Chen B., Zhou J., Qian Z., Hui Y., Rinaldi M., McConney M.E., Howe B.M., Hu Z., Jones J.G., Brown G.J., Sun N.X. // Nature Communications – 2017. – Т. 8 – № 1 – С.296.
75. Xu J. A Low Frequency Mechanical Transmitter Based on Magnetoelectric Heterostructures Operated at Their Resonance Frequency / Xu J., Leung C., Zhuang X., Li J., Bhardwaj S., Volakis J., Viehland D. // Sensors – 2019. – Т. 19 – № 4 – С.853.
76. Lou J. Giant Electric Field Tuning of Magnetism in Novel Multiferroic FeGaB/Lead Zinc Niobate–Lead Titanate (PZN-PT) Heterostructures / Lou J., Liu M., Reed D., Ren Y., Sun N.X. // Adv. Mater. – 2009. – Т. 21 – № 46 – С.4711–4715.
77. Liu M. Voltage Tuning of Ferromagnetic Resonance with Bistable Magnetization Switching in Energy-Efficient Magnetoelectric Composites / Liu M., Zhou Z., Nan T., Howe B.M., Brown G.J., Sun N.X. // Advanced Materials – 2013. – Т. 25 – № 10 – С.1435–1439.
78. Meitzler A.H. IEEE Standard on Piezoelectricity / Meitzler A.H., Tiersten H.F., Warner A.W., Berlincourt D., Coquin G.A., Welsh F.S. // ANSI/IEEE Std 176-1987 – 1988. – С.1–74.
79. Nye J.F.Physical Properties of Crystals: Their Representation by Tensors and Matrices / J. F. Nye – Oxford University Press, 1985.
80. Vidal J. V Engineering the Magnetoelectric Response in Piezocrystal-Based Magnetoelectrics: Basic Theory, Choice of Materials, Model Calculations BT - Nanostructures and Thin Films for Multifunctional Applications: Technology, Properties and Devices / под ред. I. Tiginyanu, P. Topala, V. Ursaki. Cham: Springer International Publishing, 2016. – 189–226c.
81. Kuo H.-Y. Optimization of magnetoelectricity in piezoelectric–magnetostrictive bilayers / Kuo H.-Y., Slinger A., Bhattacharya K. // Smart Mater. Struct. – 2010. – Т. 19 – № 12 – С.125010–125022.
82. Wang Y. Theoretical model for geometry-dependent magnetoelectric effect in magnetostrictive/piezoelectric composites / Wang Y., Hasanyan D., Li M., Gao J., Li J., Viehland D., Luo H. // J. Appl. Phys. – 2012. – Т. 111 – № 12 – С.124513–124518.
83. Osaretin I.A. Theoretical model for the magnetoelectric effect in magnetostrictive/piezoelectric composites / Osaretin I.A., Rojas R.G. // Physical Review B – 2010. – Т. 82 – № 17 – С.174415.
84. Weis R.S. Lithium niobate: Summary of physical properties and crystal structure / Weis R.S., Gaylord T.K. // Applied Physics A – 1985. – Т. 37 – № 4 – С.191–203.
85. Tinder R.Tensor Properties of Solids / R. Tinder – Morgan & Claypool, 2007.– 1–144c.
86. Bichurin M.I. Theory of low-frequency magnetoelectric coupling in magnetostrictive-piezoelectric bilayers / Bichurin M.I., Petrov V.M., Srinivasan G. // Phys. Rev. B – 2003. – Т. 68 – № 5 – С.54402–54414.
87. Berlincourt D.Technical Publication TP-226 Properties of Piezoelectricity Ceramics Visit the Morgan Electro Ceramics Web Site www.morgan-electroceramics.com PROPERTIES OF MORGAN ELECTRO

CERAMIC CERAMICS / D. Berlincourt, H. H. A. Krueger.
88. Park S.-E.E. High performance single crystal piezoelectrics: applications and issues / Park S.-E.E., Hackenberger W. // Current Opinion in Solid State and Materials Science – 2002. – Т. 6 – № 1 – С.11–18.
89. Zhang R. Elastic, piezoelectric, and dielectric properties of multidomain 0.67Pb(Mg[sub 1/3]Nb[sub 2/3])O[sub 3]--0.33PbTiO[sub 3] single crystals / Zhang R., Jiang B., Cao W. // J. Appl. Phys. – 2001. – Т. 90 – № 7 – С.3471–3475.
90. He C. Full tensorial elastic, piezoelectric, and dielectric properties characterization of [011]-poled PZN-9%PT single crystal / He C., Weiping J., Feifei W., Zhu K., Jinhao Q. // IEEE Trans. Ultrason., Ferroelectr., Freq. Control. – 2011. – Т. 58 – № 6 – С.1127–1130.
91. Kiyomiya T. Magnetostrictive properties of Tb-Fe and Tb-Fe-Co films / Kiyomiya T., Yamada Y., Matsuo Y., Wakiwaka H., Torii Y., Makimura M. // Electron. Comm. Jpn. – 2008. – Т. 91 – № 5 – С.49–55.
92. Liang C. Correction for longitudinal mode vibration in thin slender beams / Liang C., Morshed S. // Appl. Phys. Lett. – 2007. – Т. 90 – № 22 – С.221912–221914.
93. Duong G. V The lock-in technique for studying magnetoelectric effect / Duong G. V, Groessinger R., Schoenhart M., Bueno-Basques D. // J. Mag. Mag. Mat. – 2007. – Т. 316 – № 2 – С.390–393.
94. Lu J. Wideband magnetoelectric measurement system with the application of a virtual multi-channel lock-in amplifier / Lu J., Pan D.-A., Yang B., Qiao L. // Measurement Science and Technology – 2008. – Т. 19 – № 4 – С.045702.
95. Rivera J.-P. A short review of the magnetoelectric effect and related experimental techniques on single phase (multi-) ferroics / Rivera J.-P. // Eur. Phys. J. B – 2009. – Т. 71 – № 3 – С.299–313.
96. Jahns R. Giant Magnetoelectric Effect in Thin-Film Composites / Jahns R., Piorra A., Lage E., Kirchhof C., Meyners D., Gugat J.L., Krantz M., Gerken M., Knöchel R., Quandt E. // Journal of the American Ceramic Society – 2013. – Т. 96 – № 6 – С.1673–1681.
97. Scofield J.H. Frequency-domain description of a lock-in amplifier / Scofield J.H. // American Journal of Physics – 1994. – Т. 62 – № 2 – С.129–133.
98. Zhai J. Giant magnetoelectric effect in Metglas/polyvinylidene-fluoride laminates / Zhai J., Dong S., Xing Z., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2006. – Т. 89 – № 8 – С.83507.
99. Cho K.-H. Direct and converse effect in magnetoelectric laminate composites / Cho K.-H., Priya S. // Appl. Phys. Lett. – 2011. – Т. 98 – № 23 – С.232904–232906.
100. Zhai J. Magnetoelectric Laminate Composites: An Overview / Zhai J., Xing Z., Dong S., Li J., Viehland D. // J. Am. Ceram. Soc. – 2008. – Т. 91 – № 2 – С.351–358.
101. Dong S. Push-pull mode magnetostrictive/piezoelectric laminate composite with an enhanced magnetoelectric voltage coefficient / Dong S., Zhai J., Bai F., Li J.-F. // Appl. Phys. Lett. – 2005. – Т. 87 – № 6 – С.62502–62504.
102. Dong S. A strong magnetoelectric voltage gain effect in magnetostrictive-piezoelectric composite / Dong S., Li J.F., Viehland D., Cheng J., Cross L.E. // Applied Physics Letters – 2004. – Т. 85 – № 16 –

C.3534–3536.
103. Dong S. Near-ideal magnetoelectricity in high-permeability magnetostrictive/piezofiber laminates with a (2-1) connectivity. / Dong S., Zhai J., Li J. // Appl. Phys. Lett. – 2006. – T. 89 – № 25 – C.252904–252906.
104. Bowen C.R. Manufacture and characterization of high activity piezoelectric fibres / Bowen C.R., Stevens R., Nelson L.J., Dent A.C., Dolman G., Su B., Button T.W., Cain M.G., Stewart M. // Smart Materials and Structures – 2006. – T. 15 – № 2 – C.295–301.
105. Dong S. Giant magnetoelectric effect (under a dc magnetic bias of 2Oe) in laminate composites of FeBSiC alloy ribbons and Pb(Zn1⁄3,Nb2⁄3)O3–7%PbTiO3 fibers / Dong S., Zhai J., Xing Z., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2007. – T. 91 – № 2 – C.022915.
106. Dong S. Giant magnetoelectric effect (under a dc magnetic bias of 2Oe) in laminate composites of FeBSiC alloy ribbons and Pb(Zn1⁄3,Nb2⁄3)O3–7%PbTiO3 fibers / Dong S., Zhai J., Xing Z., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2007. – T. 91 – № 2 – C.022915.
107. Wang Y. Ultralow equivalent magnetic noise in a magnetoelectric Metglas/Mn-doped Pb(Mg 1/3 Nb 2/3)O 3 -PbTiO 3 heterostructure / Wang Y., Gao J., Li M., Hasanyan D., Shen Y., Li J., Viehland D., Luo H. // Applied Physics Letters – 2012. – T. 101 – № 2 – C.022903.
108. Wang Y. Ultralow equivalent magnetic noise in a magnetoelectric Metglas/Mn-doped Pb(Mg 1/3 Nb 2/3)O 3 -PbTiO 3 heterostructure / Wang Y., Gao J., Li M., Hasanyan D., Shen Y., Li J., Viehland D., Luo H. // Applied Physics Letters – 2012. – T. 101 – № 2 – C.022903.
109. Sreenivasulu G. Piezoelectric single crystal langatate and ferromagnetic composites: Studies on low-frequency and resonance magnetoelectric effects / Sreenivasulu G., Fetisov L.Y., Fetisov Y.K. // Appl. Phys. Lett. – 2012. – T. 100 – № 5 – C.52901–52904.
110. Greve H. Giant magnetoelectric coefficients in (Fe90Co10)78Si12B10-AlN thin film composites / Greve H., Woltermann E., Quenzer H.-J., Wagner B. // Appl. Phys. Lett. – 2010. – T. 96 – № 18 – C.182501–182503.
111. Greve H. Low damping resonant magnetoelectric sensors / Greve H., Woltermann E., Jahns R., Marauska S., Wagner B., Knöchel R., Wuttig M., Quandt E. // Appl. Phys. Lett. – 2010. – T. 97 – № 15 – C.152503–152505.
112. Trolier-McKinstry S. Thin Film Piezoelectrics for MEMS / Trolier-McKinstry S., Muralt P. // Journal of Electroceramics – 2004. – T. 12 – № 1/2 – C.7–17.
113. Krupa K. Static and dynamic characterization of AlN-driven microcantilevers using optical interference microscopy / Krupa K., Józwik M., Gorecki C., Andrei A., Nieradko Ł., Delobelle P., Hirsinger L. // Optics and Lasers in Engineering – 2009. – T. 47 – № 2 – C.211–216.
114. Bent A.A. Piezoelectric Fiber Composites with Interdigitated Electrodes / Bent A.A., Hagood N.W. // Journal of Intelligent Material Systems and Structures – 1997. – T. 8 – № 11 – C.903–919.
115. Murzin D. Ultrasensitive Magnetic Field Sensors for Biomedical Applications / Murzin D., Mapps D.J., Levada K., Belyaev V., Omelyanchik A., Panina L., Rodionova V. // Sensors – 2020. – T. 20 – № 6 – C.1569.

116. Liu Y. Frequency conversion in magnetoelectric composites for quasi-static magnetic field detection / Liu Y., Jiao J., Ma J., Ren B., Li L., Zhao X., Luo H., Shi L. // Applied Physics Letters – 2013. – T. 103 – № 21 – C.212902.
117. Li J. A differential magnetoelectric heterostructure: Internal noise reduction and external noise cancellation / Li J., Viehland D. // Journal of Applied Physics – 2015. – T. 118 – № 21 – C.214103.
118. Salzer S. Tuning fork for noise suppression in magnetoelectric sensors / Salzer S., Jahns R., Piorra A., Teliban I., Reermann J., Höft M., Quandt E., Knöchel R. // Sensors and Actuators A: Physical – 2016. – T. 237 – C.91–95.
119. Shen Y. Effective optimization of magnetic noise for a Metglas/Pb(Zr,Ti)O3 magnetoelectric sensor array in an open environment / Shen Y., McLaughlin K.L., Gao J., Li M., Li J., Viehland D. // Mater. Lett. – 2013. – T. 91 – № 0 – C.307–310.
120. Piorra A. Magnetoelectric thin film composites with interdigital electrodes / Piorra A., Jahns R., Teliban I., Gugat J.L., Gerken M., Knöchel R., Quandt E. // Applied Physics Letters – 2013. – T. 103 – № 3 – C.32902.
121. Hasanyan D. Theoretical and experimental investigation of magnetoelectric effect for bending-tension coupled modes in magnetostrictive-piezoelectric layered composites / Hasanyan D., Gao J., Wang Y., Viswan R., M. Li Y.S., Li J. // J. Appl. Phys. – 2012. – T. 112 – № 1 – C.13908–13918.
122. Timoshenko S.Theory of plates and shells / S. Timoshenko, S. Woinowsky-Krieger – McGraw-Hill, 1959.
123. Guo M. A resonance-bending mode magnetoelectric-coupling equivalent circuit / Guo M., Dong S. // IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control – 2009. – T. 56 – № 11 – C.2578–2586.
124. Bichurin M.I. Present status of theoretical modeling the magnetoelectric effect in magnetostrictive-piezoelectric nanostructures. Part I: Low frequency and electromechanical resonance ranges / Bichurin M.I., Petrov V.M., Averkin S. V, Liverts E. // J. Appl. Phys. – 2010. – T. 107 – № 5 – C.53904–53915.
125. Zhang C. Theoretical modeling of frequency-dependent magnetoelectric effects in laminated multiferroic plates / Zhang C., Yang J., Chen W. // IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control – 2009. – T. 56 – № 12 – C.2750–2759.
126. Dalpadado R.N.G. M-H loop shift phenomena in torqued magnetostrictive tape cores carrying electric current / Dalpadado R.N.G. // Journal of Applied Physics – 1982. – T. 53 – № 3 – C.2249–2251.
127. Zhou J.-P. A uniform model for direct and converse magnetoelectric effect in laminated composite / Zhou J.-P., Ma Y.-J., Zhang G.-B., Chen X.-M. // Appl. Phys. Lett. – 2014. – T. 104 – № 20 – C.202904–202908.
128. Motchenbacher C.D.Low noise electronic system design / C. D. Motchenbacher, J. A. Connelly – J. Wiley & Sons, 1993.
129. Loyau V. Magnetoelectric effect in layered ferrite/PZT composites. Study of the demagnetizing effect on the magnetoelectric behavior / Loyau V., Morin V., Chaplier G., LoBue M., Mazaleyrat F. // Journal of Applied Physics – 2015. – T. 117 – № 18 – C.184102.
130. Loyau V. Analytical modeling of demagnetizing effect in magnetoelectric ferrite/PZT/ferrite

trilayers taking into account a mechanical coupling / Loyau V., Aubert A., LoBue M., Mazaleyrat F. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2017. – Т. 426 – С.530–539.
131. Giang D.T.H. Enhancement of the Magnetic Flux in Metglas/PZT-Magnetoelectric Integrated 2D Geomagnetic Device / Giang D.T.H., Duc P.A., Ngoc N.T., Hien N.T., Duc N.H. // J. Magn. – 2012. – Т. 17 – № 4 – С.308–315.
132. Meeks S.W. Piezomagnetic and elastic properties of metallic glass alloys Fe67CO18B14Si1 and Fe81B13.5Si3.5C2 / Meeks S.W., Hill J.C. // J. Appl. Phys. – 1983. – Т. 54 – № 11 – С.6584–6593.
133. Gibbs M.R.J. Microstructures containing piezomagnetic elements / Gibbs M.R.J., Watts R., Karl W., Powell A.L., Yates R.B. // Sensor. Actuat. A: Phys – 1997. – Т. 59 – № 1 – С.229–235.
134. Gutierrez J. Improving the Magnetoelectric Response of Laminates Containing High Temperature Piezopolymers / Gutierrez J., Lasheras A., Barandiaran J.M., Vilas J.L., Sebastian M.S., Leon L.M. // IEEE Trans. Magn. – 2013. – Т. 49 – № 1 – С.42–45.
135. Chen D.X. Demagnetizing factors for rectangular prisms / Chen D.X., Pardo E., Sanchez A. // IEEE Trans. Magn. – 2005. – Т. 41 – № 6 – С.2077–2088.
136. Zhaoqiang C. Enhanced Resonance Magnetoelectric Coupling in (1-1) Connectivity Composites / Zhaoqiang C., Huaduo S., Weiliang S., Guoxi L., Jingen W., Jikun Y., Shuxiang D. // Advanced Materials – 2017. – Т. 29 – № 19 – С.1606022.
137. Kumar M.M. An experimental setup for dynamic measurement of magnetoelectric effect / Kumar M.M., Srinivas A., Suryanarayana S. V, Kumar G.S., Bhimasankaram T. // Bull. Mater. Sci. – 1998. – Т. 21 – № 3 – С.251–255.
138. (No Title) [Электронный ресурс]. URL: https://www.zhinst.com/sites/default/files/li_primer/zi_whitepaper_principles_of_lock-in_detection.pdf (accessed: 24.04.2020).
139. More-Chevalier J. Eddy currents: A misleading contribution when measuring magnetoelectric voltage coefficients of thin film devices / More-Chevalier J., Cibert C., Bouregba R., Poullain G. // J. Appl. Phys. – 2015. – Т. 117 – № 15 – С.154104–154110.
140. Junqi Gao Differential-mode vibrational noise cancellation structure for Metglas/Pb(Zr,Ti)O 3 fiber magnetoelectric laminates / Junqi Gao, Junyi Zhai, Ying Shen, Liangguo Shen, Gray D., Jiefang Li, Finkel P., Viehland D. // IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control – 2011. – Т. 58 – № 8 – С.1541–1544.
141. Durdaut P. Thermal-Mechanical Noise in Resonant Thin-Film Magnetoelectric Sensors / Durdaut P., Salzer S., Reermann J., Robisch V., Hayes P., Piorra A., Meyners D., Quandt E., Schmidt G., Knochel R., Hoft M. // IEEE Sensors Journal – 2017. – Т. 17 – № 8 – С.2338–2348.
142. Sreenivasulu G. Low-frequency and resonance magnetoelectric effects in piezoelectric and functionally stepped ferromagnetic layered composites / Sreenivasulu G., Mandal S.K., Bandekar S., Petrov V.M., Srinivasan G. // Physical Review B – 2011. – Т. 84 – № 14 – С.144426.
143. Zhao C.P. A dual-peak phenomenon of magnetoelectric coupling in laminated Terfenol-D/PZT/Terfenol-D composites / Zhao C.P., Fang F., Yang W. // Smart Mater. Struct. – 2010. – Т. 19 – №

12 – C.125004–125010.
144. Babu S.N. Magnetoelectric effect in metal-PZT laminates / Babu S.N., Suryanarayana S. V // Bull. Mater. Sci. – 2004. – T. 28 – № 5 – C.419–422.
145. Sreenivasulu G. Magnetoelectric interactions in layered composites of piezoelectric quartz and magnetostrictive alloys / Sreenivasulu G., Petrov V.M., Fetisov L.Y., Fetisov Y.K., Srinivasan G. // Physical Review B – 2012. – T. 86 – № 21 – C.214405.
146. Viswan R. Strong magnetoelectric coupling in highly oriented ZnO films deposited on Metglas substrates / Viswan R., Gray D., Wang Y., Li Y., Berry D., Li J., Viehland D. // Phys. Status Solidi-R – 2011. – T. 5 – № 10–11 – C.391–393.
147. Smith R.T. Temperature Dependence of the Elastic, Piezoelectric, and Dielectric Constants of Lithium Tantalate and Lithium Niobate / Smith R.T., Welsh F.S. // J. Appl. Phys. – 1971. – T. 42 – № 6 – C.2219–2230.
148. Zhai J. Thermal noise cancellation in symmetric magnetoelectric bimorph laminates / Zhai J., Xing Z., Dong S., Li J., Viehland D. // Appl. Phys. Lett. – 2008. – T. 93 – № 7 – C.72906–72909.
149. Wang Y. Geometry-induced magnetoelectric effect enhancement and noise floor reduction in Metglas/piezofiber sensors / Wang Y., Li M., Hasanyan D., Gao J., Li J., Viehland D. // Applied Physics Letters – 2012. – T. 101 – № 9 – C.92905.
150. Cong F. Significant reduction of equivalent magnetic noise by in-plane series connection in magnetoelectric Metglas/Mn-doped Pb(Mg1/3Nb 2/3)O3 -PbTiO3 laminate composites / Cong F., Jie J., Jiashuai M., Di L., Haiqing X., Xiangyong Z., Haosu L. // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2015. – T. 48 – № 46 – C.465002–465007.
151. Yaojin W. An Extremely Low Equivalent Magnetic Noise Magnetoelectric Sensor / Yaojin W., David G., David B., Junqi G., Menghui L., Jiefang L., Dwight V., Wang Y., Gray D., Berry D., Gao J., Li M., Li J., Viehland D. // Advanced Materials – 2011. – T. 23 – № 35 – C.4111–4114.
152. Antipov V. V. Formation of Bidomain Structure in Lithium Niobate Single Crystals by Electrothermal Method / Antipov V. V., Bykov A.S., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N. // Ferroelectrics – 2008. – T. 374 – № 1 – C.65–72.
153. Shur V.Y. Hysteresis-free high-temperature precise bimorph actuators produced by direct bonding of lithium niobate wafers / Shur V.Y., Baturin I.S., Mingaliev E.A., Zorikhin D. V, Udalov A.R., Greshnyakov E.D. // Appl. Phys. Lett. – 2015. – T. 106 – № 5 – C.53116–53119.
154. Kugel V.D. Piezoelectric properties of bidomain LiNbO3 crystals / Kugel V.D., Rosenman G., Shur D. // Journal of Applied Physics – 1995. – T. 78 – № 9 – C.5592–5596.
155. Zhang S. Lead-free piezoelectric ceramics vs. PZT? / Zhang S., Xia R., Shrout T.R. // Journal of Electroceramics – 2007. – T. 19 – № 4 – C.251–257.
156. Kubasov I. V Bidomain structures formed in lithium niobate and lithium tantalate single crystals by light annealing / Kubasov I. V, Kislyuk A.M., Bykov A.S., Malinkovich M.D., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Ksenich S. V, Temirov A.A., Timushkin N.G., Parkhomenko Y.N. // Crystallography Reports – 2016. – T. 61 – № 2 – C.258–262.

157. Rajaram Patil D. Enhancement of resonant and non-resonant magnetoelectric coupling in multiferroic laminates with anisotropic piezoelectric properties / Rajaram Patil D., Chai Y., Kambale R.C., Jeon B.-G., Yoo K., Ryu J., Yoon W.-H., Park D.-S., Jeong D.-Y., Lee S.-G., Lee J., Nam J.-H., Cho J.-H., Kim B.-I., Hoon Kim K. // Appl. Phys. Lett. – 2013. – Т. 102 – № 6 – С.62909–62912.
158. Nakamura K. Ferroelectric domain inversion caused in LiNbO3 plates by heat treatment / Nakamura K., Ando H., Shimizu H. // Applied Physics Letters – 1987. – Т. 50 – № 20 – С.1413–1414.
159. Burdin D.A. Nonlinear magneto-electric effects in ferromagnetic-piezoelectric composites / Burdin D.A., Chashin D. V, Ekonomov N.A., Fetisov L.Y., Fetisov Y.K., Sreenivasulu G., Srinivasan G. // J. Mag. Mag. Mat. – 2014. – Т. 358–359 – С.98–104.
160. Zhou H.-M. A general 3-D nonlinear magnetostrictive constitutive model for soft ferromagnetic materials / Zhou H.-M., Zhou Y.-H., Zheng X.-J., Ye Q., Wei J. // J. Mag. Mag. Mat. – 2009. – Т. 321 – № 4 – С.281–290.
161. Chang C.-M. Modeling shear lag and demagnetization effects in magneto-electric laminate composites / Chang C.-M., Carman G.P. // Physical Review B – 2007. – Т. 76 – № 13 – С.134116.
162. Hasanyan D. Modeling of resonant magneto-electric effect in a magnetostrictive and piezoelectric laminate composite structure coupled by a bonding material / Hasanyan D., Wang Y., Gao J., Li M., Shen Y., Li J., Viehland D. // J. Appl. Phys. – 2012. – Т. 112 – № 6 – С.64109–64116.
163. Cho K.-H. Effect of intensive and extensive loss factors on the dynamic response of magnetoelectric laminates / Cho K.-H., Park C.-S., Priya S. // Appl. Phys. Lett. – 2010. – Т. 97 – № 18 – С.182902–182904.
164. Zhuang X. Analysis of Noise in Magnetoelectric Thin-Layer Composites Used as Magnetic Sensors / Zhuang X., Sing M.L.C., Cordier C., Saez S., Dolabdjian C., Das J., Gao J., Li J., Viehland D. // IEEE Sensors Journal – 2011. – Т. 11 – № 10 – С.2183–2188.
165. Yaojin W. Comparison of noise floor and sensitivity for different magnetoelectric laminates / Yaojin W., David G., David B., Junqi G., Menghui L., Jiefang L., Dwight V., Gao J., Das J., Xing Z., Li J., Viehland D., Braginski K.S. and A.I., Karo H., Sasada I., Nakayama S., Uchiyama T., Timopheev A.A., Vidal J. V, Kholkin A.L., Sobolev N.A., Timopheev A.A., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Journal of Applied Physics – 2015. – Т. 122 – № 8 – С.84509.
166. Gao J. Magnetoelectric bending-mode structure based on Metglas/Pb(Zr,Ti)O(3) fiber laminates / Gao J., Shen Y., Wang Y., Finkel P., Li J., Viehland D. // IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control. – 2011. – Т. 58 – № 8 – С.1545–1549.
167. Finkel P. Enhanced resonant magnetoelectric coupling in frequency-tunable composite multiferroic bimorph structures / Finkel P., Bonini J., Garrity E., Bussman K., Gao J., Li J.F., Lofland S.E., Viehland D. // Appl. Phys. Lett. – 2011. – Т. 98 – № 9 – С.92905–92907.
168. Chen L. Tunable characteristics of bending resonance frequency in magnetoelectric laminated composites / Chen L., Li P., Wen Y.-M., Zhu Y. // Chin. Phys. B – 2013. – Т. 22 – № 7 – С.77505–77509.
169. Wang Y. Electric-field tuning of magnetoelectric properties in Metglas/piezofiber composites /

Wang Y., Hasanyan D., Li M., Gao J., Viswan R., Li J., Viehland D. // Phys. Stat. Sol. RRL – 2012. – T. 6 – № 5 – C.265–267.
170. Liu G. Colossal low-frequency resonant magnetomechanical and magnetoelectric effects in a three-phase ferromagnetic/elastic/piezoelectric composite / Liu G., Li X., Chen J., Shi H., Xiao W., Dong S. // Appl. Phys. Lett. – 2012. – T. 101 – № 14 – C.142904–142907.
171. Hatipoglu G. Micromachined magnetoflexoelastic resonator based magnetometer / Hatipoglu G., Tadigadapa S. // Appl. Phys. Lett. – 2015. – T. 107 – № 19 – C.192406–192410.
172. Warner A.W. Determination of Elastic and Piezoelectric Constants for Crystals in Class (3m) / Warner A.W., Onoe M., Coquin G.A. // The Journal of the Acoustical Society of America – 1967. – T. 42 – № 6 – C.1223–1231.
173. Nakamura K. Bending Vibrator Consisting of a LiNbO 3 Plate with a Ferroelectric Inversion Layer / Nakamura K., Ando H., Shimizu H., Shimizu K.N. and H.A. and H. // Japanese Journal of Applied Physics – 1987. – T. 26 – № S2 – C.198.
174. Ohnishi N. An Etching Study on a Heat-Induced Layer at the Positive-Domain Surface of LiNbO 3 / Ohnishi N. // Japanese Journal of Applied Physics – 1977. – T. 16 – № 6 – C.1069.
175. Nassau K. The domain structure and etching of ferroelectric lithium niobate / Nassau K., Levinstein H.J., Loiacono G.M. // Applied Physics Letters – 1965. – T. 6 – № 11 – C.228–229.
176. Nakamura K. Hysteresis-free piezoelectric actuators using LiNbO3 plates with a ferroelectric inversion layer / Nakamura K., Shimizu H. // Ferroelectrics – 1989. – T. 93 – № 1 – C.211–216.
177. Blagov A.E.E. An electromechanical x-ray optical element based on a hysteresis-free monolithic bimorph crystal / Blagov A.E.E., Bykov A.S.S., Kubasov I.V. V, Malinkovich M.D.D., Pisarevskii Y.V.Y. V, Targonskii A.V. V, Eliovich I.A.A., Kovalchuk M.V. V // Instruments and Experimental Techniques – 2016. – T. 59 – № 5 – C.728–732.
178. Smits J.G. The constituent equations of piezoelectric bimorphs / Smits J.G., Dalke S.I., Cooney T.K. // Sensors and Actuators A: Physical – 1991. – T. 28 – № 1 – C.41–61.
179. Kubasov I. V Deformation Anisotropy of Y + 128°-Cut Single Crystalline Bidomain Wafers of Lithium Niobate / Kubasov I. V, Popov A. V, Bykova A.S., Temirov A.A., Kislyuk A.M., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Chichkov M. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Bykov A.S., Temirov A.A., Kislyuk A.M., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Chichkov M. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Bykova A.S., Temirov A.A., Kislyuk A.M., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Chichkov M. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Bykov A.S., Temirov A.A., Kislyuk A.M., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Chichkov M. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N. // Russian Microelectronics – 2017. – T. 46 – № 8 – C.557–563.
180. Vidal J.V. Equivalent Magnetic Noise in Magnetoelectric Laminates Comprising Bidomain LiNbO<inf>3</inf> Crystals / Vidal J.V., Turutin A.V., Kubasov I.V., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control – 2017. – T. 64 – № 7.
181. Turutin A.V. Low-frequency magnetic sensing by magnetoelectric metglas/bidomain

LiNbO<inf>3</inf> long bars / Turutin A.V., Vidal J.V., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Journal of Physics D: Applied Physics – 2018. – T. 51 – № 21.
182. Fang C. Equivalent magnetic noise reduction at high frequency range due to polarized direction optimization in Terfenol-D/Pb(Mg1/3Nb2/3)O3-PbTiO3 magnetoelectric laminate sensors / Fang C., Ma J., Yao M., Di W., Lin D., Xu H., Wang W., Luo H. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2017. – T. 423 – C.106–110.
183. Giang D.T.H. Geomagnetic sensors based on Metglas/PZT laminates / Giang D.T.H., Duc P.A., Ngoc N.T., Duc N.H. // Sens. Actuators A-Phys. – 2012. – T. 179 – C.78–82.
184. Duc N.H. Metglas/PZT-Magnetoelectric 2-D Geomagnetic Device for Computing Precise Angular Position / Duc N.H., Tu B.D., Ngoc N.T., Lap V.D., Giang D.T.H. // IEEE Trans. Magn. – 2013. – T. 49 – № 8 – C.4839–4842.
185. Bian L. Magnetostrictive stress induced frequency shift in resonator for magnetic field sensor / Bian L., Wen Y., Li P., Wu Y., Zhang X., Li M. // Sens. Actuators A-Phys. – 2016. – T. 247 – C.453–458.
186. Fetisov Y.K. High-Sensitivity Wideband Magnetic Field Sensor Using Nonlinear Resonance Magnetoelectric Effect / Fetisov Y.K., Burdin D.A., Chashin D. V, Ekonomov N.A. // IEEE Sensors Journal – 2014. – T. 14 – № 7 – C.2252–2256.
187. Wang Y. Magnetoelectrics for magnetic sensor applications: status, challenges and perspectives / Wang Y., Li J., Viehland D. // Materials Today – 2014. – T. 17 – № 6 – C.269–275.
188. Vrba J. SQUID sensor array configurations for magnetoencephalography applications / Vrba J., Robinson S.E. // Superconductor Science and Technology – 2002. – T. 15 – № 9 – C.R51–R89.
189. Ikezawa K. Decreased alpha event-related synchronization in the left posterior temporal cortex in schizophrenia: A magnetoencephalography-beamformer study / Ikezawa K., Ishii R., Iwase M., Kurimoto R., Canuet L., Takahashi H., Nakahachi T., Azechi M., Ohi K., Fukumoto M., Yasuda Y., Iike N., Takaya M., Yamamori H., Kazui H., Hashimoto R., Yoshimine T., Takeda M. // Neuroscience Research – 2011. – T. 71 – № 3 – C.235–243.
190. Wu Z. Influence of shape demagnetizing effect on piezomagnetic coefficient in magnetostrictive/piezoelectric laminate composite IEEE, 2012. – 751–754c.
191. Cui X. Theoretical analyses on effective magnetoelectric coupling coefficients in piezoelectric/piezomagnetic laminates / Cui X., Dong S. // Journal of Applied Physics – 2011. – T. 109 – № 8 – C.83903.
192. Guo L. Magnetoelectric analysis of a bilayer piezoelectric/magnetostrictive composite system with interfacial effect / Guo L., Zhang H., Lu R., Yu G. // Composite Structures – 2015. – T. 134 – C.285–293.
193. Silva M. Optimization of the Magnetoelectric Response of Poly(vinylidene fluoride)/Epoxy/Vitrovac Laminates / Silva M., Reis S., Lehmann C.S., Martins P., Lanceros-Mendez S., Lasheras A., Gutiérrez J., Barandiarán J.M. // ACS Appl. Mater. Interfaces – 2013. – T. 5 – № 21 – C.10912–10919.
194. Shen Y. Analysis of the environmental magnetic noise rejection by using two simple magnetoelectric sensors / Shen Y., Gao J., Shen L., Gray D., Li J., Finkel P., Viehland D., Zhuang X.,

Saez S., Dolabdjian C. // Sens. Actuators A Phys. – 2011. – Т. 171 – № 2 – С.63–68.