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

На правах рукописи

Данилов Георгий Егорович

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ И СРЕДСТВ СКАНИРУЮЩЕЙ ГМИ-МАГНИТОМЕТРИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И ИЗДЕЛИЙ

1.3.8 Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук
Гудошников Сергей Александрович

Москва – 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ 4

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ О МЕТОДАХ СКАНИРУЮЩЕЙ МАГНИТОМЕТРИИ 11

1.1. Методы сканирующей магнитометрии 12

1.1.1. Общее описание метода сканирующей магнитометрии 12

1.1.2. Существующие прототипы сканирующих магнитометров и их рабочие характеристики 12

1.1.3. Магнитометр на основе датчика гигантского магнитного импеданса (ГМИ-магнитометр) 18

1.2. Свойства аморфных ферромагнитных микропроводов (АФМ) 21

1.2.1. Общее описание АФМ и технология Улитовского-Тейлора 21

1.2.2. Эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ) 26

1.2.3. АФМ на основе железа 30

1.2.4. АФМ на основе кобальта 31

1.3. ГМИ-датчик на основе отрезка АФМ на основе кобальта 33

1.3.1. Эффект ГМИ в АФМ на основе кобальта 33

1.3.2. Характеристики ГМИ-датчика 36

1.4. Сканирующий ГМИ-магнитометр 38

1.4.1. Принципиальная схема, компоненты и характеристики 38

1.4.2. Результаты предыдущих исследований 40

1.4.3. Потенциал развития метода и постановка задачи 42

ГЛАВА 2. СКАНИРУЮЩИЙ ГМИ-МАГНИТОМЕТР 43

2.1. Конструкция сканирующего магнитометра 43

2.1.1. Оптимизация учетно-измерительной части сканирующего магнитометра 43

2.1.2. Источник внешнего магнитного поля 44

2.2. Программный комплекс для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов 46

ГЛАВА 3. КАЛИБРОВОЧНЫЕ ИСПЫТАНИЯ СКАНИРУЮЩЕГО ГМИ-МАГНИТОМЕТРА 53

3.1. Расчетная модель магнитного поля рассеяния двухпроводной токовой линии 53

3.2. Экспериментальное исследование магнитного поля двухпроводной линии 55

ГЛАВА 4. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ГМИ-МАГНИТОМЕТРА 60

4.1. Определение магнитных параметров слаботочных проводящих структур 60

4.1.1. Примеры магнитных изображений реальных объектов 60

4.1.2. Практикум для студентов 62

4.2. Исследования остаточной намагниченности образцов знаков текста, содержащих микроконцентрации магнитных наночастиц оксида железа . 64

4.3. Исследования намагниченности образцов аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe 72

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ 81

ЛИТЕРАТУРА 83

ПРИЛОЖЕНИЕ А 95

ПРИЛОЖЕНИЕ Б 96

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность

Аморфные ферромагнитные микропровода, покрытые стеклянной оболочкой, с диаметром металлической жилы 10–20 микрометров, обладают уникальными электродинамическими характеристиками. В слабых магнитных полях в микропроводах на основе кобальта может наблюдаться эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ-эффект), заключающийся в существенном изменении импеданса микропровода при возбуждении небольшим высокочастотным током [1]. На основе этого эффекта развиваются технологии создания миниатюрных высокочувствительных ГМИ-датчиков для измерения однородных магнитных полей, таких как вариации магнитного поля Земли или остаточные поля внутри магнитных экранов. Благодаря своим малым размерам ГМИ-датчики могут использоваться и в сканирующих магнитометрах, предназначенных для измерения и визуализации неоднородных локальных магнитных полей вблизи поверхности образцов. Анализ распределения магнитных полей позволяет получать дополнительную информацию о намагниченности и ряде других магнитных характеристик образцов.

В настоящее время существуют различные методы сканирующей магнитометрии, которые используются в биомедицинских приложениях (магнитокардиография и магнитоэнцефалография), в области магнитного неразрушающего контроля и при проведении научных физических исследований. Эти методы отличаются чувствительностью по уровню регистрируемого магнитного сигнала, размерами измеряемых магнитных неоднородностей, диапазоном внешних подмагничивающих полей и температур, стоимостью и т. д. Например, метод магнитно-силовой микроскопии позволяет визуализировать локальные магнитные неоднородности размерами порядка несколько микрометров, но данный метод

позволяет получать только качественные изображения магнитных неоднородностей. Метод СКВИД-магнитометрии обладает рекордной (менее 0,01 нТл) чувствительностью по магнитному полю, однако из-за большого расстояния между датчиком и исследуемым объектом (необходимости охлаждения датчиков до криогенных температур) позволяет различать магнитные неоднородности объектов размерами порядка 5-10 мм. Для сканирующих магнитометров с датчиками на основе эффекта Холла характерна невысокая чувствительность по магнитному полю (порядка 1 мкТл), но они позволяют детектировать магнитные особенности размерами в доли миллиметров.

В данной работе для измерения локальных магнитных полей слабомагнитных образцов предлагается использовать новый магнитный ГМИ-датчик на основе аморфного ферромагнитного микропровода с циркулярной магнитной анизотропией [2]. Такие ГМИ-датчики позволяют измерять магнитные особенности размерами порядка единиц миллиметров и при этом характеризуются высокой магнитной чувствительностью, порядка 10 нТл. Ожидается, что применение ГМИ-датчиков существенно расширит возможности метода сканирующей магнитометрии при исследованиях локальных магнитных свойств новых слабомагнитных материалов и образцов.

Цели и задачи диссертационной работы

Целью данной работы являлось дальнейшее развитие методов и средств сканирующей ГМИ-магнитометрии для количественного измерения и визуализации пространственного распределения магнитных полей рассеяния вблизи образцов с малым, менее 1 мкА·м^2 магнитным моментом, представляющих собой слаботочные проводящие структуры, ансамбли магнитных наночастиц и аморфные ферромагнитные микропровода.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. Модернизация имеющегося сканирующего ГМИ-магнитометра, включающая:
   - добавление источника продольного магнитного поля для намагничивания образцов,
   - оптимизацию измерительной части, обеспечивающей регистрацию перпендикулярной компоненты магнитного поля вблизи поверхности намагниченного образца,
   - разработку специализированного программного обеспечения для регистрации и визуализации распределения перпендикулярной компоненты магнитного поля и сравнения с модельными расчетами.
2. Разработка методик магнитной калибровки выходного сигнала ГМИ-датчика и проведение количественных измерений перпендикулярной компоненты локальных неоднородных магнитных полей рассеяния образца; определение пространственного разрешения сканирующего ГМИ-магнитометра.
3. Разработка методики и проведение количественных измерений магнитных полей рассеяния вблизи поверхности образцов с остаточным магнитным моментом менее 1 мкА·м^2; исследования остаточной намагниченности образцов, содержащих микроконцентрации магнитных наночастиц оксида железа.
4. Разработка методики и проведение количественных измерений магнитных полей рассеяния вблизи поверхности образцов при их намагничивании продольным магнитным полем; исследования распределения намагниченности образцов аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Экспериментальный метод сканирующей ГМИ-магнитометрии с улучшенными характеристиками по магнитной чувствительности (до 10 нТл), пространственному разрешению (до 1,3 мм) и возможностью задания

продольного поля подмагничивания в диапазоне ± 600 А/м может быть использован для изучения пространственных распределений перпендикулярной компоненты магнитных полей объектов с магнитным моментом менее 1 μА×м^2.

2. Способ магнитной калибровки сканирующего ГМИ-магнитометра по известному пространственному распределению магнитного поля двухпроводной линейной токовой структуры, позволяет определить эффективный размер ГМИ-датчика, его магнитную чувствительность и получить количественное распределение локальных магнитных полей, порождаемых исследуемым объектом.

3. Количественные данные пространственных распределений магнитных полей образцов знаков текста, напечатанных на лазерном принтере и содержащих микроколичества наночастиц оксида железа, могут быть использованы при определении остаточной намагниченности и остаточного магнитного момента, а также концентрации магнитных наночастиц оксида железа, содержащихся в отдельном текстовом знаке

4. Измерение пространственных распределений магнитных полей образцов аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe, при их намагничивании в продольных магнитных полях, позволяет определить величину намагниченности насыщения, ширину замыкающих доменов и значение критического магнитного поля, при котором происходит скачкообразное переключение намагниченности микропровода.

Научная новизна

Представленный в данной работе метод сканирующей магнитометрии, в котором в качестве чувствительного элемента используется ГМИ-датчик, является новым. В работе впервые предложена специальная процедура калибровки ГМИ-датчика, позволяющая получать количественные значения неоднородных локальных магнитных полей вблизи исследуемых объектов.

Для образцов знаков текста, содержащих микроконцентрации магнитных наночастиц оксида железа Fe_3O_4, впервые получены их количественные магнитные изображения и определена величина остаточного магнитного момента. Показано, что неинвазивные измерения остаточного магнитного момента образцов текстов могут использоваться для их идентификации в задачах судебной экспертизы.

Помимо образцов, содержащих ансамбли магнитных наночастиц для одномерных магнетиков в виде аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe, впервые показано, что распределение магнитных полей вблизи отрезка микропровода позволяет получить данные о распределении намагниченности микропровода и оценить ширину замыкающих доменов микропровода во внешнем поле произвольной величины.

Практическая значимость работы

Представленные в работе результаты являются примерами потенциальных применений разработанного высокочувствительного миниатюрного ГМИ-датчика и метода сканирующей ГМИ-магнитометрии в целом. В частности, результаты измерений магнитных полей рассеяния вблизи токовых структур показывают возможность бесконтактного определения расположения токовых линий, нахождения величины тока в них, обнаружения неисправностей в виде закороток в электронных схемах и другие применения.

На основе полученных результатов измерений остаточных магнитных полей знаков текста, содержащих микрограммы магнитных наночастиц, могут быть разработаны методы определения подлинности документов и ценных бумаг для применений в задачах судебной экспертизы, а также методы определения микроколичеств магнитного вещества в смесях или биологических тканях.

Возможность регистрации магнитных полей миллиметровых отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов показывает потенциальную возможность разработки на их основе магнитных микрометок, которые могут

устанавливаться на поверхности различных изделий и обеспечивать подтверждение их подлинности.

Достоверность полученных результатов

В работе были получены результаты, основанные на проведении экспериментов с применением современного научного оборудования и стандартных методов статистической обработки данных. Набор взаимодополняющих экспериментальных методик, воспроизводимость результатов и правильный выбор приближений позволили добиться достоверности полученных результатов.

Апробация работы

Основные результаты научно-квалификационной работы были представлены на 7 российских и международных конференциях в виде стендовых и устных докладов: The Joint European Magnetic Symposia 2020 JEMS2020 (7-11.12.2020, онлайн), 11th International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition (17-23.10.2021, Мугла, Турция), VIII Euro-Asian Symposium “Trends in Magnetism” (22-26.08.2022, Казань, РФ), 12th International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition (13-19.10.2022, Олюдениз, Турция), Современная химическая физика XXXIV Симпозиум (16-25.09.2022, Туапсе, РФ), L Международная научно-практическая конференция «Российская наука в современном мире» (30.11.2022, Москва, РФ), Современная химическая физика XXXV Симпозиум (18-28.09.2023, Туапсе, РФ).

Результаты диссертационного исследования были получены в рамках выполнения 2 грантов: гранта Российского научного фонда №20–19–00607, https://rscf.ru/project/20-19-00607, программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП1-П01.

Личный вклад автора

Автор принимал непосредственное участие в критическом анализе литературы по теме диссертационной работы. Выполнил значительный объем экспериментальных исследований (подготовка образцов, разработка методик исследований, проведение измерений, разработка программного обеспечения и написание технической документации к ней, визуализация результатов). Принимал участие в разработке теоретических моделей, формировании научных положений, анализе и оформлении результатов в виде публикаций и научных докладов.

Публикации

Основные результаты диссертации опубликованы в 2 статьях в рецензируемых научных журналах, индексируемых Scopus, а также 1 статья опубликована журнале из списка рекомендованных Высшей аттестационной комиссией Российской Федерации для опубликования основных научных результатов диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук, и 7 тезисах докладов. Получено 1 свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ рег. № 2023682992 и 1 патент на изобретение рег. № 2814644.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы и списка собственных публикаций. Полный объем работы составляет 96 страниц, включая 37 рисунков, 1 таблицу, 14 формул, 113 литературных ссылок и 2 приложения.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ О МЕТОДАХ СКАНИРУЮЩЕЙ МАГНИТОМЕТРИИ

В настоящей главе представлен обзор литературы и проведен анализ существующих методов сканирующей магнитометрии, позволяющих измерять и визуализировать неоднородные локальные магнитные поля вблизи поверхности образцов. Основное внимание уделено особенностям сканирующих магнитометров, в которых в качестве чувствительного элемента используется ГМИ-датчик.

В разделе 1.1 приводится обзор существующих методов сканирующей магнитометрии и сравнительный анализ характеристик их чувствительных элементов. В разделе 1.2 дается определение ГМИ-эффекта и описана природа возникновения магнитной анизотропии в аморфных микропроводах. Рассматривается циркулярная и геликоидальная модели стационарного распределения намагниченности в аморфных микропроводах на основе кобальта. В разделе 1.3 описано устройство и принципиальная схема подключения ГМИ-датчика. Рассмотрен недиагональный ГМИ-эффект в аморфных кобальтовых микропроводах. В разделе 1.4 описан метод сканирующей магнитометрии на основе ГМИ-датчика для измерения слабых локальных магнитных полей и приведена конструкция сканирующего ГМИ-магнитометра. На примере ряда работ показаны возможности метода сканирующей магнитометрии с использованием ГМИ-датчика.

Здесь и дальше речь будет идти преимущественно о магнитных свойствах АФМ типа Co-Fe-Si-B, так как микропровода с данной конфигурацией были использованы для изготовления чувствительного элемента для ГМИ-датчика.

1.1. Методы сканирующей магнитометрии

1.1.1. Общее описание метода сканирующей магнитометрии

Метод сканирующей магнитометрии является мощным способом измерения и анализа локальных магнитных свойств поверхности. Сканирующая магнитометрия основана на использовании магнитометров – устройств, предназначенных для измерения магнитных полей. Она предполагает последовательное измерение магнитных полей в разных точках пространства с целью создания карты или изображения магнитных свойств объекта. Магнитометр фиксирует величину магнитного поля с помощью чувствительного датчика, затем в нем происходит преобразование магнитного поля в напряжение. Принцип работы зависит от типа магнитометра, но неизменным является наличие однозначного соответствия между измеряемым полем и откликом измерительного устройства.

Сканер в данном контексте представляет собой систему, осуществляющую перемещение магнитометра вдоль выбранной траектории и сбор данных в каждой точке. Для получения локального магнитного изображения кончик датчика перемещается с помощью шаговых двигателей над столиком с образцом и формирует развертку по строкам. В каждой точке развертки фиксируется значение, характеризующая величину компоненты магнитного поля. Измеренные значения формируют таблицу данных, которая и представляет собой магнитную карту поверхности.

Локальная сканирующая магнитометрия предоставляет возможность получения детальной информации о магнитных свойствах материалов на микро- и наномасштабах, что делает ее важным инструментом для множества научных и инженерных исследований.

1.1.2. Существующие прототипы сканирующих магнитометров и их рабочие характеристики

Принцип работы большинства сканирующих магнитометров заключается в относительном перемещении миниатюрного магнитного

датчика вблизи поверхности образца, поточечном измерении распределения компоненты магнитного поля над его поверхностью и последующем представлении полученных данных в виде двумерных или трехмерных изображений магнитного поля, порождаемого намагниченностью образца. К наиболее распространенным сканирующим магнитометрам относятся магнитно-силовые микроскопы [3], сканирующие Холл- [4, 5] и СКВИД-магнитометры [6, 7, 8, 9]. Относительно недавно появились сканирующие ГМИ-магнитометры [10, 11], в которых используются высокочувствительные ГМИ-датчики [12]. Указанные методы различаются по уровню магнитной чувствительности, пространственному разрешению, динамическому диапазону, уровню внешних подмагничивающих полей, рабочей температурой и т. д. Также немаловажно что сканирующая магнитометрия характеризуется неинвазивностью исследования, что позволяет изучать объекты без их разрушения или повреждения. Свойство неинвазивности особенно важно при исследовании биологических образцов или дорогих наноматериалов.

На рисунке 1 приведена сравнительная диаграмма магнитных полей и характерных размеров образцов, для которых целесообразно использование того или иного метода сканирующей магнитометрии. Как следует из представленных данных, сканирующие ГМИ-магнитометры занимают промежуточное положение между магнитно-силовыми микроскопами и сканирующими СКВИД-магнитометрами.

Принцип работы магнитных датчиков основан на непосредственном преобразовании внешнего магнитного поля в пропорциональное изменение выходного напряжения или сопротивления датчика. Полевая чувствительность и пространственное разрешение магнитного датчика играют ключевую роль в определении режима его работы и возможных применений.

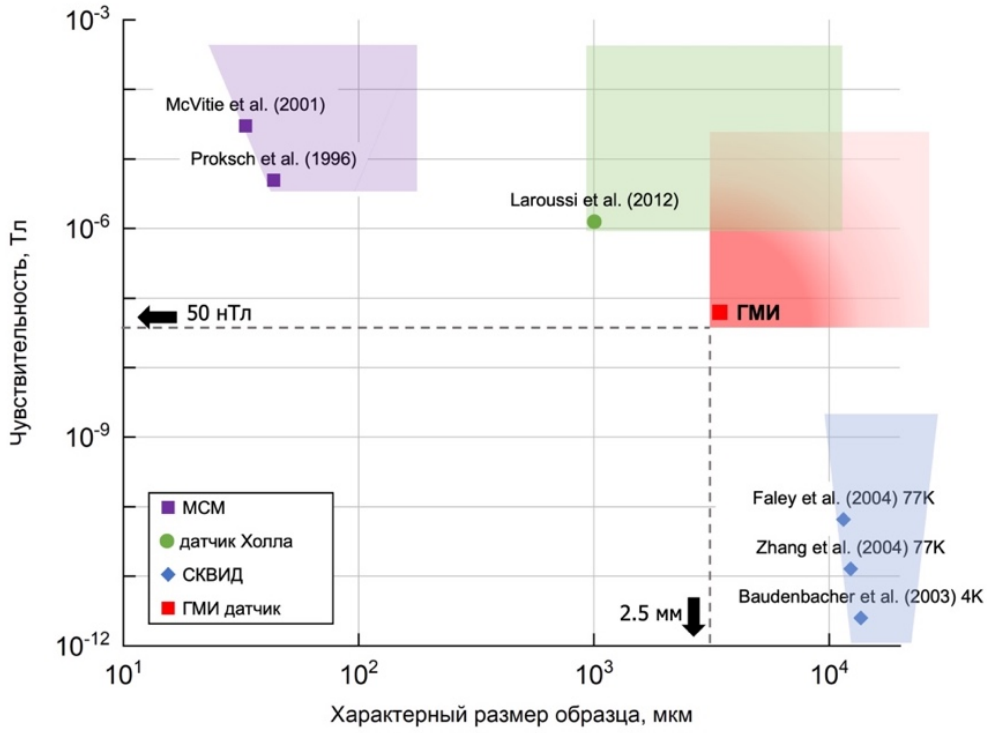


Рисунок 1 – Сравнение характеристик различных сканирующих магнитометров. Красная область обозначает диапазон магнитных полей и характерных размеров образцов доступных сканирующему ГМИ-магнитометру.

Магнитно-силовой микроскоп (МСМ*)* представляет собой мощный инструмент для исследования магнитных свойств материалов на микро- и наномасштабах [13, 14, 15]. Его принцип работы основан на сочетании методов атомно-силовой микроскопии и магнитометрии, что позволяет получать качественные магнитные изображения поверхностей образцов с высоким разрешением. Принцип работы МСМ заключается в измерении силового взаимодействия между зондом и поверхностью образца. Зонд, обычно представляющий собой магнитный игольчатый датчик, поднесен к образцу на очень близком расстоянии. Когда зонд находится вблизи образца между ними возникают Ван-дер-ваальсовы силы, а при увеличенном расстоянии – магнитные силы. Сначала зонд создает топографическое изображение в области, где сила Ван-дер-Ваальса доминирует. Затем он

перемещается в область, где действует магнитная сила, и выполняет сканирование МСМ-изображения, как показано на рисунке 2.

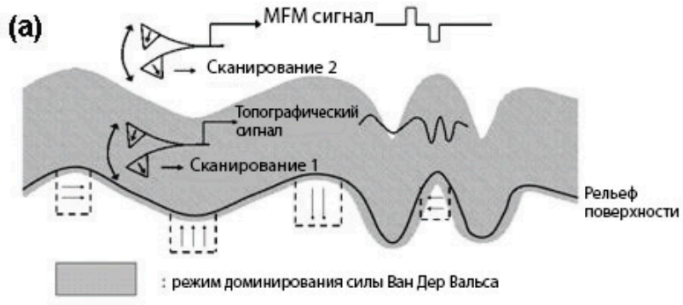


Рисунок 2– Схема измерения магнитно-силового микроскопа.

Датчики Холла очень широко распространены практически во всех областях, где необходимо измерять и контролировать магнитные поля, они компактны, надежны и имеют низкую стоимость. В работе [4] датчик Холла был включен в состав сканирующего магнитометра с целью анализа магнитных свойств минералов в геологических образцах. Данный сканирующий магнитометр состоял из датчика Холла, который располагался на расстоянии 140 мкм над образцом, электромагнита для намагничивания образца постоянным магнитным полем до 500 мТл, второго датчика Холла, расположенного в градиометрической конфигурации для подавления фонового сигнала электромагнита и снижения общего шума системы и специального сканирующего XY-штатива с шаговыми двигателями с микрометровым разрешением. В системе было достигнуто пространственное разрешение 200 мкм при шуме 300 нТл/Гц$^{1/2}$ на частоте 6,0 Гц в неэкранированной среде. Магнитный момент геологических образцов был успешно измерен с точностью до 1,3 × 10^{-11} А·м^2. Для измерения параметров паразитных полей в массивах микромагнитов, а также для определения характеристик и визуализации магнитных полей на поверхности объемных магнитов также используется сканирующий магнитометр на основе датчика Холла [5]. Этот магнитометр обладает высокой разрешающей способностью:

пространственное разрешение ограничено размером датчика Холла в 1 мкм. Магнитометр способен проводить сканирование на расстоянии <2 мкм от поверхности образца с шагом всего 0,1 микрометра, даже на больших площадях (несколько миллиметров), учитывая рельеф и наклон образца. Используемые датчики позволяют регистрировать магнитные поля до порядка ~1 Т с высоким полевым разрешением 100 мкТл, ограниченным шумами системы при сканировании.

Про СКВИД-магнитометры (сверхпроводящий квантовый интерферометр) известно, что они обладают рекордной высокой чувствительностью по полю [7, 8, 9, 16]. В исследовании, описанном в работе [17], сканирующий магнитный микроскоп (СММ) с пространственным разрешением 25 микрометров использовался для изучения магнитных характеристик объектов, находящихся при комнатной температуре. Этот микроскоп включал в себя высокотемпературный сверхпроводниковый (ВТСП) СКВИД-датчик постоянного тока, который подвешен в вакуумной среде на саморегулирующейся стойке, и сосуд Дьюара с жидким азотом. Кроме того, в систему входили XY-сканирующий столик и компьютерная система управления. СКВИДы на основе ВТСП были специально настроены для достижения наилучшего пространственного и полевого разрешения при работе при криогенных температурах. Измерения проводились внутри магнитного экрана, и типичный уровень шума СКВИДов составлял 10 пкТл·Гц$^{-1/2}$ и имел "белый" характер до частот около 10 Гц, увеличиваясь до 20 пкТл·Гц$^{-1/2}$ при частоте 1 Гц. Высокоразрешающий видеотелескоп и система позиционирования по оси Z с точностью в 1 мкм обеспечивали точное позиционирование образца под датчиком. Особенностью данного микроскопа являлось его способность работать в неэкранированных условиях окружающей среды с магнитными полями до 0,15 мкТл, что позволило провести 2D-картографирование локальной магнитной восприимчивости объектов как по переменному, так и постоянному току.

В настоящее время практически во всех магнитных лабораториях для исследования поведения намагниченности веществ используется вибрационный магнитометр, так называемый магнитометр Фонера [18]. Принцип действия прибора основывается на измерении поля образца, который колеблется в однородном магнитном поле, таким образом регистрируется зависимость магнитного момента от намагничивающего поля, измеряется петля гистерезиса. Авторы современных учебных практикумов комментируют: «лучшие серийные образцы вибрационных магнитометров, работающие в широком диапазоне температур и магнитных полей, имеют чувствительность 10^{-5}–10^{-6} Гс·см^3» [19]. Однако, поместив детектирующие катушки в температуру жидкого гелия, по мнению Фонера, можно добиться повышения величины чувствительности магнитометра еще на несколько порядков.

Определим пространственное разрешение магнитного сканера как минимальное расстояние между двумя близко лежащими магнитными объектами, на котором возможно надежно отличить профиль создаваемого ими поля от профиля поля, создаваемого более крупным магнитным объектом. Понятно, что в качестве пробных элементов для определения пространственного разрешения измерительного прибора имеет смысл выбирать объекты, у которых измеряемая компонента поля быстро спадает при удалении от них. Подходящими кандидатами на эту роль могут выступать два одинаковых точечных магнитных диполя. Критерий Релея гласит, что при провале в распределении интенсивности в изображении двух близких точек в 20% точки будут восприниматься как раздельные [20]. Для этого необходимо, чтобы центральный максимум в изображении одной точки приходился бы на первый минимум в изображении другой. В качестве критерия различимости сигнала двух диполей от сигнала одного, может быть, размазанного, диполя можно выбрать, по аналогии с оптикой, отношение высоты центрального «бугорка» на рисунке 3 к величине минимума, определяемого по формуле (1):

$$k = \frac{bpz_{min} - bpz_{max}}{bpz_{min}} \quad (1)$$

Задавшись пороговой величиной k, тем самым можно определить минимальное расстояние между объектами, на котором они будут восприниматься как отдельные.

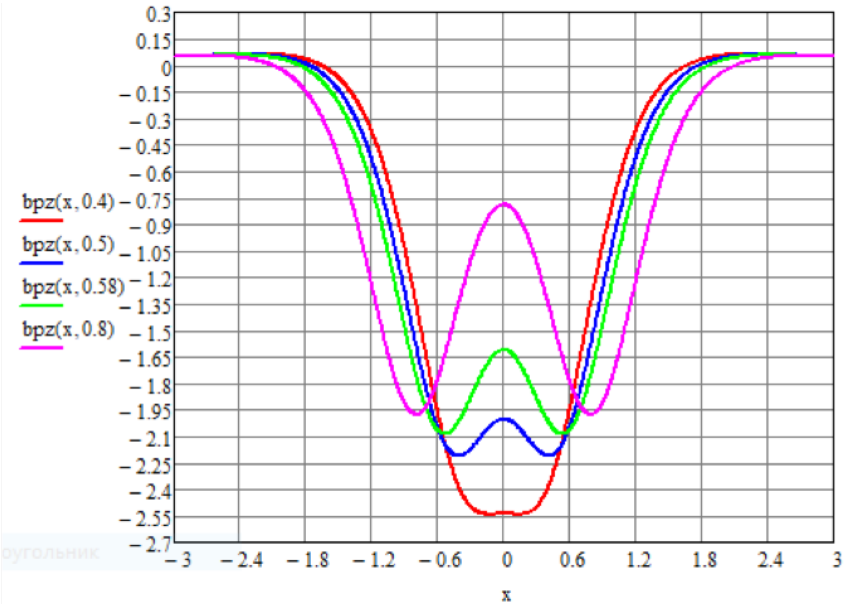


Рисунок 3 – Магнитный сигнал от двух одинаковых точечных магнитных диполя. Синей линии на графике соответствует расстояние между диполями $2u/z = 1$ и коэффициент $k = 0{,}1$, а зеленой линии соответствует $2u/z = 1{,}16$ и коэффициент $k = 0{,}2$.

1.1.3. Магнитометр на основе датчика гигантского магнитного импеданса (ГМИ-магнитометр)

Каждый метод сканирующей магнитометрии имеет свои ограничения и преимущества, и выбор метода зависит от конкретных целей и условий исследования. К примеру, метод магнитно-силовой микроскопии позволяет визуализировать локальные магнитные поля с пространственным

разрешением до нескольких микрометров, но данным методом возможно получать только качественное изображение магнитных полей [3]. Метод СКВИД-магнитометрии обладает рекордной чувствительностью порядка 1 нТл, однако имеет низкое пространственное разрешение при измерениях объектов с комнатной температурой из-за большой высоты сканирования, порядка 10 мм и более, связанной с необходимостью охлаждения датчиков до криогенных температур [7, 8, 9, 16]. Магнитометры на основе эффекта Холла широко распространены, недороги в эксплуатации, но чувствительность таких датчиков достигает лишь порядка 1 мкТл [4, 5]. Основные недостатки метода вибрационной магнитометрии при измерениях связаны с ограничением длины измеряемых образцов – длина образца не должна превышать более 5–7 мм из-за фиксированного размера рабочей зоны приемных индукционных катушек. Также вибрационный магнитометр не обладает достаточной чувствительностью при измерениях образцов с малым <1 мкА·м^2 магнитным моментом, например, отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов.

Открытие нового магнитного явления – гигантского магнитоимпеданса (ГМИ) в аморфных сплавах на основе металлов способствует разработке высокоэффективных магнитных датчиков [1, 6]. Сканирующий магнитометр, разработанный на основе ГМИ-датчика (схема устройства представлена на рисунках 4, 5), был использован при исследовании локальных магнитных полей рассеяния объектов в ряде работ [1, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 29, 30, 31, 32, 33]. Было показано, что основанные на ГМИ-эффекте магнитные сенсоры в составе сканирующих магнитометров обладают рядом преимуществ по сравнению с традиционными магнитными датчиками. Решающим фактором является сверхвысокая чувствительность ГМИ-датчиков. Метод сканирующей ГМИ-магнитометрии на основе датчика гигантского магнитного импеданса выгодно выделяется на фоне остальных методов магнитометрии. С помощью данного метода могут быть измерены образцы с крайне малым (<<1 мкА·м^2) магнитным моментом, недоступные для измерений с помощью вибрационных

и сканирующих магнитометров. Такие устройства позволяют проводить измерения вертикальной магнитной компоненты полей рассеяния $B_z(x,y)$ вблизи поверхности образца при его намагничивании внешними продольными магнитными полями и получать количественные изображения магнитных полей исследуемых образцов сантиметровых размеров (>>5 мм). Низкая стоимость и малые размеры так же потенциально могут способствовать широкому применению в локальной магнитометрии.

В пунктах 1.4, 2.1 более подробно рассмотрены характеристики ГМИ-датчика и конструкция сканирующего ГМИ-магнитометра. На примере ряда реальных слабомагнитных объектов были представлены возможности метода сканирующей магнитометрии с использованием ГМИ-датчиков.

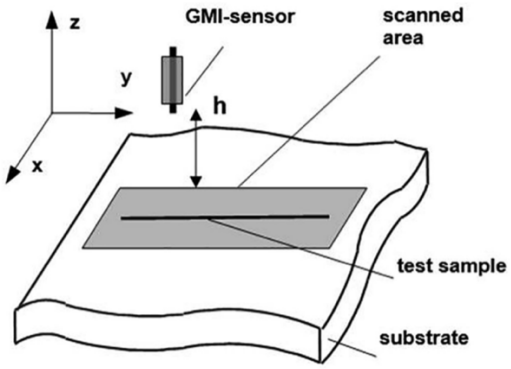
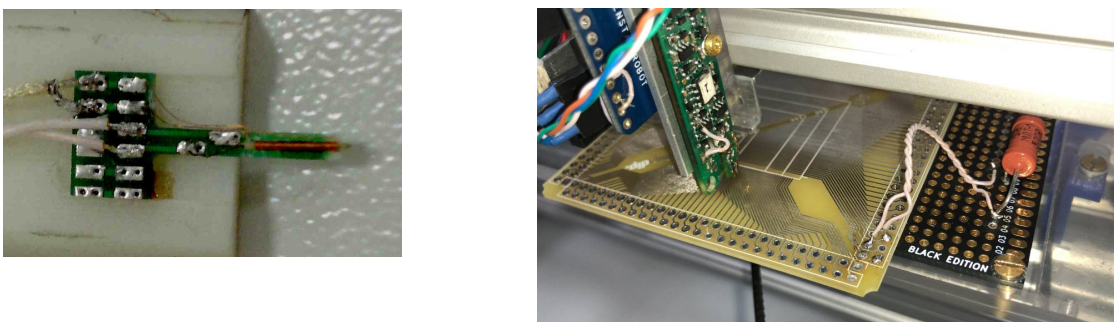


Рисунок 4 – Принципиальная схема измерительной части прототипа сканирующего ГМИ-магнитометра.



а) б)

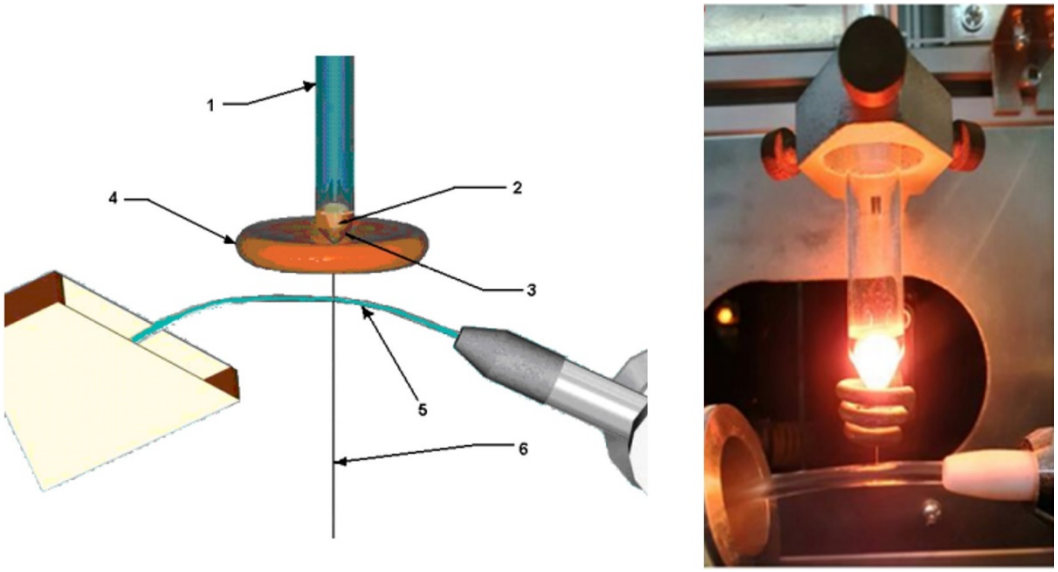
Рисунок 5 – а) Фотография ГМИ-датчика и б) ГМИ-магнитометра во время измерения тока, текущего по дорожкам печатной платы.

1.2. Свойства аморфных ферромагнитных микропроводов (АФМ)

1.2.1. Общее описание АФМ и технология Улитовского-Тейлора

Технология Улитовского-Тейлора представляет собой метод получения тонких аморфных микропроводов путем механической вытяжки размягченного стеклянного капилляра с расплавленным металлом при их одновременном охлаждении с помощью воды или специального масла. Процесс начинается с помещения нескольких граммов металла или сплава внутрь стеклянной трубки, которая затем подвергается воздействию высокочастотного индуктора. Под его воздействием металл расплавляется, что, в свою очередь, размягчает стекло и создает каплю металла, окруженную размягченным стеклом. Затем к донышку капли припаивается стеклянная палочка – оттяжка, и начинается процесс вытягивания стеклянного волокна. Это волокно наматывается на вращающуюся бобину. В определенных условиях расплавленный металл увлекается в формированный стеклом капилляр, что приводит к образованию микропровода с непрерывной стеклянной оболочкой. Внизу капли находится струя жидкости, такой как вода или масло, которая выполняет функцию охлаждения микропровода.

Этот метод позволяет получать микропровода из разнообразных материалов, включая различные металлы, сплавы, полупроводники и полуметаллы. Он особенно полезен для создания микропроводов из хрупких материалов, таких как чугун, висмут и германий, которые трудно обрабатывать другими способами [34, 35, 36]. Благодаря высоким скоростям охлаждения, достигающим 10^6–10^7 градусов в секунду, удается получить аморфную структуру металлической жилы микропровода. Схема технологического процесса Улитовского-Тейлора представлена на рисунке 6.



а) б)

Рисунок 6 – Схема технологического процесса Улитовского-Тейлора для получения покрытого стеклянной оболочкой микропровода: а) 1 – стеклянная трубка, 2 – слиток сплава, 3 – стеклянный конус, 4 – индукционное кольцо, 5 – охлаждающая (водяная или масляная) струя, 6 – микропровод со стеклянной оболочкой и б) фотография части экспериментальной установки для изготовления микропроводов.

Используемые в данной работе микропровода на основе кобальта были изготовлены по технологии Улитовского-Тейлора [34, 37] на кафедре Цветных металлов и золота НИТУ «МИСИС» на установке ITMF-3. Данные микропровода обладают значительным потенциалом для применения в разнообразных технических устройствах, таких как датчики слабых магнитных полей, датчики растягивающих и скручивающих напряжений и другие [38, 39, 40, 41].

Установка для литья микропровода ITMF-3 предназначена для получения микропроводов в промышленных и лабораторных условиях по технологии Улитовского-Тейлора с диаметром металлической жилы от 2 до 50 мкм и толщиной стеклянной оболочки в пределах от 2 до 15 мкм. На установке данным способом могут быть получены микропровода из ряда чистых металлов: меди, золота, серебра и др., а также сплавов на основе различных

металлов, в частности железа, кобальта, никеля. Установка позволяет получать непрерывные отрезки микропровода длиной до 1 км и более. Высокие скорости закалки, обеспечиваемые особенностью самого аморфного композита, в частности его небольшой диаметр, а также технологическим процессом литья, позволяют получать различные структуры металлической жилы – поликристаллические, микрокристаллические и аморфные. Фотография установки приведена на рисунке 7.



Рисунок 7 – Внешний вид установки ITMF-3.

Для изготовления чувствительного элемента будущего ГМИ-сенсора эмпирическим путем был выбран сплав с высокой стеклообразующей способностью с составом $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$, изготовленный из шихтовых материалов коммерческой чистоты, который обеспечивает получение АФМ по методу Улитовского-Тейлора с высоким комплексом механических и магнитных свойств. Микрофотография изготовленного по данному методу аморфного ферромагнитного микропровода представлена на рисунке 8.

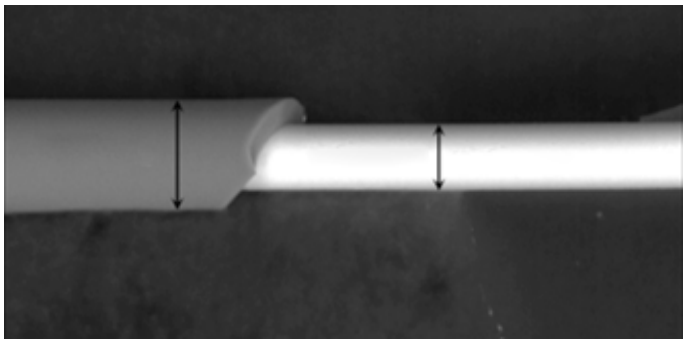


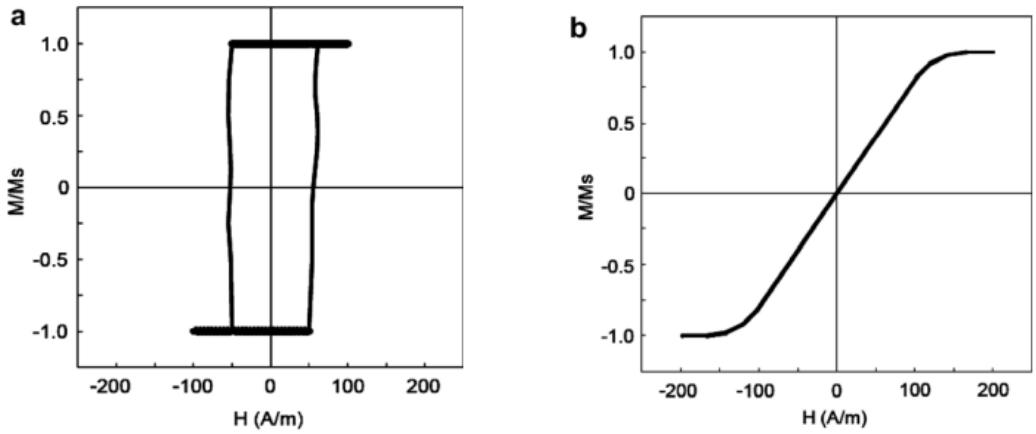
Рисунок 8 – Микрофотография АФМ в составе ГМИ-магнитометра с составом $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$, длиной 5 мм и диаметром металлической жилы 20 мкм и полным диаметром 28 мкм, произведенный по технологии Улитовского-Тейлора.

Хорошо известно [1, 42, 43, 44, 45], что магнитная анизотропия и доменная структура аморфных ферромагнитных микропроводов определяется в основном остаточными закалочными напряжениями, возникающими при быстром затвердевании металлических сплавов в процессе изготовления. При изготовлении в АФМ возникает сложное радиальное распределение внутренних напряжений с продольной z, радиальной ρ и круговой φ составляющими, что связано с разной скоростью закалки поверхностного слоя и центральной области проволоки [12, 46]. Здесь знак и величина константы магнитострикции (λ_s) определяют распределение намагниченности в проводах. Поэтому магнитные свойства микропроводов с малой положительной или отрицательной константой магнитострикции λ_s кардинально различаются. В частности, покрытые стеклянной оболочкой микропровода на основе кобальта с $\lambda_s<0$ в исходном состоянии намагничены циркулярно и проявляют эффект гигантского магнитоимпеданса (ГМИ) с очень большим коэффициентом [1, 2, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61].

Для определения константы магнитострикции аморфных магнитных материалов можно использовать косвенную оценку, проводя измерения петли гистерезиса. В исследованиях [62, 63] была осуществлена оценка этих

констант для аморфных ферромагнитных лент и проводов путем анализа зависимости начальной магнитной восприимчивости проводов от приложенного напряжения. В работах [64, 65] успешно использовался метод малоуглового вращения намагниченности (SAMR) для определения ряда важных параметров аморфного ферромагнитного микропровода, таких как намагниченность насыщения M_s, константа магнитострикции λ_s и амплитуда остаточных закалочных напряжений $\Delta\sigma$.

Петли гистерезиса являются одной из ключевых магнитных характеристик и дают полезную информацию о магнитных свойствах материалов. В результате различной связи между внутренним напряжением и магнитострикцией в микропроводах с положительной и малой отрицательной магнитострикцией наблюдаются различные гистерезисные поведения, как показано на рисунке 9.



а) б)

Рисунок 9 – Типовые петли гистерезиса аморфных микропроводов с а) положительной и б) малой отрицательной константой магнитострикции.

Для положительно-магнитострикционных $\lambda_s>0$ аморфных микропроводов со стеклянной оболочкой, например, микропроводов на основе железа, магнитоупругие анизотропии приводят к появлению аксиальных легких осей, которые усиливают анизотропию формы. Вследствие

этого наблюдается прямоугольная петля гистерезиса с одним большим скачком Баркгаузена [66, 67], обусловленной наличием в проволоке осевой доменной структуры внутренней металлической жилы.

В отрицательно-магнитострикционных $\lambda_s<0$ аморфных микропроводах, например, микропроводах на основе кобальта, механическое напряжение приводит к выравниванию магнитных моментов в плоскости, перпендикулярной оси проволоки. В результате при приложении продольного магнитного поля наблюдается лишь небольшой гистерезис. Было показано [16], что в этих проводах не наблюдается БЭБ, что связано с отсутствием внутренней осевой доменной структуры.

1.2.2. Эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ)

В общем случае под импедансом – комплексным сопротивлением в проводнике Z понимается отношение напряжения на концах проводника V к величине переменного тока I, проходящего по нему (рисунок 10). Если магнитомягкий ферромагнитный проводник подвергнуть воздействию небольшого переменного тока, то при приложении магнитного поля можно добиться большого (более чем на 100%) изменения импеданса проводника. Это явление известно как эффект гигантского магнитного импеданса. Относительное изменение импеданса Z с приложением поля H выражается следующей формулой (2):

$$\frac{\Delta Z}{Z}(\%) = 100\% \cdot \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})}, \qquad (2)$$

где H_{max} – максимальное прикладываемое магнитное поле.

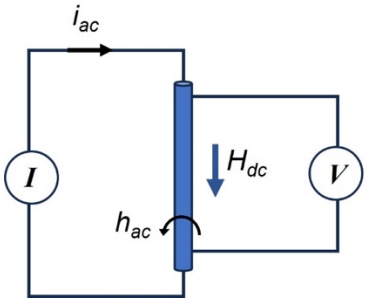


Рисунок 10 – Схема измерения импеданса проводника.

Стоит сразу отметить, что аналогично с магнитной проницаемостью, импеданс – это тензор [51, 57]. В действительности, когда даётся определение ГМИ-эффекта, речь идет о диагональном ГМИ-эффекте, который заключается в большом изменении продольной составляющей импеданса микропровода, то есть компоненты $Z_{zz}(f, H)$, на частоте f под действием внешнего однородного магнитного поля H (подробнее об этом в пункте 1.3.1). Экспериментально было показано [68], что отношение ГМИ $(Z_{zz}(f, H) - Z_{zz}(f, 0))/Z_{zz}(f, 0)$ может достигать более 600% в слабом магнитном поле порядка 100 А·м$^{-1}$.

В рамках классического скин-эффекта ГМИ интерпретируется как следствие изменения глубины проникновения высокочастотного переменного тока в микропровод, вызванного постоянным приложенным магнитным полем. Частота f протекающего по образцу переменного тока, которая необходима для измерения импеданса, должна быть достаточно высокой (обычно выше 100 кГц). Импеданс микропровода Z в классическом случае постоянной магнитной проницаемости определяется по формуле (3) [1, 47]:

$$Z = R_{dc}(kR)\, J_0(kR)/2J_1(kR)\,, \qquad (3)$$

где: $k = (1 + i)/\delta$, R_{dc} – сопротивление постоянному току, J_0 и J_1 – функции Бесселя нулевого и первого порядка, R – радиус микропровода, μ - эффективная проницаемость, ρ – удельное сопротивление, и δ – глубина скин-слоя, определяемая по формуле (4):

$$\delta = \left(\frac{\rho}{\mu_0 \mu \pi f}\right)^{1/2} \quad (4)$$

Согласно уравнениям (3, 4) ГМИ-эффект возникает в результате сочетания скин-эффекта и сильной полевой зависимости поперечной магнитной проницаемости, связанной с движениями круговых доменных стенок [56]. Магнитное поле приложенного постоянного тока изменяет глубину проникновения за счет изменения μ в (4), что в конечном итоге приводит к изменению импеданса в соответствии с (3). Для получения больших значений ГМИ необходимо уменьшить глубину скина-слоя, выбирая магнитные материалы с большими μ и малыми δ и R_{dc}. Очевидно, что большая проницаемость уменьшает глубину скин-слоя, которая впоследствии увеличивается под действием приложенного поля, как показано на рисунке 11.

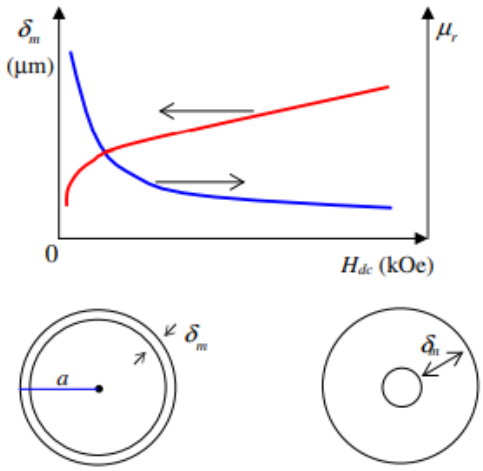


Рисунок 11 – ГМИ-эффект вызван увеличением глубины скин-слоя за счет уменьшения круговой проницаемости под действием постоянного магнитного поля.

Пример расчета глубины скин-слоя (формула (5)) для аморфного микропровода на основе кобальта, используемого в ГМИ-датчике [21, 29]:

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\mu_0 \mu \pi f}} = \sqrt{\frac{110 \cdot 10^{-8}}{1{,}256 \cdot 10^{-6} \cdot 10000 \cdot \pi \cdot 4 \cdot 10^{6}}}, \text{м} = 2.64 \text{ мкм}, \qquad (5)$$

где: μ_0 – магнитная постоянная, равная 1,256·10^{-6} Гн·м$^{-1}$, μ – относительная магнитная проницаемость материала, принятая за 10000, f - рабочая частота 4 МГц и ρ – удельное сопротивление, Ом·м.

В зависимости от частоты возбуждающего переменного тока ГМИ-эффект может быть разделен на несколько частотных режимов:

I. В низкочастотном режиме (до нескольких кГц) изменение напряжения на торцах образца обусловлено в основном магнитоиндуктивным эффектом. В этом случае скин-эффект очень слаб. Импеданс образца при приложении постоянного магнитного поля H изменяется преимущественно из-за индуктивности L, которая зависит от круговой проницаемости μ микропровода;

II. В режиме промежуточных частот (от 100 кГц до нескольких МГц) ГМИ-эффект возникает преимущественно из-за изменения глубины скина-слоя, вызванного сильным изменением эффективной магнитной проницаемости под воздействием постоянного магнитного поля;

III. В высокочастотном режиме (от нескольких МГц до ГГц) ГМИ-эффект предположительно возникает из-за гиромагнитного эффекта и ферромагнитной релаксации. Максимумы в профилях гигантского ГМИ-эффекта смещены в более высокие поля, где образцы уже насыщены магнитным полем. Эффективная проницаемость резко возрастает вблизи частоты ФМР, вызывая небольшую глубину скин-слоя, а при увеличении внешнего магнитного поля резонансная частота смещается выше, что приводит к уменьшению проницаемости на данной частоте и дальнейшему возникновению ГМИ-эффекта [69].

1.2.3. АФМ на основе железа

В микропроводах на основе железа с положительной магнитострикцией $\lambda_s>0$, покрытых стеклянной оболочкой, доменная структура определяется двумя доминирующими анизотропиями: магнитоупругой и анизотропией формы. В результате магнитоупругой анизотропии доменная структура микропроводов с положительной магнитострикцией состоит из одного аксиального монодомена в центре металлического жилы микропровода, который окружен радиальной доменной структурой. Вследствие анизотропии формы на обоих концах микропровода появляются небольшие замыкающие домены, уменьшающие поля рассеяния [67, 70]. Такая своеобразная доменная структура отражается на магнитной бистабильности и характеризуется прямоугольной петлей гистерезиса с гигантским скачком Баркгаузена (на рис.). Намагниченность в продольном монодомене имеет только два состояния: $+M_S$ или $-M_S$. Переключение между этими двумя состояниями происходит за счет распространения доменной стенки в поле, называемом полем переключения H_{sw} [71, 72].

Явление бистабильности позволяет изучать движение одиночной доменной стенки. Широко изучено влияние магнитного поля и растягивающих напряжений на среднюю скорость распространения, ускорение и торможение доменной стенки, а также зарождение обратного домена и распространение двух доменных стенок "head-to-head" и "tail-to-tail" в противоположных направлениях [73, 74, 75, 76, 77]. Все эти измерения традиционно базируются на классической системе Сикстуса-Тонкса с несколькими приемными катушками, которая позволяет определить направление движения и определить скорость доменных стенок по временному интервалу между пиками, индуцированными в приемных катушках, при условии, что расстояние между ними известно [78, 79].

1.2.4. АФМ на основе кобальта

Петли гистерезиса микропроводов на основе кобальта с отрицательной константой магнитострикции $\lambda_s<0$ характеризуются квазилинейным участком в области нулевого поля [80].

Широко известно [43, 55, 81, 82], что в исходном состоянии в отсутствии внешнего магнитного поля намагниченность аморфных кобальтовых микропроводов с отрицательной магнитострикцией $\lambda_s<0$ направлена азимутально, за исключением небольшой области вблизи ядра микропровода с продольной намагниченностью. При приложении продольного магнитного поля H_z в диапазоне $0 < H_z < H_{a,ef}$, где $H_{a,ef}$ – это эффективное поле анизотропии микропровода, продольная составляющая намагниченности микропровода M_z увеличивается плавно, и при $H_z = H_{a,ef}$ микропровод практически полностью насыщается. При этом магнитном поле эффективная поперечная магнитная проницаемость микропровода μ, имеет максимум. Это приводит к выраженному пику в диагональной компоненте $Z_{zz}(H_z)$ импеданса микропровода при $H_z = H_{a,ef}$. Это объяснение ГМИ-эффекта в микропроводах с высоким содержанием кобальта является общим для всех теоретических расчетов [51, 55, 80, 81], проведенных до настоящего времени.

Для микропровода с небольшой геликоидальной анизотропией ситуация существенно не меняется. Циркулярное магнитное поле небольшого постоянного тока, протекающего по микропроводу, может стабилизировать поведение компоненты круговой намагниченности, так что экспериментально можно наблюдать недиагональный ГМИ-эффект (подробнее в 1.3) в микропроводах с высоким содержанием кобальта [83, 84]. Этот факт подтверждает наличие одного кругового магнитного домена во внешней оболочке микропровода в диапазоне магнитных полей $|H_z| < H_{a,ef}$.

Для аморфного микропровода на основе кобальта с отрицательной константой магнитострикции $\lambda_s<0$ плотность магнитоупругой энергии описывается формулой (6):

$$W_{\text{м}-\text{упр}} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma_0\left[\tilde{\sigma}_{\rho\rho}\alpha_\rho^2 + \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}\alpha_\varphi^2 + \tilde{\sigma}_{zz}\alpha_z^2\right] \quad (6)$$

Отметим, что уравнение (6) описывает плотность магнитоупругой энергии покрытого стеклянной оболочкой аморфного микропровода с идеальной круговой анизотропией, пренебрегая малой недиагональной поправкой [83], которая описывает свойства микропровода со слабой геликоидальной анизотропией. Расчеты [43, 44] остаточных закалочных напряжений в микропроводах со стеклянным покрытием показывают, что, как правило, азимутальная компонента тензора остаточных напряжений имеет наименьшее значение $\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} < \tilde{\sigma}_{\rho\rho}, \tilde{\sigma}_{zz}$ внутри металлической жилы. Поэтому плотность магнитоупругой энергии (6) имеет минимум, когда единичный вектор намагниченности направлен в азимутальном направлении $\vec{\alpha} = (0, \pm 1, 0)$. Иными словами, азимутальное направление является осью легкой анизотропии для микропроводов с отрицательной константой магнитострикции. Понятно, что отклонение единичного вектора намагниченности в радиальном направлении энергетически невыгодно, так как оно приводит к появлению размагничивающих полей и заметной магнитостатической энергии. С другой стороны, поворот вектора намагниченности в продольном направлении приводит к соотношению $\alpha_\varphi^2 = 1 - \alpha_z^2$. Для такого процесса намагничивания плотность магнитоупругой энергии принимает вид (формула (7)):

$$W_{\text{м}-\text{упр}} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma_0\left[\tilde{\sigma}_{\varphi\varphi} + \left(\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}\right)\alpha_z^2\right] \quad (7)$$

Таким образом, продольное направление является осью трудного намагничивания для данного типа микропроводов. Соответствующая эффективная константа магнитной анизотропии имеет вид

$K_{эфф} = K(\tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi})$. Из этого выражения следует, что магнитные свойства микропроводов с покрытием из аморфного стекла определяются в основном тремя физическими параметрами: намагниченностью насыщения M_s, константой магнитострикции λ_s и характерной амплитудой остаточного закалочного напряжения $\Delta\tilde{\sigma} = \tilde{\sigma}_{zz} - \tilde{\sigma}_{\varphi\varphi}$. Эффективное поле анизотропии микропровода может быть определено как $H_{a,ef} = H_a \Delta\tilde{\sigma}$, где $H_a = \frac{2K}{M_s} = 3|\lambda_s|\sigma_0/M_s$ –номинальное поле анизотропии микропровода.

В итоге в случае микропровода с циркулярной анизотропией классическое выражение Ландау-Лившица [85] для импеданса провода не справедливо в диапазоне внешнего магнитного поля $0 \le H_z \le H_a$, где H_a – поле анизотропии. В этом диапазоне внешнего магнитного поля импеданс провода становится тензором и имеет продольную и поперечную составляющие, которые можно измерить экспериментально [86]. В случае провода с циркулярной анизотропией пик $Z_{zz}(H_z)$ соответствует полю анизотропии H_a, а в случае продольной анизотропии он находится при нулевом магнитном поле. Полученные результаты показывают, что хорошая магнитомягкость аморфного микропровода является одним из важнейших условий для наблюдения эффекта ГМИ, при этом ни наличие доменной структуры, ни окружная анизотропия не являются строго необходимым.

1.3. ГМИ-датчик на основе отрезка АФМ на основе кобальта

1.3.1. Эффект ГМИ в АФМ на основе кобальта

В микропроводах с малой отрицательной магнитострикцией, обладающих почти круговой магнитной анизотропией, фактически наблюдается два проявления ГМИ эффекта – диагональный и недиагональный [1, 40]. Недиагональный ГМИ-эффект заключается в появлении индуцированного напряжения V_c в приемной катушке, намотанной на микропровод, при протекании переменного тока вдоль оси провода (см. рис. б). Отношение $Z_c = V_c/i$ можно назвать недиагональным импедансом.

Напротив, если микропровод помещен в продольное переменное магнитное поле $h_{ex} = ni_c$, индуцированное током катушки i_c (n – число витков катушки на единицу длины), то круговая намагниченность, порождаемая переменным индукционным током, вносит свой вклад в V_w. Отношение $\tilde{Z} = V_w/i_c$ также можно назвать недиагональным импедансом. Недиагональный ГМИ-эффект особенно удобен для создания нового поколения высокочувствительного магнитометра [31, 83, 86, 87], поскольку ЭДС, индуцируемая в приёмной катушке, прямо пропорциональна продольной составляющей приложенного магнитного поля.

Отклик напряжения (V_w, V_c) на ток (i, i_c) можно понимать как обобщенный закон Ома с введением матрицы импеданса $\tilde{Z}$, которая связывает вектор напряжения $\vec{\boldsymbol{V}} = (V_w, V_c)$ с вектором тока $\vec{\boldsymbol{\imath}} = (i,\ i_c)$: $\vec{\boldsymbol{V}} = \hat{\boldsymbol{Z}}\boldsymbol{i}$. Тензор импеданса является двумерным тензором второго ранга и характеризуется 4 величинами, представленными в формуле (8):

$$\begin{pmatrix} V_w \\ V_c \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Z_{zz} & \boldsymbol{Z_{z\varphi}} \\ Z_{\varphi z} & Z_{\varphi\varphi} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} i \\ i_c \end{pmatrix} \tag{8}$$

Как показано на рисунке 12а,б, переменный ток $i = i_{ac} \cdot \mathrm{e}^{-j\omega t}$, протекающий в проводе с геликоидальной намагниченностью, индуцирует напряжения V_w в проводе и V_c в катушке, намотанной на провод.

Напряжение V_c возникает в результате изменения продольной намагниченности m_z под действием циркулярного поля h_φ, создаваемого током i (на поверхности провода $h_\varphi = \frac{i}{2\pi}a$, a – радиус провода). Для того чтобы такой процесс перемагничивания $m_z - h_\varphi$ был возможен, необходим циркулярный тип равновесной намагниченности. Кроме того, если провод поместить в переменное продольное поле $h_{ex} = ni_c$, то напряжение V_w на проводе будет возникать за счет аналогичного процесса поперечного намагничивания $m_\varphi - h_z$. Процессы перекрестного намагничивания,

порождающие напряжения V_w и V_c, известны как обратные эффекты Видемана и Маттеуччи [41, 53].

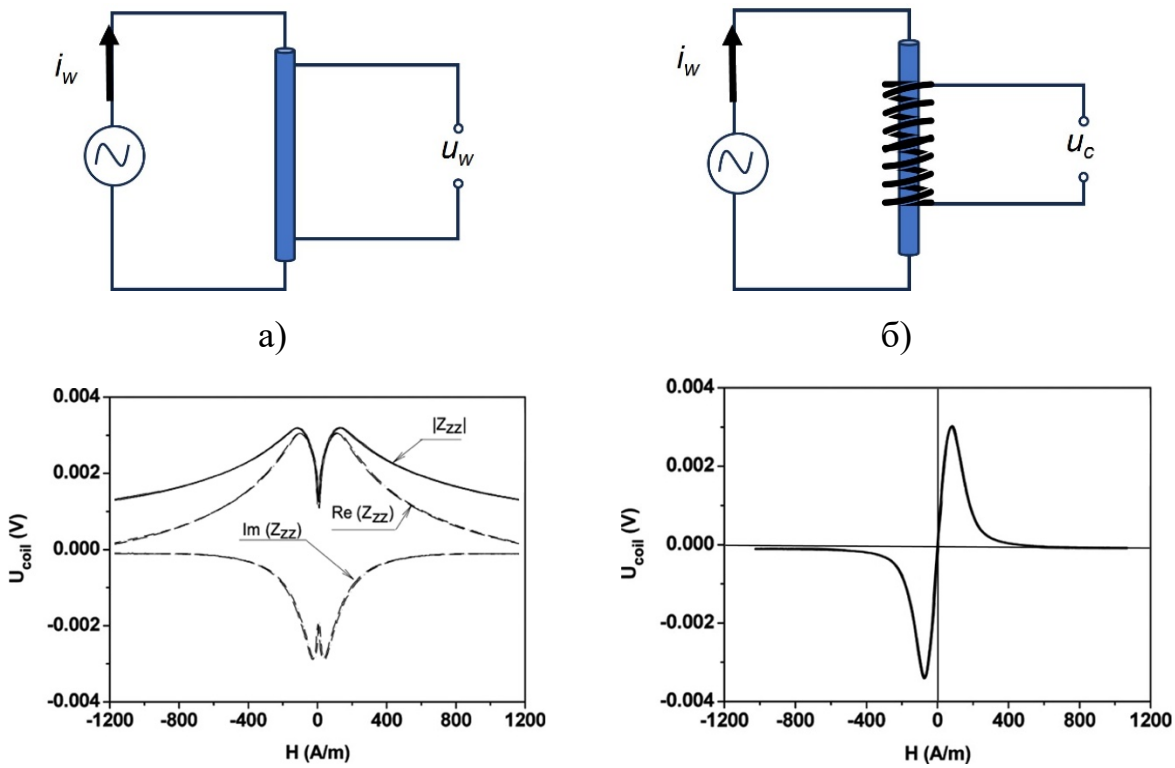


Рисунок 12 – Электрические схемы регистрации сигналов ГМИ-датчика. Высокочастотный сигнал, индуцированный переменным током, может измеряться на: а) концах проводника или б) в катушке. Передаточные вольт-полевые характеристики: в) диагонального, г) недиагонального ГМИ-датчика [57].

Как следует из уравнения (8), существует четыре различных конфигурации возбуждения и обнаружения, соответствующие четырем элементам матрицы импеданса. Выяснилось [86, 88], что для улучшения шумовых характеристик при частоте возбуждения, ограниченной несколькими МГц, наиболее перспективной является недиагональная конфигурация (на рисунке 12б), соответствующая току возбуждения, протекающему по проводу ГМИ, с детектированием напряжения на выводах

приемной катушки. Соответствующая компонента тензора ГМИ в (8) выделена жирным. Поэтому далее чувствительный элемент будет работать именно в такой конфигурации.

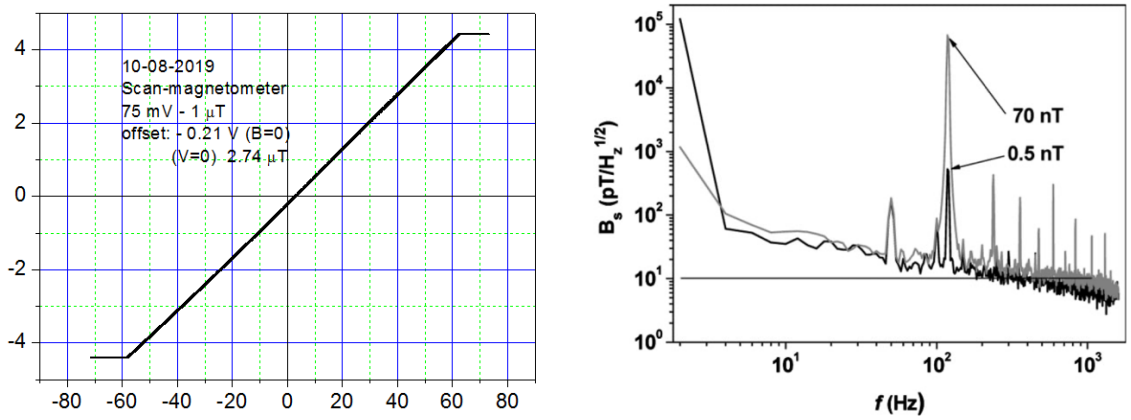
1.3.2. Характеристики ГМИ-датчика

Аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке с малым диаметром металлического сердечника d = 5–30 мкм, в которых наблюдается эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ) с высоким ГМИ отношением [39] применяются для разработки нового поколения чувствительных миниатюрных датчиков магнитного поля [53, 54, 55]. Такие ГМИ-датчики могут использоваться для измерений однородных магнитных полей, например компонент вектора магнитного поля Земли. Благодаря своим малым размерам ГМИ-датчики могут также использоваться в сканирующих магнитометрах для измерений слабых локальных магнитных полей.

В устройстве, которое является прототипом изучаемой в настоящей работе измерительной системы, ГМИ-датчик был изготовлен из отрезка аморфного ферромагнитного микропровода (АФМ) в стеклянной оболочке с составом металлической жилы Co-Fe-Cr-Si-B диаметром 13,5 мкм, полным диаметром 26 мкм и длиной 5 мм. Основой ГМИ-датчика являлся отрезок микропровода длиной ~ 5 мм, к концам которого были припаяны тонкие подводящие провода для задания возбуждающего переменного тока. На микропровод была навита миниатюрная приемная катушка диаметром 0,5 мм и длиной 4 мм [10, 29]. Вся конструкция крепилась с помощью клея на небольшой текстолитовой плате с четырьмя контактными площадками, к которым подпаивались соответствующие подводящие провода. При этом один кончик микропровода был вынесен за пределы текстолитовой платы, чтобы иметь возможность этим концом приблизиться к исследуемому объекту. Схема подключения ГМИ-датчика соответствует схеме измерения недиагональной компоненты, представленной на рисунке 12б.

Возбуждение ГМИ датчика осуществлялось приложенным к микропроводу синусоидальным током частотой f = 4 МГц и амплитудой I_{ac} ~ 1 мА. Дополнительно через микропровод мог пропускаться постоянный ток смещения с амплитудой I_{dc} ~0.7 мА. Выходным сигналом являлось напряжение на приемной катушке на частоте возбуждающего сигнала.

Выходной сигнал ГМИ-датчика регистрировался с помощью электронной схемы, содержащей усилители и синхронный детектор [29]. Калибровка ГМИ-магнитометра проводилась в однородном магнитном поле в кольцах Гельмгольца, и зависимость выходного напряжения магнитометра от приложенного продольного магнитного поля показана на рисунке 13а. Шумовые характеристики ГМИ-магнитометра измерялись внутри магнитного экрана из пермаллоя. На рисунке 13б представлен спектр шумов ГМИ-датчика в диапазоне частот до 1000 Гц. Среднеквадратичная плотность шума на частоте 300 Гц составила 10 пкТл/Гц$^{1/2}$. Однако на частоте 3 Гц шум возрастал примерно на порядок, до 80 пкТл/Гц$^{1/2}$.



а) б)

Рисунок 13 –а) Зависимость выходного напряжения ГМИ-магнитометра в составе прототипа сканирующего ГМИ-магнитометра от приложенного продольного магнитного поля и б) его шумовая характеристика.

1.4. Сканирующий ГМИ-магнитометр

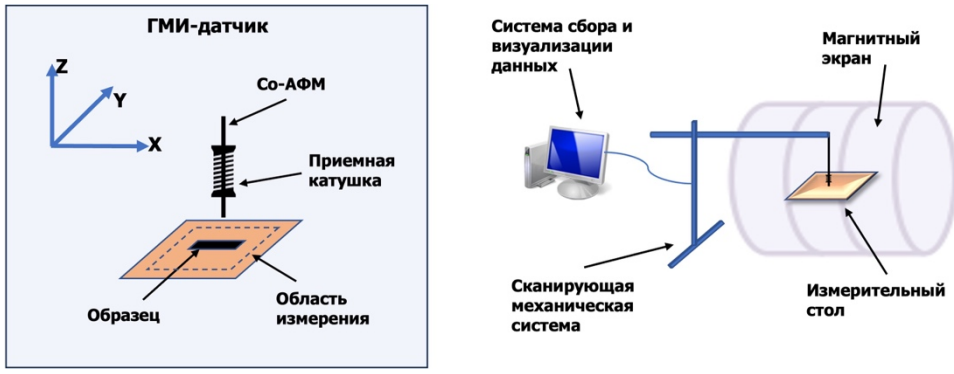
1.4.1. Принципиальная схема, компоненты и характеристики

В работах [30, 33, 89] были представлены возможности сканирующего магнитометра на основе недиагонального ГМИ-датчика при получении изображений пространственного распределения намагниченности на примере некоторых реальных объектов. Было показано [87, 89, 90, 91, 92], что магнитометр также позволяет регистрировать слабые локальные магнитные поля токов проводимости и ионных токов, возникающих при коррозионных процессах.

Особенности сканирующих ГМИ-магнитометров определяются характеристиками ГМИ-датчиков. В данной работе используется ГМИ-датчик на основе аморфного ферромагнитного микропровода (АФМ) с циркулярной магнитной анизотропией [12]. АФМ покрытые стеклянной оболочкой, с диаметром металлической жилы 10–20 микрометров, обладают уникальными магнитомягкими свойствами, которые определяются составом металлической жилы и особой технологией их изготовления (метод Улитовского – Тейлора) [36]. В слабых магнитных полях в АФМ на основе кобальта может наблюдаться эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ), заключающийся в значительном (более 100%) изменении компонент тензора импеданса АФМ при воздействии внешнего магнитного поля. В нашем случае, в используемом ГМИ-датчике измеряется недиагональная компонента тензора импеданса АФМ (недиагональный ГМИ-эффект) [88].

На рисунке 14а показано взаимное расположение ГМИ-сенсора и образца в процессе сканирования и поточечного измерения вертикальной компоненты магнитного поля над образцом, а на рисунке 14б приведена структурная схема прототипа сканирующего ГМИ-магнитометра. Следует подчеркнуть, что измерения проводятся внутри магнитного экрана, ослабляющего магнитное поле Земли (~50 000 нТл) более чем в 500 раз, до уровня 100 нТл. Динамический диапазон сканирующего ГМИ-магнитометра

составлял ± 10 000 нТл. В работах [10, 12] приведены результаты измерений магнитных полей различных объектов, таких как разнообразные токовые структуры, ансамбли магнитных наночастиц, аморфные ферромагнитные микропровода и др. Данные результаты показывают что, сканирующие ГМИ-магнитометры, благодаря сочетанию малых размеров и высокой магнитной чувствительности ГМИ-датчиков, могут расширить область исследований локальных магнитных свойств слабомагнитных материалов и образцов.



а) б)

Рисунок 14 – Схема прототипа сканирующего ГМИ-магнитометра и детальное изображение измерительной части, показывающее взаимную ориентацию исследуемого образца и ГМИ-датчика.

Калибровка ГМИ-магнитометра проводилась в однородном магнитном поле катушек Гельмгольца. Полный динамический диапазон магнитометра составлял ±50 000 нТл. При измерениях использовался дополнительный усилитель с коэффициентом 10, что позволяло ограничивать диапазон до ±5 000 нТл. При этом общий измеренный передаточный коэффициент ГМИ-магнитометра составил 1 мкВ/1 нТл.

Для измерения локальных магнитных полей вблизи поверхности образца использовался немагнитный X-Y сканер. ГМИ-датчик устанавливался на специальном подвижном держателе в вертикальном положении параллельно оси Z на фиксированном расстоянии h относительно поверхности исследуемого образца в диапазоне 0,2–0,5 мм. В процессе измерений

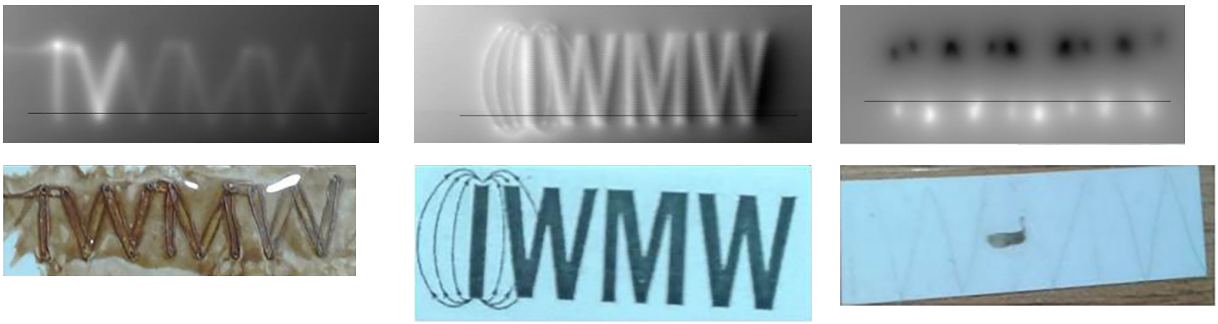
подвижный держатель с ГМИ-датчиком мог перемещаться относительно образца по оси X-Y с помощью шаговых двигателей. Максимальный размер области сканирования составлял 150×150 мм, минимальный шаг сканирования по направлениям X и Y – 0,1 мм. В процессе сканирования ГМИ-датчик располагался перпендикулярно поверхности образца и регистрировал нормальную составляющую магнитного поля на расстоянии ~200 мкм вблизи поверхности образца. Для устранения влияния магнитного поля Земли (~50 мкТл) и шумов магнитного поля частотой 50 Гц (~0,5 мкТл) измерения проводились внутри магнитного экрана из пермаллоя с коэффициентом экранирования более 500.

1.4.2. Результаты предыдущих исследований

Для проверки возможностей прототипа сканирующего ГМИ-магнитометра в работе [10] были изготовлены три различных образца в виде букв «IWMW» – аббревиатуры конференции «International Workshop on Magnetic wires» [64, 93]. Первый образец был изготовлен из тонкой медной проволоки. Во время измерений по нему протекал слабый постоянный ток. Второй образец представлял собой надпись, напечатанную на лазерном принтере с помощью тонерной краски, содержащей наночастицы оксида железа. Третий образец был изготовлен из отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов с высоким содержанием железа. Все образцы имели высоту букв ~10 мм. Во время измерений выполнялся шаг сканирования в направлениях X и Y составлял 0,1 мм, расстояние между наконечником датчика ГМИ и поверхностью образца ~0,2 мм.

Результаты измерений приведены на рисунке 15. На всех образцах были получены четкие магнитные изображения, что свидетельствует о высоком практическом потенциале предложенного метода: с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра можно измерять локальные магнитные поля миниатюрных токовых структур и образцов, содержащих ансамбли магнитных наночастиц. Также вблизи концов каждого микропровода были

четко видны характерные черно-белые магнитные точки, а близко расположенные концы микропроводов были различимы друг на друга.



а) б) в)

Рисунок 15 – Магнитные изображения и фотографии надписи "IWMW", а) выполненное из медной проволоки диаметром 0,2 мм, по которой протекает постоянный ток силой 10 мА, б) напечатанной на лазерном принтере HP-2200, высота букв – 10 мм, в) выполненной из отрезков АФМ с высоким содержанием железа длиной 10 мм.

В 2015 году впервые с помощью ГМИ-магнитометра с чувствительностью порядка 10^{-5} А/м было измерено очень малое магнитное поле тока коррозии, порядка 10^{-2} А/м [89]. По сравнению с феррозондовым датчиком ГМИ-датчик имеет существенно меньшие размеры (единицы миллиметров), большую пропускную способность (единицы Тл) и высокий динамический диапазон (более 120). В отличие от СКВИД-магнитометра, он не требует специальных температурных условий. Кроме того, ГМИ-датчик может быть размещен в непосредственной близости (менее 0,5 мм) от поверхности исследуемого объекта. Это обеспечивает достаточно высокое пространственное разрешение, необходимое для надежного обнаружения слабого магнитного поля коррозионных токов. Расчетное значение суммарного тока коррозии оказалось в достаточном согласии с тем, которое было получено при стандартном гравиметрическом измерении [93].

1.4.3. Потенциал развития метода и постановка задачи

В процессе предыдущих исследований измерений ГМИ-датчик был ориентирован перпендикулярно поверхности образца и регистрировал нормальную компоненту магнитного поля на расстоянии ~200 мкм от этой поверхности. Относительное движение образца и ГМИ-датчика осуществлялось с использованием немагнитного XY-позиционера с минимальным шагом 100 мкм.

Повышение пространственного разрешения сканирующего магнитометра может быть достигнуто путем снижения минимального шага системы управления положением и уменьшения расстояния между кончиком датчика и образцом. Дополнительным направлением улучшения метода может быть повышение чувствительности ГМИ-датчика, что потребует оптимизации геометрии чувствительного элемента и реализации количественной оценки данных измерений. Интересным направлением для расширения функциональности метода является возможность исследования образцов под воздействием внешнего намагничивающего поля. Анализ изменений магнитных свойств образцов под воздействием внешнего намагничивающего поля может быть ключевым для понимания их поведения в различных условиях. Такие улучшения, как усиление чувствительности, повышение пространственного разрешения и возможность измерения под воздействием внешнего намагничивающего поля, подчеркивают потенциал сканирующего ГМИ-магнитометра в различных научных и технических приложениях.

Поэтому целью данной работы являлось дальнейшее развитие методов и средств сканирующей ГМИ-магнитометрии для количественного измерения и визуализации пространственного распределения магнитных полей рассеяния вблизи образцов с малым, менее 1 мкА·м^2 магнитным моментом, представляющих собой слаботочные проводящие структуры, ансамбли магнитных наночастиц и аморфные ферромагнитные микропровода.

ГЛАВА 2. СКАНИРУЮЩИЙ ГМИ-МАГНИТОМЕТР

Во второй главе представлено описание проведенной модернизации сканирующего ГМИ-магнитометра, в ходе которой в существующий лабораторный макет были дополнительно включены система колец Гельмгольца, обеспечивающая задание продольного магнитного поля в диапазоне ± 600 А/м (± 750 000 нТл), и ГМИ-датчик с улучшенными характеристиками по магнитной чувствительности (10 нТл) и пространственному разрешению (~1,3 мм). Было разработано специализированное программное обеспечение для обработки и визуализации магнитных данных. Сделанные усовершенствования позволили проводить измерения пространственного распределения перпендикулярной компоненты магнитного поля вблизи поверхности исследуемых объектов при их намагничивании внешним магнитным полем.

2.1. Конструкция сканирующего магнитометра

2.1.1. Оптимизация учетно-измерительной части сканирующего магнитометра

В отличие от ранее используемых ГМИ-датчиков [10], в новой конструкции ГМИ-датчика приемная катушка содержала 100 витков. Она изготавливалась из медной проволоки диаметром 20 мкм, её внутренний диаметр и высота были уменьшены до минимальных размеров. Катушка располагалась вблизи измерительного конца отрезка микропровода длиной 5 мм. Сам микропровод предварительно отжигался по определенной технологии, чтобы получить максимальный ГМИ отклик [12]. В результате, как было установлено в дальнейших экспериментах, в разработанном ГМИ-датчике удалось значительно улучшить магнитную чувствительность и пространственное разрешение с 50 нТл до 10 нТл и с 2,4 мм до 1,3 мм, соответственно.

Зависимость выходного напряжения оптимизированного ГМИ-магнитометра от приложенного продольного магнитного поля и шумовая

характеристика представлены на рисунке 16. В области нулевых магнитных полей передаточная характеристика обладает хорошей линейностью. При этом коэффициент преобразования ГМИ-магнитометра ΔU/ΔB составляет 0,46 В/1 мкТл, а полный диапазон измеряемых полей находится в пределах ± 20000 нТл. Данный участок является динамическим диапазоном улучшенного ГМИ-датчика.

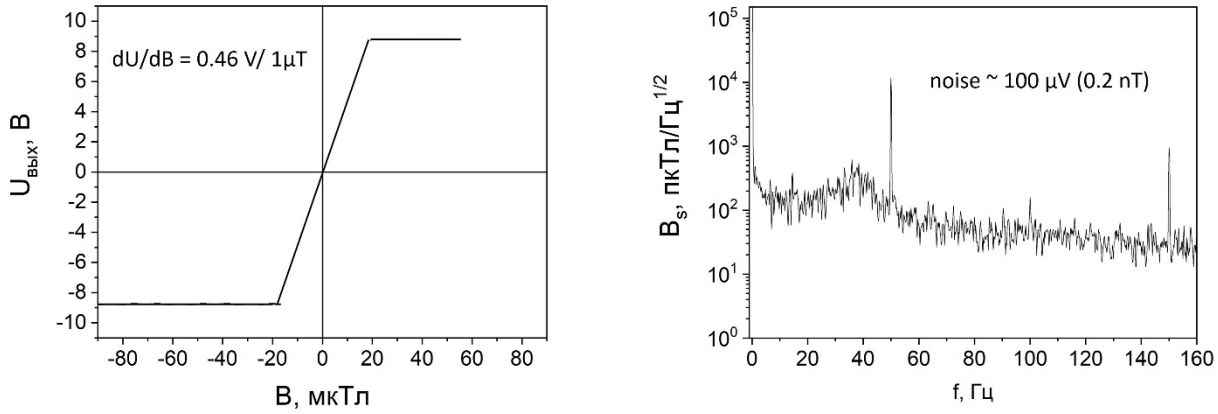


Рисунок 16 – Зависимость выходного напряжения магнитометра от приложенного продольного магнитного поля и шумовая характеристика.

2.1.2. Источник внешнего магнитного поля

Для намагничивания исследуемого объекта в макет сканирующего ГМИ-магнитометра была включена система дополнительных колец Гельмгольца (КГ), обеспечивающая задание постоянного однородного магнитного поля вдоль оси Y. Разработанная конструкция обеспечивала возможность юстировки положения КГ таким образом, чтобы создаваемое вдоль оси Y магнитное поле было строго ортогонально оси ГМИ-датчика, измеряющего z-компоненту магнитного поля, $B_z(x, y)$. Выбранная ориентация исследуемого объекта, системы КГ и ГМИ-датчика приведена на рисунке 17 и позволяет, с одной стороны, задавать магнитное поле вдоль оси Y чтобы намагнитить исследуемый объект и минимизировать влияние на ГМИ-датчик, а с другой стороны, сохранить высокую чувствительность ГМИ-датчика при

измерениях нормальной компоненты локальных магнитных полей B_z (x, y), порождаемых намагниченностью объекта. В результате изготовленная система КГ обеспечивала возможность задания магнитных полей вдоль оси Y в пределах ± 600 А/м (± 750 000 нТл). При этом магнитная чувствительность ГМИ-датчика по B_z (x, y) компоненте магнитного поля сохранялась на уровне ~ 10 нТл, при полном динамическом диапазоне ± 20000 нТл. Наличие системы КГ позволило методом сканирующей ГМИ-магнитометрии проводить измерения магнитных полей рассеяния образцов при их намагничении внешним продольным магнитным полем. На рисунке 18 показана схема модернизированного сканирующего ГМИ-магнитометра после добавления в нее системы КГ.

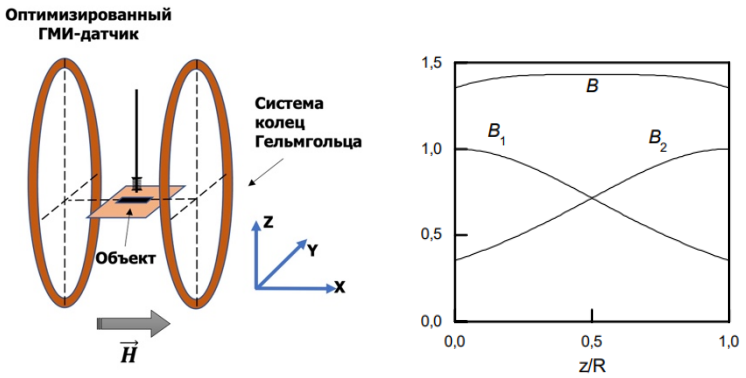
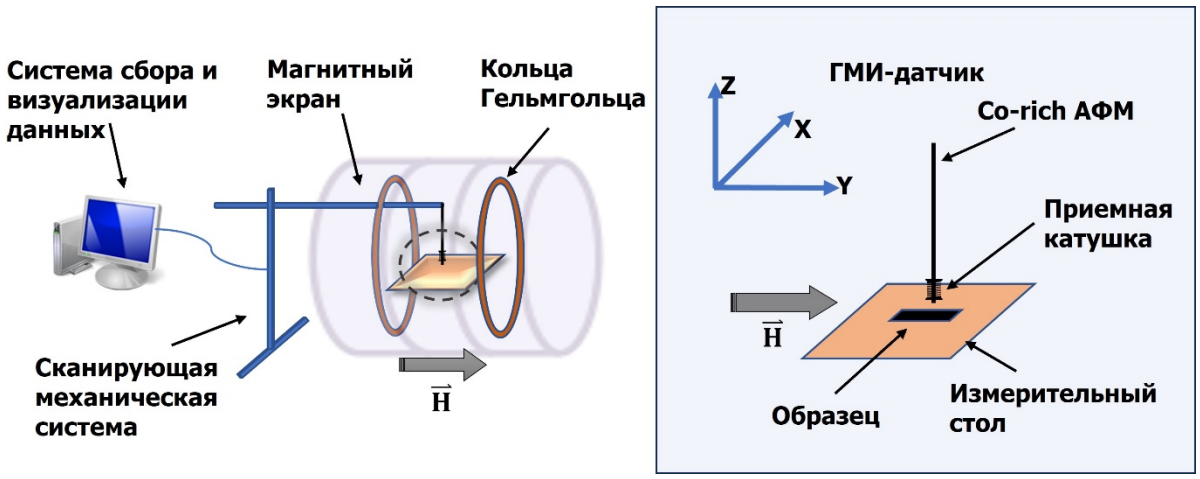


Рисунок 17 – а) Взаимная ориентация исследуемого объекта, системы КГ и ГМИ-датчика в модернизированной версии сканирующего ГМИ-магнитометра, б) магнитное поле между кольцами Гельмгольца. $B_{1,2}$ – поля 1 и 2 катушек, B – суммарное поле.

Магнитную индукцию в центре системы можно рассчитать по формуле (9):

$$B = \mu_0 \left(\frac{2}{\sqrt{5}}\right)^3 \frac{IN}{R}, \qquad (9)$$

где N – общее число витков двух катушек, I – сила тока через катушки, R – средний радиус катушки. Поле на оси системы обладает высокой степенью продольной однородности. Графически результат сложения полей B_1 и B_2 от двух колец Гельмгольца показан на рисунке 17б.



а) б)

Рисунок 18 – а) Схема модернизированного сканирующего ГМИ-магнитометра. Вставка б) показывает ориентацию исследуемого микропровода, ГМИ-сенсора и магнитного поля, создаваемого с помощью системы КГ.

2.2. Программный комплекс для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов

В результате влияния конструкции самого ГМИ-сенсора его чувствительный элемент характеризуется своей «эффективной» длиной, не совпадающей с физической длиной датчика. При измерениях локальных магнитных полей конечные размеры ГМИ-сенсора влияют на точность получаемого результата и требуют проведения калибровки коэффициента преобразования ГМИ-магнитометра. В то же время в данных, получаемых от магнитного сенсора, могут присутствовать погрешности, связанные с наклонами плоскости сканирования, отклонением магнитной оси датчика от

перпендикулярного направления к плоскости сканирования и влиянием электромагнитных помех. Применение магнитного экрана из пермаллоя, обеспечивающего экранировку от постоянных и низкочастотных магнитных помех, в том числе, от влияния магнитного поля Земли (~50 000 нТл) и магнитных полей сетевых помех 50 Гц (~500 нТл), в полной мере не может обеспечить ослабление электромагнитных полей более чем в 500–1000 раз.

Для обеспечения точности и удобства калибровочных измерений при нахождении истинного коэффициента преобразования ГМИ-магнитометра в неоднородных магнитных полях было разработано специализированное программное обеспечение (далее – программа). Программа непосредственно используется при исследовании пространственного распределения магнитных полей рассеяния в области вокруг исследуемых образцов и представляет собой отдельное оконное приложение «H2Omega», разработанное на языке Python 3.0. Программа автоматически проводит обработку и визуализацию данных, на основе которых предлагается строить трехмерные и двумерные графики, аппроксимировать экспериментальные данные с задаваемыми теоретическими моделями и находить подгоночные параметры.

Программная часть сканирующего ГМИ-магнитометра состоит из двух частей: первая – существующая программа контроллера сканера, которая управляет процессом сканирования и сохраняет данные в память компьютера для последующей обработки во второй программе – отдельном специально разработанном для этой цели специализированном программном обеспечении. Интерфейс разработанной программы представлен на рисунке 19.

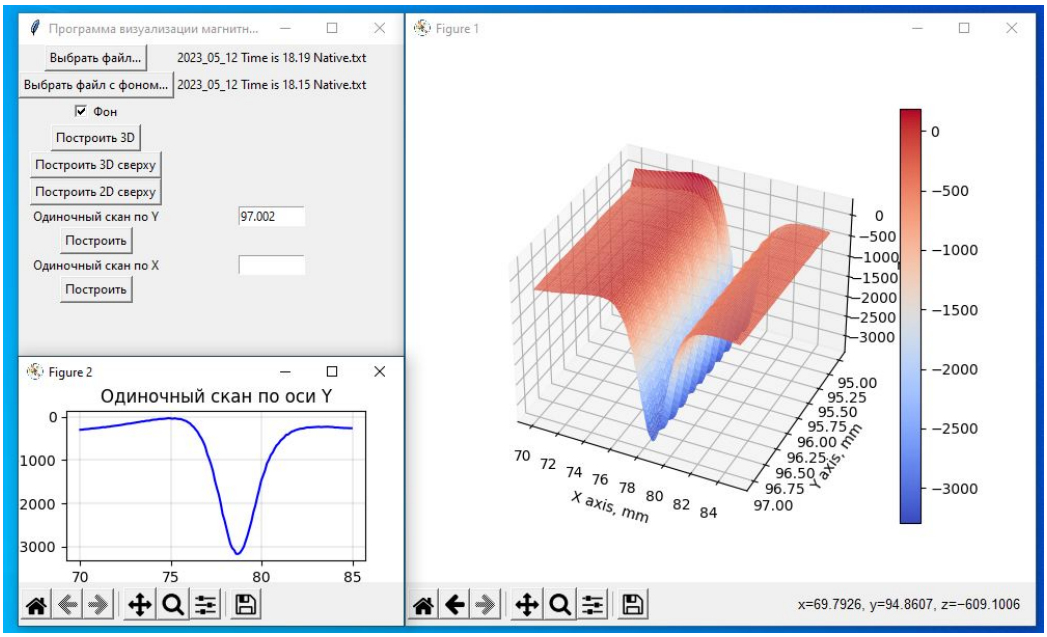


Рисунок 19 – Интерфейс программы для построения трехмерных графиков и их профилей.

Программа имеет функционал для построения трехмерных графиков на основе обработанных данных – возможности включают настройку осей координат, выбор типа (2D или 3D) и масштабирование графика. Последовательность выполнения запросов и полный функционал программы в виде UML-диаграммы представлен на рисунке 20. Обработанные данные представляют собой таблицу с колонками X, Y, Z. Значения элементов из колонки Z соответствуют величинам магнитного поля и рассматриваются как z-координаты точек над плоскостью, определяемые координатами x и y. Построенная с помощью 3D-функции поверхность представляет собой сетчатую структуру, где цвет ячеек соответствует градиенту согласно величине магнитного поля.

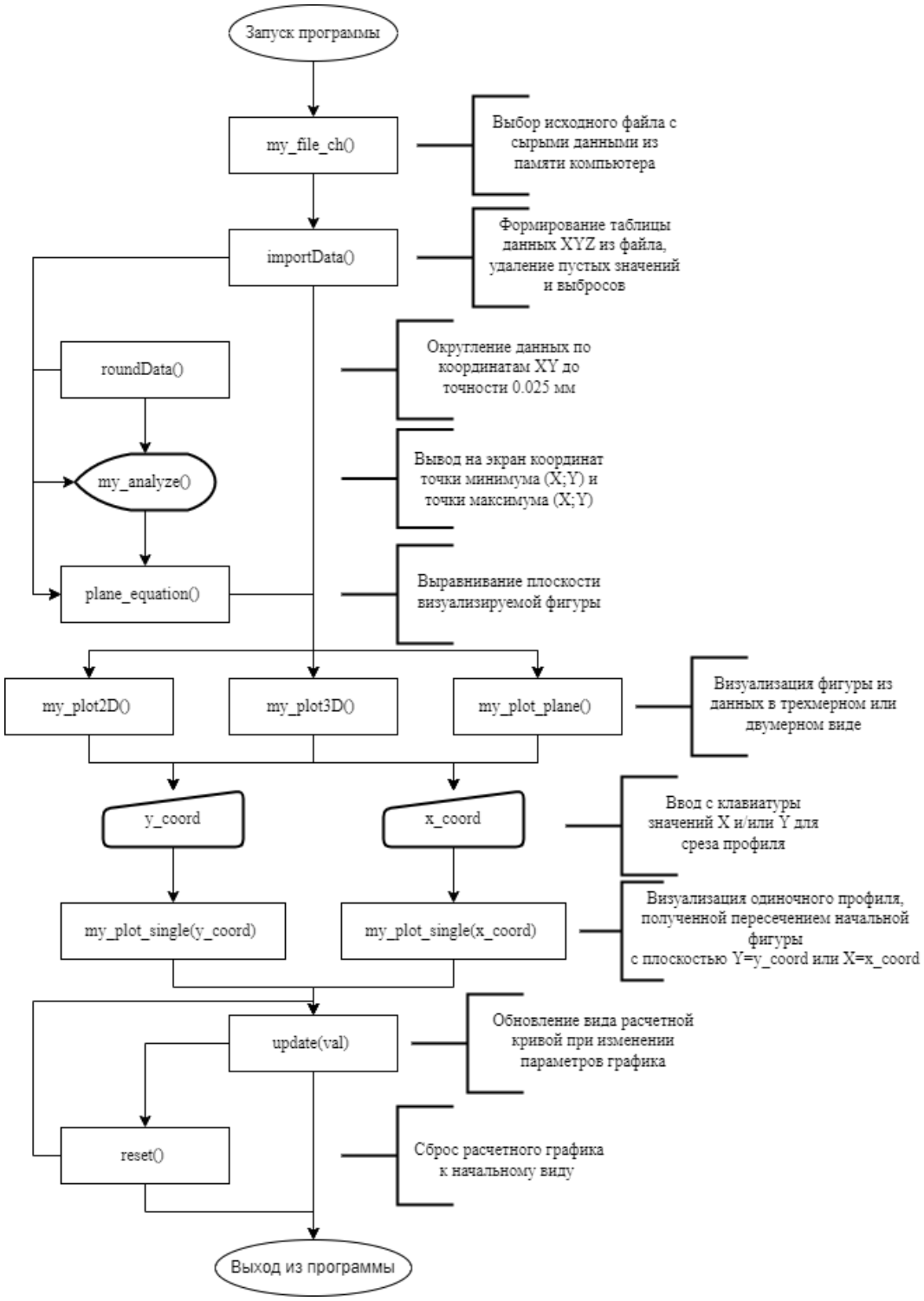


Рисунок 20 – UML-диаграмма из «Программного комплекса для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов «H2omega».

Основное окно программы содержит панель инструментов для выбора функций программы, рабочую область для отображения графиков и таблиц с данными. Данные в виде текстового документа импортируются из файловой

системы. Программа позволяет обрабатывать различные данные с помощью различных встроенных библиотек: pandas, NumPy, PyLab, Matplotlib. Графики возможно сохранять в память компьютера для возможности дальнейшей работы и экспортирования их в другие форматы.

С помощью данной программы можно выделять произвольные вертикальные сечения из трехмерных графиков (рисунок 19). Эта функция обеспечивает более детальное представление о таких проекциях (профилях). Также важной особенностью программы является аппроксимация экспериментальных данных в расчетных моделях на всём объеме доступных данных. Для решения этой задачи в программе реализован метод наименьших квадратов (МНК). В результате аппроксимации выдаются подгоночные параметры, то есть калибровочные коэффициенты, соответствующие конкретной расчетной модели (рисунок 21).

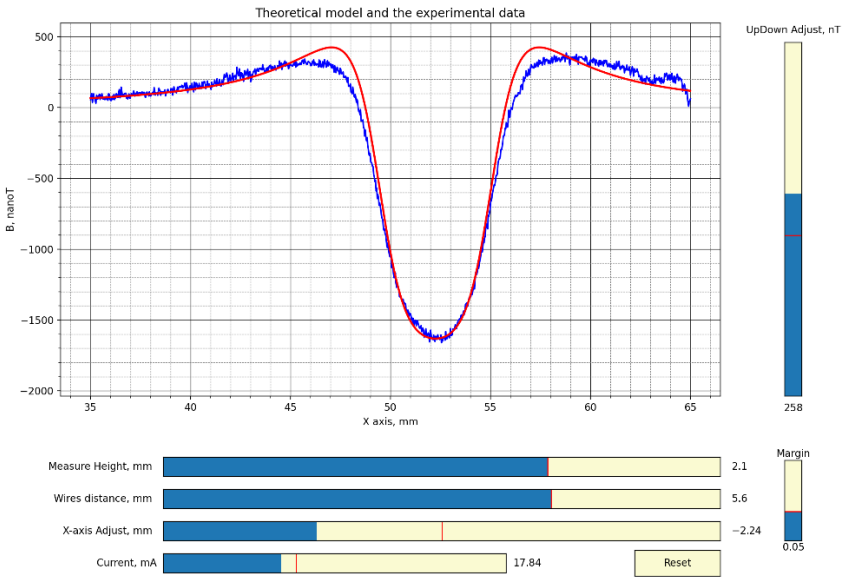


Рисунок 21 – Интерфейс функции аппроксимации расчетных графиков с экспериментальными данными.

Аппроксимация данных – это процесс поиска аналитической функции, которая наилучшим образом описывает набор экспериментальных данных. Используемый МНК основан на минимизации суммы квадратов расхождений

между значениями расчетной функции и экспериментальными данными. Для этого применяется аналитическое выражение, которое вычисляет квадрат разности между наблюдаемыми и расчетными значениями функции, и производится операция дифференцирования. После нахождения экстремума полученного выражения выполняется вычисление калибровочных коэффициентов, необходимых для построения аппроксимирующей функции. Метод наименьших квадратов можно выразить следующей формулой (10):

$$S(\beta) = \sum_{i=1}^{n} \left(y_i - f(x_i, \beta)\right)^2 \quad (10)$$

Здесь S(β) – сумма квадратов расхождений между значениями функции и экспериментальными данными, y_i – экспериментальное значение на i-ом шаге, $f(x_i, \beta)$ – значение функции на i-ом шаге, соответствующее параметрам β, x_i – значение независимой переменной на i-ом шаге, β – вектор неизвестных параметров. Задача заключается в том, чтобы найти значения параметров, при которых сумма квадратов расхождений между значением функции и экспериментальными данными будет минимальной.

Для реализации данного метода в Python была использована функция `polyfit` из библиотеки NumPy. Эта функция выполняет аппроксимацию многочлена заданной степени и выдает результат в виде графика, на котором отображены исходные данные и аппроксимирующая кривая, а также выводит найденные калибровочные коэффициенты. В случае двухпроводной токовой линии (подробнее об объекте в следующей главе) калибровочными коэффициентами будут параметры нормальной компоненты магнитной индукции z_{add} и k, которые соответствуют найденным значениям эффективной высоты измерений и уменьшающего коэффициента.

Учет угла отклонения магнитной оси датчика от перпендикулярного направления к плоскости сканирования достигается путем решения уравнения плоскости (формула (11)):

$$\begin{cases} Ax_1 + By_1 + Cz_1 + 1 = 0 \\ Ax_2 + By_2 + Cz_2 + 1 = 0 \\ Ax_3 + By_3 + Cz_3 + 1 = 0 \end{cases} \quad (11)$$

по трем краевым точкам начального профиля с последующей корректировкой начального профиля: где (x_1, y_1, z_1), (x_2, y_2, z_2), (x_3, y_3, z_3) – координаты трех краевых точек начального профиля.

На специализированное программное обеспечение для обработки и визуализации данных «H2Omega» был получен патент РФ на регистрацию программы ЭВМ рег.№. 2023682992 (приложение А) [94]. Программа обладает удобным и интуитивно понятным пользовательским интерфейсом, что позволяет быстро освоить ее использование в работе. Также исходный код программы открыт для использования и доработки, что позволяет улучшать ее функции и адаптировать под конкретные задачи.

Таким образом, разработанное специализированное программное обеспечение позволяет визуализировать пространственное распределение магнитных полей рассеяния и получить аналитические функции, наилучшим образом описывающие экспериментальные данные. Полученные калибровочные параметры могут быть использованы для дальнейших количественных измерений магнитных полей токонесущих объектов.

ГЛАВА 3. КАЛИБРОВОЧНЫЕ ИСПЫТАНИЯ СКАНИРУЮЩЕГО ГМИ-МАГНИТОМЕТРА

В третьей главе предложен и реализован способ получения количественных магнитных данных при измерениях с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра. В качестве образца, создающего калибровочные магнитные сигналы, использовалась длинная двухпроводная линия (далее – двухпроводная линия) с протекающими по ней известными противоположно направленными токами $\pm I_0$. Необходимость дополнительной магнитной калибровки ГМИ-датчика при измерении меняющихся в пространстве полей связана с эффективным усреднением неоднородного магнитного поля по длине отрезка микропровода ГМИ-датчика.

3.1. Расчетная модель магнитного поля рассеяния двухпроводной токовой линии

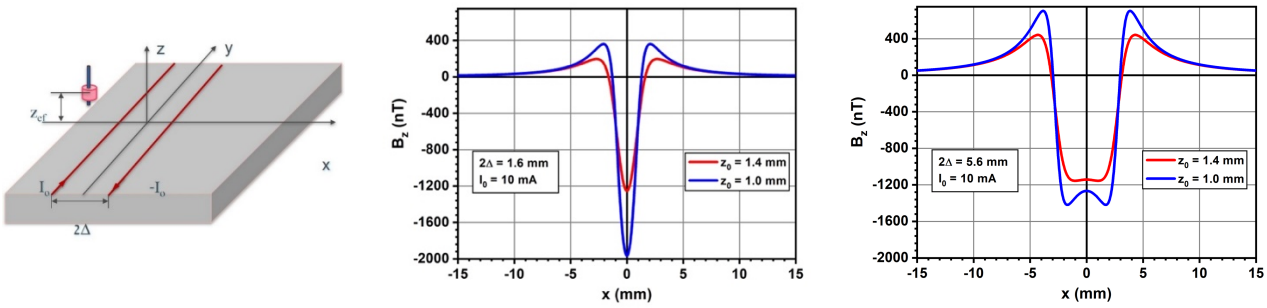
В процессе калибровочных испытаний в качестве образцов использовались двухпроводные линии шириной 2Δ и с известным протекающим током. Для двухпроводных линий с заданными параметрами (I, Δ) с помощью хорошо известных формул могут быть получены распределения нормальной компоненты магнитной индукции $B_z^*(I, x, z, \Delta)$ в произвольной точке с координатами (x, z) в исследуемой области пространства. Кроме этого, магнитное поле двухпроводной линии полностью совпадает с магнитным полем тонкого полосового перпендикулярно намагниченного магнетика тех же размеров, т. е. двухпроводные линии являются токовым аналогом перпендикулярно намагниченных образцов магнитного материала.

Рассмотрим бесконечную двухпроводную линию, лежащую в плоскости XY вдоль оси Y, с координатами проводов $x = \pm\Delta$ (рисунок 22а). Пусть по проводам текут противоположно направленные постоянные токи силой $\pm I_0$. С

помощью известных формул распределение нормальной компоненты магнитной индукции можно записать в виде формулы (12):

$$B_z(x,z,\Delta) = 2\cdot 10^2 I_0\left(\frac{x-\Delta}{(x-\Delta)^2+z^2} - \frac{x+\Delta}{(x+\Delta)^2+z^2}\right), \qquad (12)$$

где магнитная индукция B_z измеряется в нанотеслах, ток I_0 – в миллиамперах, а расстояния x, z в миллиметрах. Используя предварительные результаты расчетов магнитных полей двухпроводных линий, для дальнейших исследований были выбраны линии с промежуточными расстояниями $2\Delta_1$ = 1,6 мм $2\Delta_2$ = 5,6 мм. На рисунке 22б,в приведены расчетные графики (профили) распределения вертикальной компоненты вектора индукции магнитного поля на высоте z = 1 мм и 1,4 мм от указанных двухпроводных линий с протекающим по ним током амплитудой 10 мА.



а) б) в)

Рисунок 22 – а) Схематическое изображение чувствительного ГМИ-датчика и двухпроводной линии в сканирующем ГМИ-магнитометре; расчетные графики (профили) B_z компоненты над двухпроводной линией на высоте 1 мм и 1,4 мм с током 10 мА: б) с промежуточным расстоянием $2\Delta_1$ = 1,6 мм; в) с промежуточным расстоянием $2\Delta_2$ = 5,6 мм.

3.2. Экспериментальное исследование магнитного поля двухпроводной линии

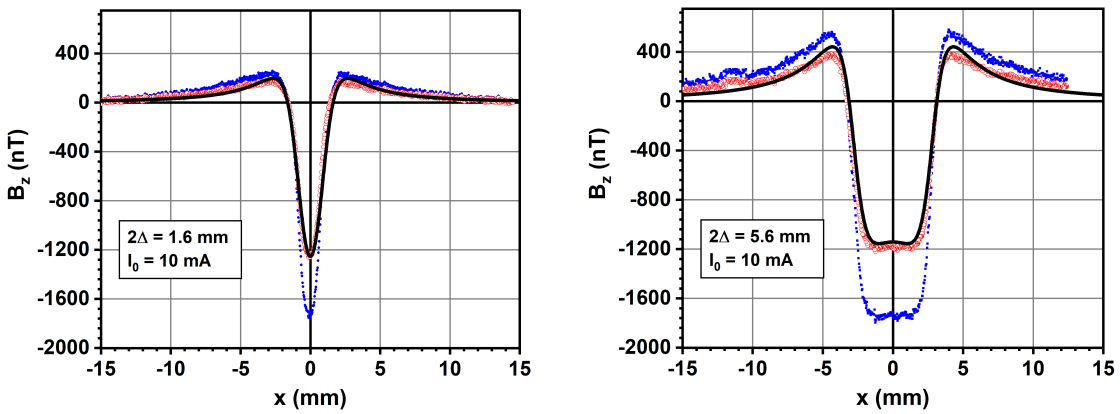
Для тестовых измерений, из медной проволоки диаметром 0,04 мм, были изготовлены два образца двухпроводных линий длиной 20 мм с промежуточными расстояниями $2\Delta_1$ = 1,6 мм и $2\Delta_2$ = 5,6 мм. При измерениях B_z компоненты магнитной индукции с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра, величина задаваемого тока в изготовленные двухпроводные линии варьировалась от 3 до 30 мА. Измерения проводились над центральной частью двух указанных образцов двухпроводных токовых линий на трех разных высотах 0,1 мм, 0,6 мм и 1,1 мм. Величина 0,1 мм является минимальной высотой, на которой кончик отрезка микропровода ГМИ-датчика может позиционироваться относительно плоскости расположения образца двухпроводной линии не касаясь её. Вторая и третья высоты измерения были выбраны выше первой на 0,5 мм и 1 мм, соответственно. При сканировании на каждой выбранной высоте измерялась серия из 10 проходов. Были проведены измерения нормальной компоненты магнитного поля, B_z, вдоль оси X на участке длиной 30 мм с интервалом в 0,05 мм, а расстояние между соседними измерениями по оси Y составляло 0,05 мм.

На рисунках 23а,б синим цветом показаны исходные экспериментальные профили B_z компоненты магнитной индукции над двухпроводными линиями с током 10 мА на высоте 0,1 мм, полученные с учетом калибровки ГМИ-датчиков в однородном магнитном поле. При этом расчетные профили магнитных полей над двухпроводными линиями с теми же параметрами с током 10 мА и на высоте 0,1 мм значительно отличались от экспериментальных данных.

Было установлено, что для хорошего соответствия экспериментальных и расчетных данных по форме и амплитуде магнитного сигнала, необходимо ввести дополнительную эффективную высоту сканирования z_0 и ослабляющий коэффициент k, учитывающие размеры ГМИ-датчика и влияние на него

неоднородного магнитного поля. Как следует из формулы (12) множитель внутри скобок определяет форму расчетной кривой, и с учетом фиксированного значения Δ, единственным параметром, влияющим на форму, является высота сканирования z_0. При этом величина вертикальной компоненты магнитной индукции может быть определена введением ослабляющего коэффициента k.

Для нахождения параметров z_0 и k была разработана специализированная программа, основанная на методе наименьших квадратов, которая позволила добиться наилучшего совпадения экспериментальных и расчетных данных на всей области измерения. В нашем случае это наилучшее совпадение по форме и амплитуде достигается при поправке к высоте z_0=1,3 мм и дополнительном ослабляющем коэффициенте k = 1,4.



а) б)

Рисунок 23 – Исходные экспериментальные данные (синие кривые), экспериментальные данные с учетом поправок (красные кривые) и расчетные графики (черные кривые) B_z компоненты над двухпроводной линией на высоте 1,4 мм с током 10 мА: а) с промежуточным расстоянием $2\Delta_1$ = 1,6 мм; б) с промежуточным расстоянием $2\Delta_2$ = 5,6 мм.

Таким образом, с учетом статистической обработки данных было установлено, что должна быть сделана поправка высоты, на которой проводятся измерения, и эта поправка z_0 должна составлять ~1,3 мм, т.е. высоты $z_{эфф}$ при данных измерениях теоретически были равны (0,1 + 1,3) мм = 1,4 мм, (0,6 +1,3) мм = 1,9 мм и (1,1 + 1,3) мм = 2,4 мм, соответственно. Это означает, что при измерении локальных магнитных полей используемый ГМИ-сенсор характеризуется определенной добавкой к высоте, равной 1,3 мм. Во-вторых, при измерении локального неоднородного магнитного поля, в отличие от однородного магнитного поля, должен быть введен дополнительный ослабляющий коэффициент, равный k = 1,4. В случае двухпроводной линии формула (12) нахождения истинного значения величины магнитной индукции с учетом найденных поправок примет вид (формула (13)):

$$\frac{B_z^*(x,z,\Delta)}{1.4} = B_z\left(x, z_{eff} = z + 1.3, \Delta\right) \qquad (13)$$

Данная формула применима для всех исследуемых двухпроводных линий с характерными размерами Δ до нескольких мм и для эффективных высот измерения z в несколько мм. Эта формула может быть использована для определения заранее неизвестных ширины Δ и силы тока I по измеренному профилю магнитного поля над произвольной двухпроводной линией.

На рисунках 23а,б красным цветом показаны результаты пересчета исходных экспериментальных данных с учетом найденных поправок (истинные значения), а гладкие черные линии соответствуют расчетным кривым B_z компоненты магнитной индукции над двухпроводными линиями с током 10 мА на высоте 1,4 мм.

Результаты рассчитанных значений $z_{эфф}$, k и значений магнитного поля $B_{расч}(0)$ в точке x=0 приведены в Таблице 1. Как следует из представленных в Таблице 1 данных, разность теоретического и экспериментального значения

поля $|B(0)_{эксп} - B(0)_{расч}|$ в точке x=0, всегда меньше стандартного отклонения ΔB_0 для всех серий измерений. Рассчитанные значения протекающего по двухпроводной линии эффективного тока $I_{эфф}$, с учетом введенных поправок хорошо согласуются с известным заданным значением тока 10 мА (Таблица 1). Для каждой серии измерений было определено среднее значение вертикальной компоненты магнитного поля $\overline{B_z(0)}$ в точке с координатой x=0 и стандартное отклонение среднего $\Delta B_z(0)$, как квадратный корень из дисперсии (таблица 1).

Таблица 1 – Значения нормальной компоненты магнитных полей в центральной точке (x=0) над двухпроводной линией, поправочных коэффициентов и токов для всех серий выполненных калибровочных измерений

2Δ, мм	z, мм	$\overline{B_z(0)}$, нТл	$\Delta B_z(0)$, нТл	$B_{расч}(0)$, нТл	$\lvert \overline{B_z(0)} - B_{расч}(0) \rvert$, нТл	*1/k*	$z_{эфф}$, мм	$\bar{I}_{эфф}$	$\Delta I_{эфф}$
1,6	0,1	-1860	73	-1864	16	0,71	1,26	10,4	0,4
	0,6	-1100	51	-1054	43	0,69	1,34	10,4	0,5
	1,1	-740	33	-699	41	0,69	1,35	10,5	0,5
5,6	0,1	-1709	101	-1684	25	0,74	1,24	10,7	0,6
	0,6	-1406	79	-1325	81	0,77	1,23	9,9	0,5
	1,1	-1221	69	-1165	56	0,74	1,28	10,5	0,6

Следует отметить, что при использовании образца в форме конечной замкнутой двухпроводной линии (вытянутого прямоугольника длиной $L>>\Delta$ с площадью $S=2\Delta \times L$ как на рисунке 24), по найденным значениям ширины Δ и силы тока I может быть определен ее магнитный момент, $M = I \times S$.

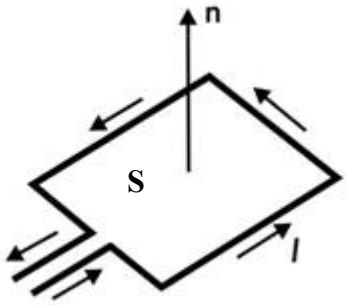


Рисунок 24 – Рамка с током I с площадью S.

Поскольку магнитная индукция замкнутой двухпроводной линии совпадает с индукцией аналогичного по форме перпендикулярно намагниченного тонкого прямоугольного образца толщиной *d*, то для определения намагниченности *J* и полного магнитного момента *M* такого образца можно использовать формулы (12) и (13), где $J = I_{эфф}/d$ и $M = J \times d \times S$.

Проведенные исследования показали применимость формулы (13) при изучении реальных магнитных объектов, таких как токовые структуры, тонкие магнитные слои, содержащие магнитные наночастицы, тонкопленочные структуры, отрезки аморфных ферромагнитных микропроводов и др.

ГЛАВА 4. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ГМИ-МАГНИТОМЕТРА

В четвертой главе представлены результаты количественных измерений магнитных полей рассеяния вблизи поверхности образцов с остаточным магнитным моментом менее 1 мкА·м^2, выполненные с использованием модернизированной версии сканирующего ГМИ-магнитометра. При этом для исследований выбраны объекты, для которых магнитные поля могут определяться с помощью использования простых расчетов. В качестве исследуемых объектов использовались напечатанные на лазерном принтере образцы знаков текста, содержащие микроколичества наночастиц оксида железа, Fe_3O_4 и образцы отрезков аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа с составом металлической жилы $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$ и диаметром 17,3 мкм.

4.1. Определение магнитных параметров слаботочных проводящих структур

4.1.1. Примеры магнитных изображений реальных объектов

На примере ряда реальных слабомагнитных объектов были представлены возможности метода сканирующей магнитометрии с использованием ГМИ-датчиков.

Например, на рисунке 25а представлены магнитные изображения фрагмента двухпроводной токовой линии с текущим по ней током 10 мА. Толщина провода и расстояние между линиями 0,1 мм. На рисунке 25б показано магнитное изображение фрагмента кабеля витой пары с текущим по ней током 10 мА.

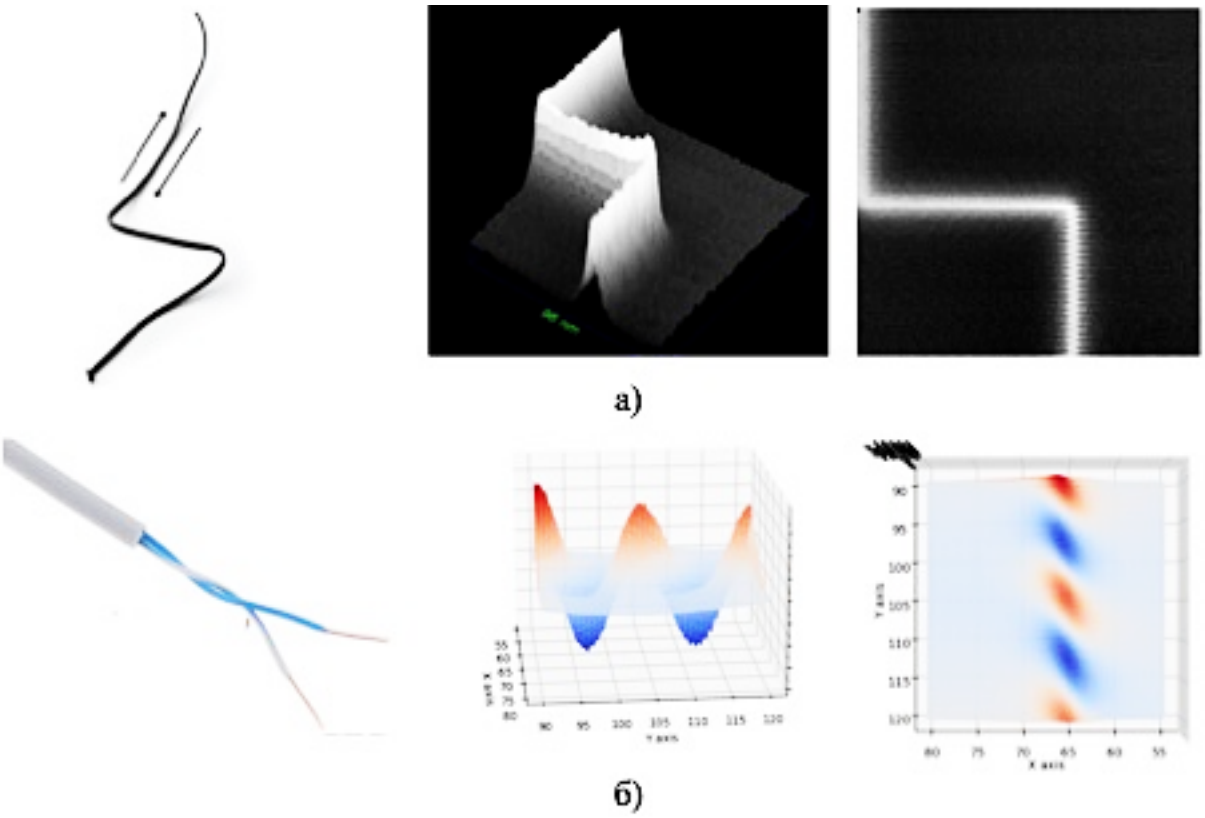
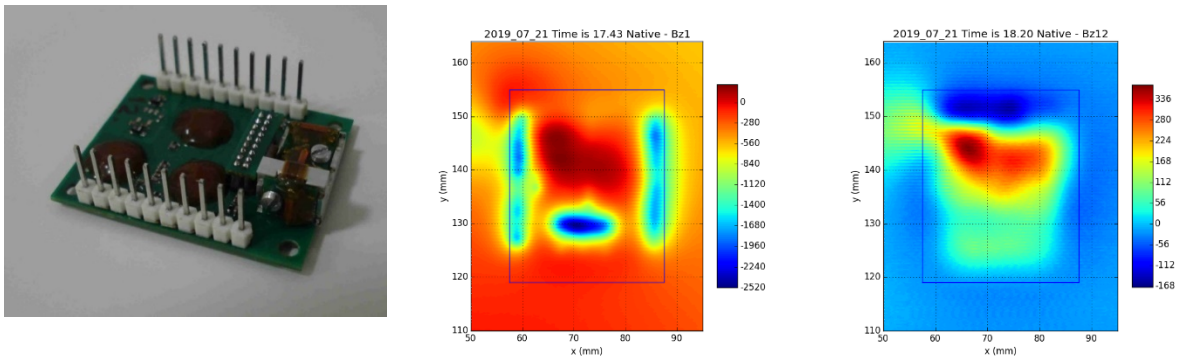
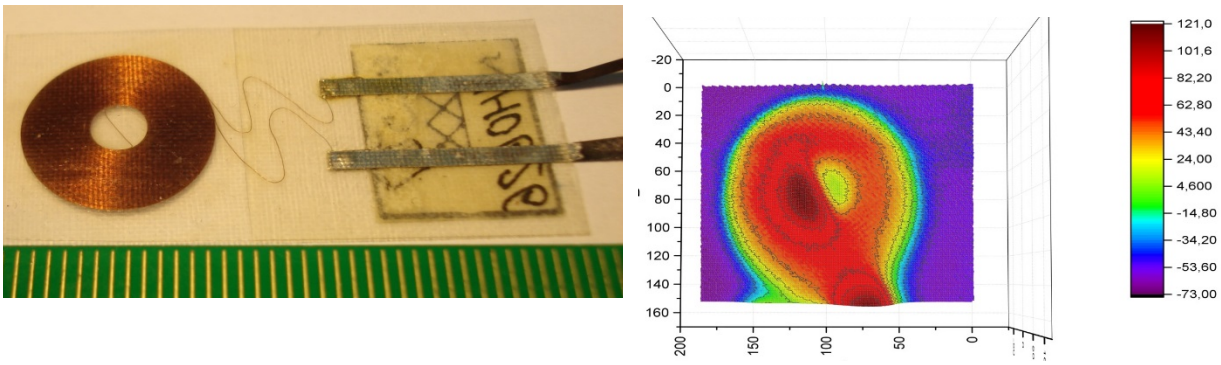


Рисунок 25 – Магнитные изображения а) изогнутой двухпроводной токовой линии с силой тока 10 мА, б) кабеля витой пары в трехмерном и двумерном представлении.

На рисунке 26 представлены фотографии и магнитные изображения печатной платы и бифилярной катушки. Амплитуда магнитного поля печатной платы при подключенном питании достигала 2500 нТл, а без питания – 500 нТл. Амплитуда магнитного поля бифилярной катушки, измеренного на расстоянии 0,2 мм, достигала 200 нТл.



а)



б)

Рисунок 26 – а) Фотография печатной платы и ее магнитное изображение с подключенным питанием и без питания, б) фотография и магнитное изображение бифилярной катушки с постоянным током 3 мА.

4.1.2. Практикум для студентов

На основе данного исследования был подготовлен текст учебного пособия для лабораторного практикума. Лабораторная работа предназначена для студентов НИТУ «МИСИС», изучающих курсы «Физические методы исследования», «Магнитные материалы», «Методы испытания магнитных материалов». Целью работы является закрепление знаний о магнитном поле проводников с током и знакомство с новой техникой измерения, и визуализации локальных магнитных полей проводников с током – сканирующим магнитометром на основе ГМИ-эффекта.

Практикум включает в себя выполнение нескольких упражнений:

– Проведение калибровочного измерения однопроводной токовой линии на заданной высоте с известной амплитудой протекающего тока;

– Вычисление и измерение минимального значения тока, которое может измерить магнитометр, с учетом соотношения сигнал/шум ~3;

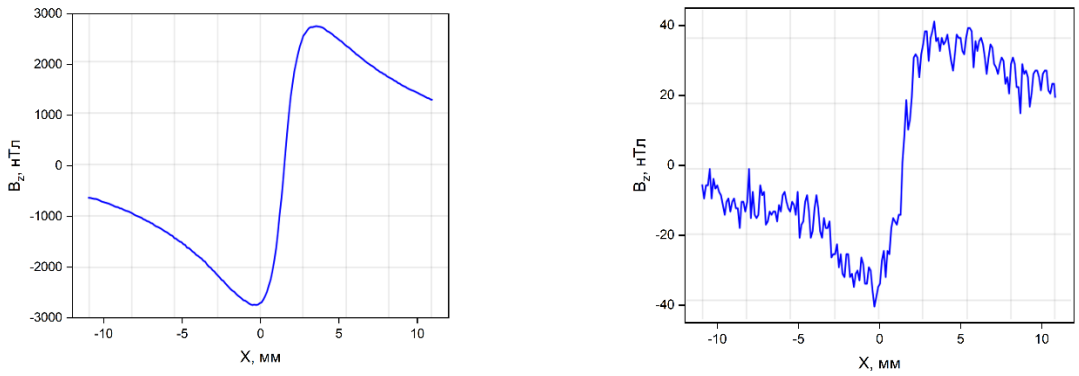
– Проведение исследования тока неизвестной величины и нахождение его геометрического расположения. Определение параметров I и z_0 в формуле (13), обеспечивающих наилучшее совпадение расчетных и экспериментальных профилей B_z;

– Сравнение полученного значения тока с истинным установленным на генераторе тока. Проведение обработки результатов эксперимента.

Например, в упражнении 1 студентам предлагается произвести калибровочные измерения прибора с помощью однопроводной токовой линии. Так как значение вертикальной магнитной индукции в программе измеряется в произвольных единицах АЦП для их связи с единицами Тл находится коэффициент k.

На результаты измерения магнитной индукции влияют внешние факторы создавая регулярное поле и шум. Определение магнитных сигналов с амплитудой порядка уровня шумов или ниже дают изображение не позволяющее четко измерить магнитную индукцию. Поэтому, нужно указать минимальную величину магнитной индукции, при котором на изображении четко видны пики. В качестве такой величины предлагается утроенная ширина “шумовой дорожки”. В упражнении 2 студентам необходимо на срезе шумового графика измерить максимальную амплитуду колебаний Δ в единицах АЦП. Увеличив полученную величину Δ в 3 раза, получится значение минимально фиксируемой силы магнитной индукции. Затем полученные ранее значения B_z в единицах АЦП через ранее рассчитанный коэффициент переводятся в единицы нТл.

На рисунке 27а представлен результат сканирования индукции B_z над длинным прямым проводом с током 50 мА на высоте 0,2 мм. На рисунке 27б представлен сигнал, соответствующего минимально фиксируемой амплитуды тока 0,5 мА.



а) б)

Рисунок 27 – а) Магнитный профиль сигнала однопроводной токовой линии с током 50 мА, б) магнитный профиль минимально фиксируемой амплитуды тока 0,5 мА.

4.2. Исследования остаточной намагниченности образцов знаков текста, содержащих микроконцентрации магнитных наночастиц оксида железа

Тонер лазерного принтера – это специальный краситель в виде порошка, который используется в электрографических устройствах печати [95, 96]. Тонер состоит из микрогранул со средними размерами от 3 до 10 мкм [97, 98]. В процессе печати, микрогранулы порошка тонера спекаются между собой и термически закрепляются на бумаге. Характерная толщина слоя тонера при печати составляет от 3 до 6 мкм, в зависимости от установленного качества печати. Основой микрогранул тонера является полимер. Он связывает в единое целое все прочие составляющие и задает базовые характеристики по способности частиц тонера приобретать заряд и закрепляться на бумаге. Для придания тонеру необходимых свойств в состав полимерных микрогранул включают модификаторы, пигменты и специальные добавки, регулирующие электрический заряд и их поверхностные свойства. Магнитные тонеры для электрографических устройств печати дополнительно содержат в своем составе до 10% наночастиц оксида железа (магнетита), которые обеспечивают его магнитные свойства [96, 97, 99]. После намагничения эти наночастицы

сохраняют остаточную намагниченность, порождающую слабые локальные магнитные поля.

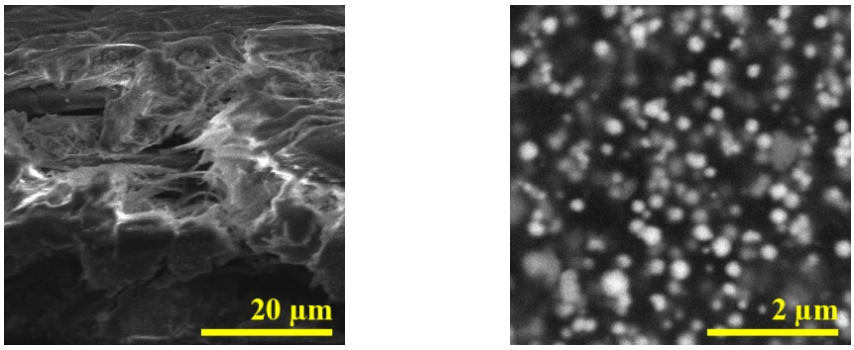
В последние годы активно развиваются перспективные направления биомедицинского применения магнитных наночастиц. Сюда входят магнитная резонансная томография, адресная доставка лекарств, магнитная гипертермия, глубокая очистка биологических сред от токсинов и примесей и другие приложения [100]. Магнитная гипертермия – перспективный метод лечения онкологических заболеваний путем разрушения клеток опухоли их локальным нагревом. Магнитные наночастицы вводятся в опухолевую ткань и при приложении внешнего переменного магнитного поля нагреваются до 43−45◦C, что приводит к разрушению опухолевой ткани, в то время как окружающие здоровые клетки не повреждаются. Магнитная гипертермия, как метод, характеризующийся локальным воздействием и неинвазивностью, представляется менее склонным к вызову серьезных побочных эффектов по сравнению с химио- или радиотерапией [101, 102]. Наиболее распространёнными агентами для магнитной гипертермии выступают наночастицы магнетита и маггемита.

Магнитные свойства тонеров использовались для выявления признаков различия печатных документов, изготавливаемых методами электрофотографической печати. Так в работе [103], с помощью вибрационного магнитометра измерялись петли гистерезиса отдельных знаков текста напечатанных на принтерах фирм «Hewlett Packard» и «Canon». Было установлено, что наиболее значимыми отличительными признаками магнитных петель гистерезиса образцов напечатанных знаков являлись величина максимального магнитного момента в насыщении и коэрцитивная сила. Характерные значения указанных параметров составили $(1–2)\times10^{-6}$ А/м^2 и 4000–8000 А/м, соответственно. При этом величина остаточного магнитного момента (менее $\sim10^{-7}$ А/м^2), не превышала погрешности используемого вибрационного магнитометра. В работе [29] была продемонстрирована

возможность измерять с помощью ГМИ-сканера остаточные магнитные поля текстовых знаков, напечатанных на бумажном носителе с помощью лазерного принтера.

В ходе данного исследования, в качестве образцов использовались напечатанные на лазерном принтере HP-2200 узкие полоски с размерами 1,6×5 мм, 1,6×20 мм и 5,6×20 мм. После намагничения в перпендикулярном магнитном поле их остаточная намагниченность порождает слабые магнитные поля идентичные магнитным полям замкнутых двухпроводных линий тех же размеров.

На рисунке 28а, приведено изображение участка поверхности, напечатанной на лазерном принтере прямоугольной полоски, полученное с помощью силового электронного микроскопа при увеличении 2000. На изображении хорошо просматривается спеченный слой микрогранул тонера. При еще большем увеличении, (рисунок 28б), в изображении спеченной полимерной матрицы четко видны наночастицы магнетита (белые точки) с размерами от 100 нм до 200 нм. Согласно работе [100] удельная намагниченность насыщения наночастиц оксида железа составляет, в среднем, 60 А·м^2/кг.



а) б)

Рисунок 28 – Микрофотографии поверхности спеченного слоя микрогранул тонера, полученные с помощью силового электронного микроскопа: (а) с увеличением 2000, (б) с увеличением 20000.

Для определения магнитных характеристик исследуемого тонера были выполнены измерения петли гистерезиса на вибрационном магнитометре. В качестве образца использовалась напечатанная на лазерном принтере полоска размером 1,6×5 мм. При измерениях образец намагничивался магнитным полем перпендикулярным плоскости образца. Измерение проводилось на самой чувствительной шкале вибрационного магнитометра с диапазоном ±50 мкА·м^2. На рисунке 29 приведена полная петля гистерезиса исследуемого образца. Видно, что намагниченность образца приближается к насыщению в магнитном поле ≈ 200 кА/м. В максимальном приложенном магнитном поле 640 кА/м величина магнитного момента образца M_s = 2,8 мкА·м^2. На вставке на рисунке 29 приведена часть петли гистерезиса в области нулевых магнитных полей. Коэрцитивная сила имеет значение H_c ≈ 5 кА/м, а величина остаточного магнитного момента M_r ≈ 0,1 мкА·м^2.

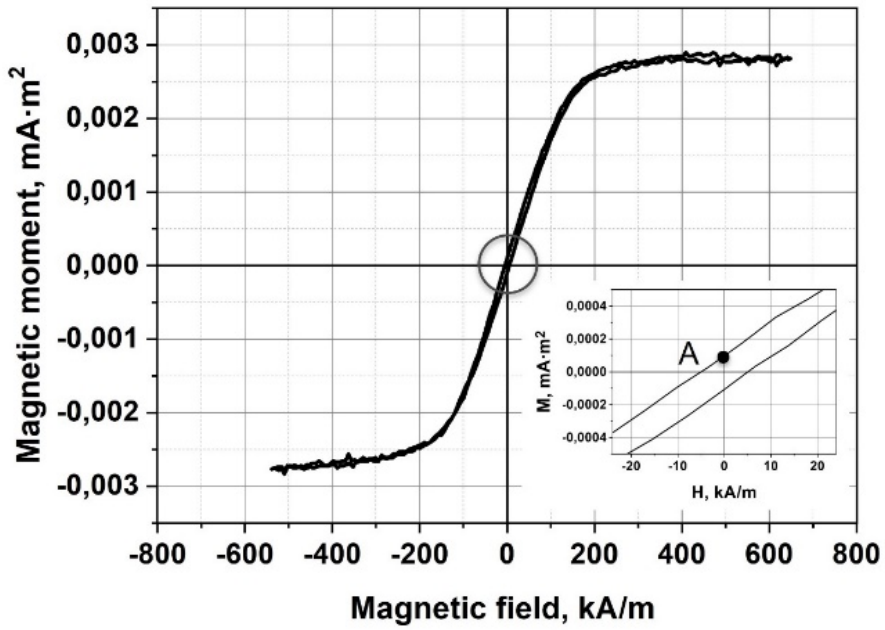


Рисунок 29 – Петля гистерезиса напечатанной на лазерном принтере полоски тонера, размером 1.6 мм × 5 мм тонера при намагничивании в перпендикулярном поле. На вставке показана часть петли гистерезиса в области нулевых магнитных полей.

Используя величину магнитного момента образца в насыщении, измеренную на вибромагнитометре (2,8 мкА·м^2) и исходя из величины удельной намагниченности насыщения оксида железа 60 А·м^2/кг, можно оценить количество магнитных наночастиц в нем. Из простой пропорции получается, что количество наночастиц в образце составляет ~46,6 мкг, а средняя концентрация магнитных наночастиц на единицу площади составляет ~6 мкг/мм^2.

Для сравнения этот же образец был измерен с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра. Перед измерениями образец предварительно намагничивался в перпендикулярном магнитном поле величиной 640 кА/м. Измерения были выполнены на расстоянии 0,1 мм (эффективная высота 1,4 мм) от поверхности образца. На рисунке 30 приведены общий вид исследуемой полоски тонера и его магнитное изображение в двумерном цветном представлении и в трехмерном представлении, когда по вертикальной оси отложены значения измеренной вертикальной компоненты магнитного поля, связанной с остаточной намагниченностью образца тонера. Оценка величины остаточного магнитного момента образца, по измерениям на сканирующем ГМИ-магнитометре, оказалась равной 0,046 мкА·м^2.

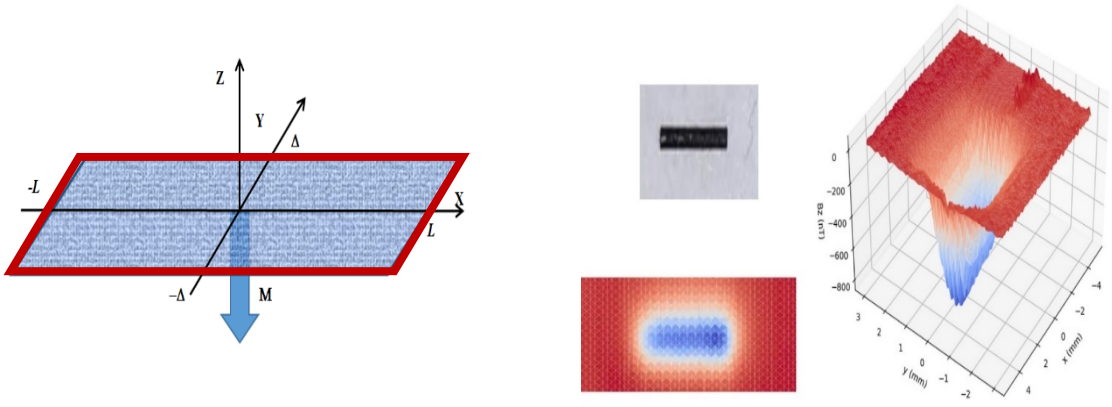
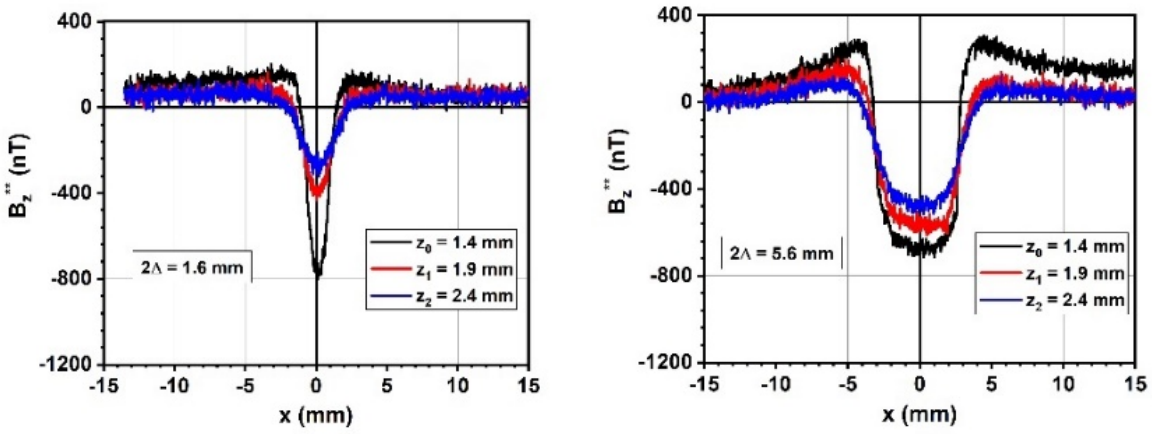


Рисунок 30 – Пространственное магнитное изображение остаточной намагниченности этого же образца после намагничивания в перпендикулярном магнитном поле (соответствует точке А на петле гистерезиса).

С помощью сканирующего ГМИ магнитометра были проведены детальные исследования остаточной намагниченности напечатанных на лазерном принтере HP-2200 полосок тонера длиной 20 мм и шириной $2\Delta_1$ = 1,6 мм и $2\Delta_2$ = 5,6 мм. Измерения были выполнены на тех же высотах 0,1 мм, 0,6 мм и 1,1 мм, что и в случае образцов двухпроводных токовых линий. Перед измерениями образцы намагничивались в перпендикулярном поверхности постоянном магнитном поле, величиной 600 кА/м. Экспериментальные графики распределения B_z** компоненты магнитного поля, порождаемого остаточной намагниченностью материала тонера указанных образцов, приведены на рисунке 31.



а) б)

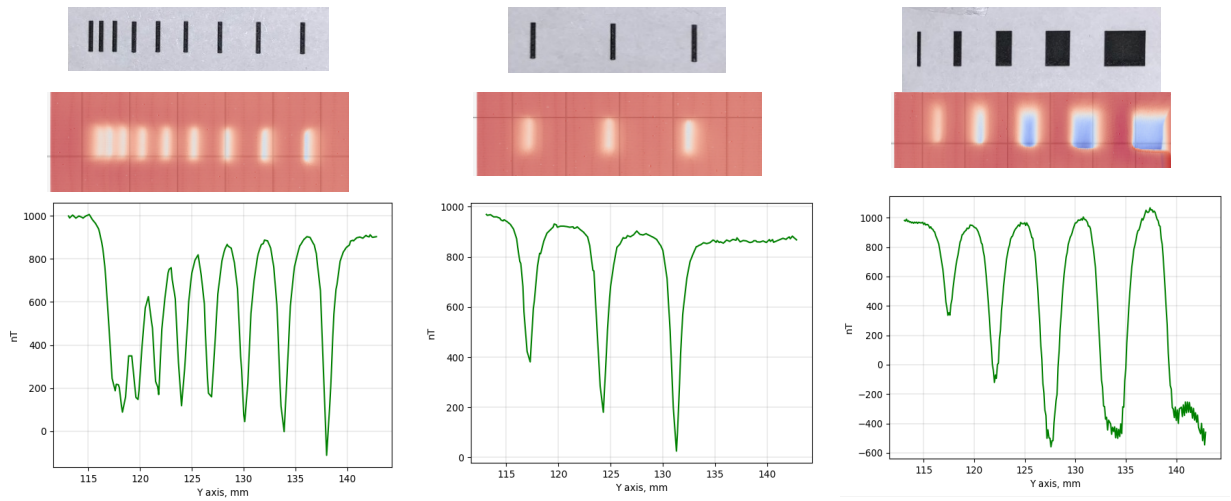
Рисунок 31 – Экспериментальные распределения B_z** компоненты магнитного поля, измеренные на разных высотах, над образцами перпендикулярно намагниченных тонеров шириной 1.6 мм (а) и 5.6 мм (б).

Как следует из представленных данных, сигналы от образцов намагниченных тонеров соответствуют сигналам двухпроводных линий. Однако, амплитуды сигналов оказались в несколько раз ниже по сравнению с данными на рисунке 23. Как и в случае двухпроводных линий, для расчета эффективного тока, соответствующего остаточной намагниченности на толщине образца M/S, использовались выражения (12), (13). Расчеты (с учетом

найденных поправок z_0 и k) проводились для всех шести серии измерений. Было найдено, что величина остаточной намагниченности исследуемых образцов составила 5,8 ± 0,6 мА.

Надежное измерение магнитных сигналов, порождаемых остаточной намагниченностью образца, может являться отличительным значимым признаком используемого тонера и печатающего устройства.

В дополнение к предыдущим измерениям с целью расширения области потенциального применения метода, было проведены измерения, в рамках которого получены дополнительные магнитные изображения различных печатных объектов. Были исследованы перпендикулярно намагниченные напечатанные полоски длиной 5 мм и с ширинами 0,5, 1,0, 2,0, 3,0- и 5,0-мм (рисунок 32).



а) б) в)

Рисунок 32 – Магнитные изображения перпендикулярно намагниченных напечатанных полосок: а) размером 5 мм×0.5 мм и расположенных на разном расстоянии, б) размером 5 мм×0.5 мм и намагниченных в разном режиме, в) с ширинами 0,5, 1,0, 2,0, 3,0- и 5,0-мм.

По магнитным изображениям было установлено, что сигнал от двух полосок начинают различаться при расстоянии между ними 1 мм. Также магнитные изображения и магнитные сканы по трем полоскам, отпечатанным

с различным качеством (economical, non-standard, optimal) заметно отличаются. Кроме того, максимальная величина сигнала достигается для образцов шириной 2 и 3 мм.

Также были напечатаны и получены магнитные изображения двух логотипов международных конференций: 11th International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition и VIII Euro-Asian Symposium “Trends in Magnetism” (рисунок 33).

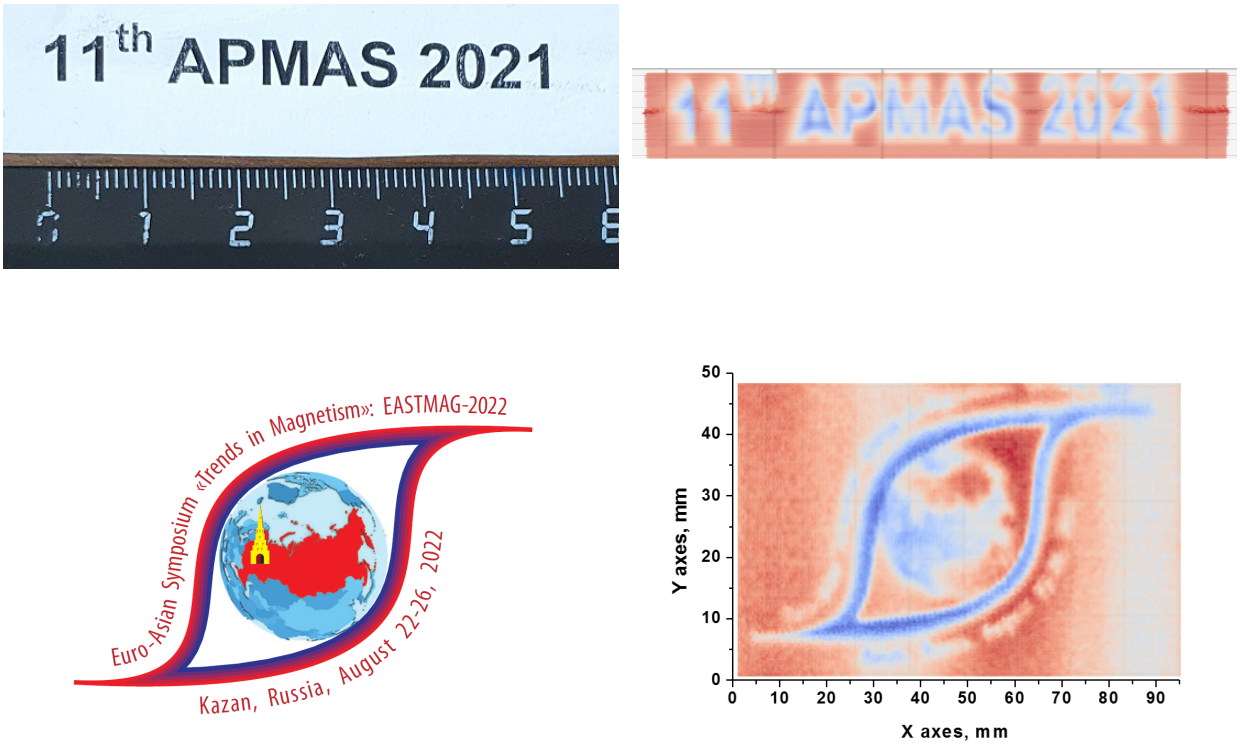


Рисунок 33 – Магнитные изображения логотипов международных конференций APMAS-2011 и EASTMAG-2022.

Кроме того, были измерены магнитные сигналы от двух образцов текста, напечатанных на различных принтерах без предварительного намагничивания (рисунок 34). Полученные магнитные изображения демонстрируют заметные различия. Анализ этих магнитных изображений позволяет установить, был ли текст напечатан оригинальным тонером. Надежное измерение магнитных сигналов, порождаемых остаточной намагниченностью образца, может

являться отличительным признаком используемого тонера и печатающего устройства и использоваться в задачах судебной экспертизы документов и защиты от подделок

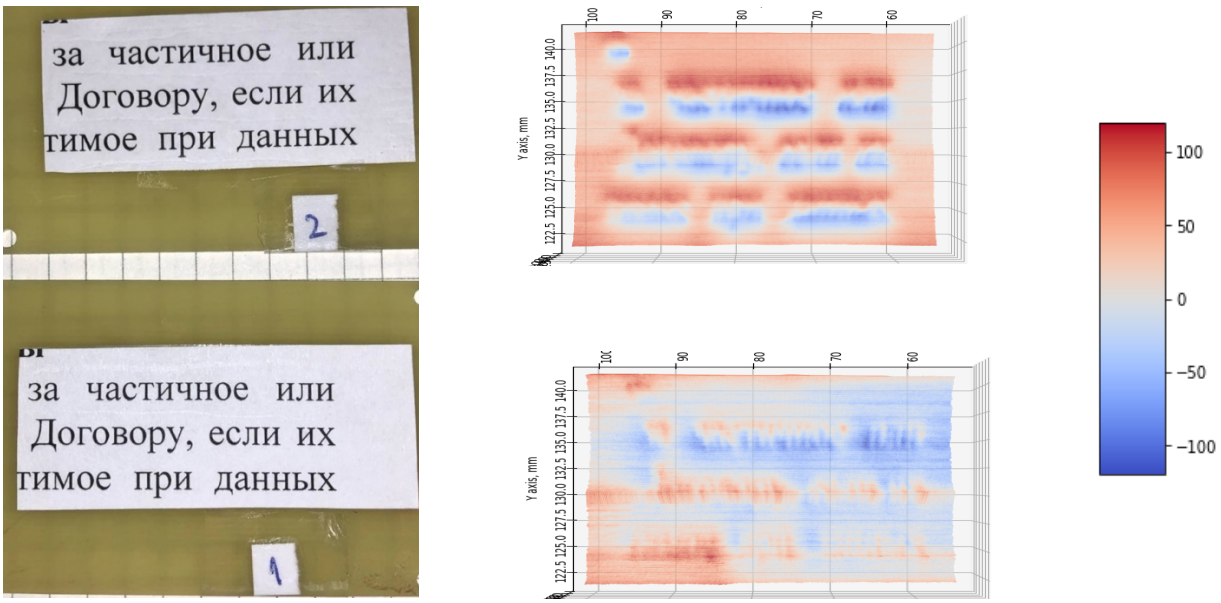


Рисунок 34 – Магнитные изображения остаточных намагниченностей двух образцов текста, напечатанных на разных принтерах без намагничивания.

4.3. Исследования намагниченности образцов аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe

К другому классу слабомагнитных образцов, которые были детально исследованы с помощью сканирующего ГМИ магнитометра, относятся аморфные ферромагнитные микропровода на основе Fe. Данные микропровода характеризуются положительной константой магнитострикции ($\lambda_s \sim +(1–3)\times10^{-5}$) [104]. Петля гистерезиса в таких микропроводах имеет прямоугольную форму [105] с характерным полем перемагничивания H_c ~80–400 А/м, а процесс перемагничивания происходит одним гигантским скачком Баркгаузена (быстрое движение доменной стенки (ДС) вдоль оси микропровода) [106]. Распространение ДС в ферромагнитных микропроводах является предметом интенсивных исследований, связанных с методами

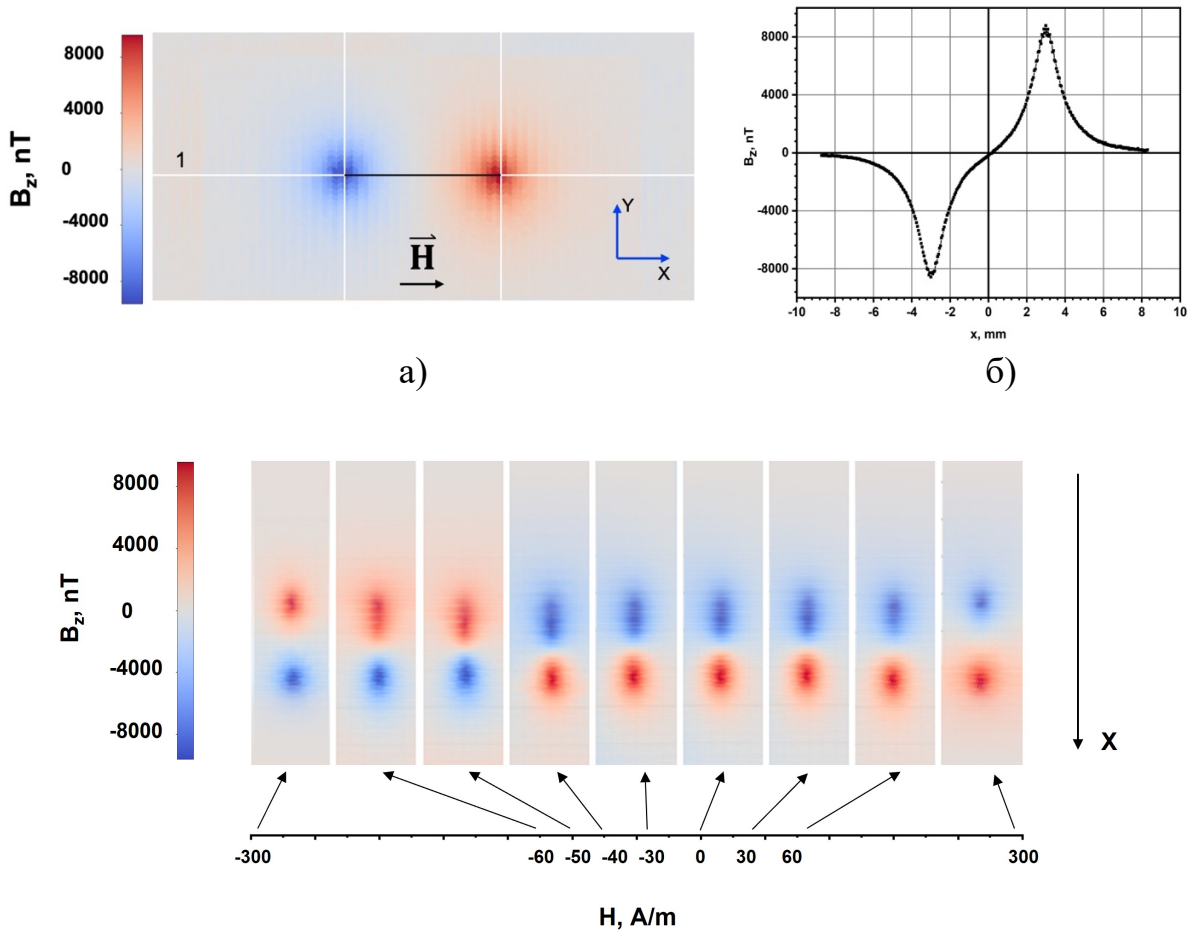
воспроизводимой инжекции ДС, управлением распространением ДС, ее структурой [107] и др. В работах [108, 109] было показано, что распространение ДС начинается с концов микропровода, где замыкающие домены существуют из-за действия размагничивающего поля. Возможность измерения магнитных полей рассеяния от замыкающих доменов в железных микропроводах была продемонстрирована в [7] при температуре кипения жидкого азота с помощью сканирующего магнитометра на основе ВТСП СКВИДа (высокотемпературный сверхпроводящий квантовый интерференционный датчик) и в [10] при комнатной температуре с помощью сканирующего ГМИ магнитометра.

В ходе данного исследования, в качестве образцов использовались отрезки аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа, в стеклянной оболочке, изготовленные по технологии Улитовского-Тейлора из сплава состава $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$. Данные микропровода характеризовались диаметром металлической жилы 17.3 мкм и полным диаметром 28.2 мкм. Исследуемые отрезки микропроводов имели длину 6.5 мм и 15.5 мм.

При измерениях методом сканирующей ГМИ-магнитометрии были получены изображения магнитных полей рассеяния образцов микропроводов в различных внешних однородных магнитных полях. Для сравнения, с использованием метода вибрационной магнитометрии, была измерена петля гистерезиса образца микропровода длиной 6.5 мм (рисунок 37).

На рисунке 35а показано двумерное изображение $B_z(x,y)$ компоненты магнитного поля над образцом микропровода длиной 6.5 мм (черный отрезок в центре), измеренное на высоте Z_0 ~1 мм методом сканирующей ГМИ-магнитометрии. Данное магнитное изображение было получено при воздействии магнитного поля КГ, величиной 400 А/м, направленного вдоль оси микропровода, в котором микропровод намагничивается до состояния близкого к насыщению. Вблизи концов отрезка микропровода, в его магнитном изображении, наблюдаются два симметричных локальных

экстремума с противоположными знаками. Такое распределение вертикальной компоненты магнитного поля свидетельствует о наличии «магнитных зарядов» на концах отрезка микропровода [110]. На рисунке 35б показан отдельный магнитный скан $B_z(x)$, измеренный вдоль оси микропровода. Видно, что амплитуда магнитных полей рассеяния на концах отрезков достигает значений ± 8200 нТл и спадает к нулю при удалении от конца на расстояние x > 2L.



а) б)

в)

Рисунок 35 – Магнитные изображения образца микропровода длиной 6.5 мм, на расстоянии 1 мм, в продольном магнитном поле 400 А/м (а) двумерное магнитное изображение микропровода; (б) магнитный профиль $B_z(x)$ вдоль оси «1», параллельной оси микропровода; в) магнитные изображения, полученные при различных внешних продольных магнитных полях.

На рисунке 35в показана серия магнитных изображений 6,5-мм микропровода в зависимости от величины продольного магнитного поля КГ. Как следует из представленных магнитных изображений, при максимальном значении подмагничивающего поля (+300 А/м), положительный и отрицательный максимумы $B_z(x,y)$ компоненты магнитного поля локализованы вблизи концов микропровода. При уменьшении подмагничивающего поля до нуля и смене знака вплоть до значения –40 А/м максимумы вытягиваются вдоль оси микропровода. Затем, при значении поля –50 А/м, цвет максимумов в магнитном изображении изменяется на противоположный, что указывает на скачкообразное перемагничивание микропровода [111]. Дальнейшее увеличение отрицательного подмагничивающего поля (+300 А/м) приводит к локализации отрицательного и положительного максимумов $B_z(x,y)$ вблизи концов микропровода.

Интерпретация полученных магнитных изображений проводилась с учетом того, что микропровод характеризуется положительной константой магнитострикции ($\lambda_s \sim +(1–3)\times10^{-5}$) и продольное намагничивание микропровода энергетически более выгодно [50]. Исходя из этого, во внешнем продольном магнитном поле вдали от концов микропровода средняя по поперечному сечению намагниченность должна иметь только продольную компоненту J_0 близкую к намагниченности насыщения, $J_0 \approx J_s$. Вблизи концов микропровода сильное магнитостатическое взаимодействие приводит к спаданию продольной компоненты намагниченности и расплыванию магнитного заряда вдоль оси микропровода. Все вышесказанное позволяет полагать, что измеряемая компонента магнитной индукции $B_z(x,y)$ полностью определяется магнитным диполем с плечом 2L и магнитными зарядами $\pm qm = \pm\pi r_0^2 J_0$, каждый из которых распределен в продольном направлении на длинах u_1 и u_2.

Рассмотрим отрезок микропровода радиусом r_0 и длиной 2L, который расположен вдоль оси X. Предположим, что заряды на концах микропровода

распределены равномерно с постоянными плотностями $\rho_{m1} = -q_m/u_1$ при $-L \le x \le -L+u_1$ и $\rho_{m2} = -q_m/u_2$ при $L-u_2 \le x \le L$. Пусть сканирование происходит на высоте Z_0 над микропроводом, тогда распределение вертикальной компоненты индукции над таким физическим диполем описывается выражением (14):

$$B_z(x,y,z,u_1,u_2,L) = \frac{\mu_0 J_0 \pi {r_0}^2}{4\pi}\left[b_{z1}(x,y,z,u_1,L) - b_{z2}(x,y,z,u_2,L)\right], \quad (14)$$

$$b_{z1}(x,y,z,u_1,L) = \frac{z}{u_1(y^2+z^2)}\left[\frac{L+x-u_1}{\sqrt{(L+x-u_1)^2+y^2+z^2}} - \frac{L+x}{\sqrt{(L+x)^2+y^2+z^2}}\right],$$

$$b_{z2}(x,y,z,u_2,L) = \frac{z}{u_2(y^2+z^2)}\left[\frac{L-x-u_2}{\sqrt{(L-x-u_2)^2+y^2+z^2}} - \frac{L-x}{\sqrt{(L-x)^2+y^2+z^2}}\right],$$

где: μ_0 – магнитная постоянная, y – горизонтальная координата поперек микропровода и z – вертикальная координата, а слагаемые в скобках b_{z1}, b_{z2} описывают вклад левого и правого конца микропровода, соответственно. В случае длинного микропровода вклад левого конца микропровода дает малую поправку при вычислении индукции вблизи его правого конца, поэтому в формуле (14) можно ограничиться слагаемым b_{z2}.

Варьируя в (14) высоту наблюдения z_0, амплитудный коэффициент $A = \mu_0 J_0 \pi {r_0}^2/4\pi$ и ширину равномерного распределения концевых зарядов $u_{1,2}$, было достигнуто максимальное совпадение серий экспериментальных и расчетных профилей $B_z(x_0,y,z_0)$ и $B_z(x,y_0,z_0)$, полученных для разных x_0 и y_0 и разных высот измерений z_0. Определив значение амплитудного коэффициента, можно найти значение намагниченности в средней части отрезка микропровода $J_0 = 4\pi A/m_0\pi r_0^2$ при любом заданном внешнем поле. В частности, по значению коэффициента в максимально доступном внешнем поле, когда $J_0 \approx J_s$, можно найти намагниченность насыщения микропровода.

Было установлено, что наилучшее совпадение расчетных и измеренных профилей было получено при выборе высоты сканирования z_0 ~1 мм. Степень

совпадения экспериментальных и расчетных данных показывает достаточность предложенной модели для описания свойств изучаемых микропроводов. Хорошее соответствие экспериментальных и расчетных кривых на рисунке 36 означает, что динамика положения максимума $B_z(x)$, при изменении внешнего поля H_x, полностью определяется шириной размытия (расплывания) магнитных зарядов u. В достаточно большом внешнем поле 320 А/м параметр $J_0 \approx 7{,}2 \cdot 10^5$ А/м. Данная величина может служить оценкой предельной намагниченности J_s.

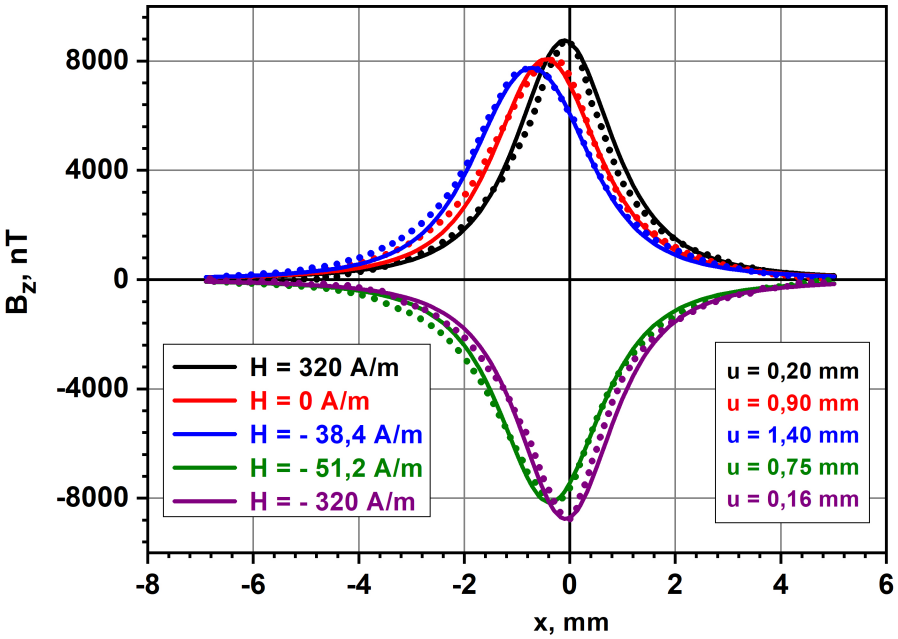


Рисунок 36 – Экспериментальные и теоретические профили компоненты индукции $B_z(x)$ над правым концом микропровода длиной 15,5 мм во внешнем продольном поле H_x разной величины. Слева указаны значения внешних продольных магнитных полей, соответствующие представленным кривым; справа приведены расчетные значения ширины равномерного распределения магнитных зарядов на конце микропровода.

Добившись совпадения экспериментального и расчетного графиков можно вычислить и полный магнитный момент отрезка микропровода, он равен $M = 4\pi A(2L - u)/\mu_0$. Определяя, по описанной процедуре для каждого

значения внешнего поля коэффициент A и ширину размытия заряда u, можно найти зависимость M(H). Так, для микропровода в нулевом магнитном поле величина размытия заряда u = 2 мм и полный магнитный момент будет равен $M(0) = 0{,}96 \cdot 10^{-6}$ А·м^2. После переворота, при H = –70 А/м размытие резко уменьшится, u = 0,3 мм, и полный момент $M(-70) = 1{,}1 \cdot 10^{-6}$ А·м^2, а в большом поле, H = 640 А/м размытие еще уменьшится, u = 0,05 мм, и момент $M(640) = 1{,}18 \cdot 10^{-6}$ А·м^2.

На рисунке 37, для сравнения, приведены петля гистерезиса образца микропровода длиной 6.5 мм, измеренная с помощью вибрационного магнитометра и профили нормальной компоненты поля (вставки 1–4), измеренные с помощью сканирующего ГМИ магнитометра на высоте ~1 мм, при значениях магнитного поля, указанных соответствующими точками на петле гистерезиса.

Видно, что в малых полях подмагничивания экстремумы индукции слегка уменьшаются по амплитуде и расширяются, смещаясь к центру отрезка микропровода. Важно подчеркнуть, что подбор соответствующих модельных параметров для экспериментальных профилей позволяет количественно изучить эволюцию структуры намагниченности микропровода в разных магнитных полях. В случае отрезка железного микропровода изменение продольной намагниченности при уменьшении продольного поля полностью определяется ростом концевых замыкающих доменов [112].

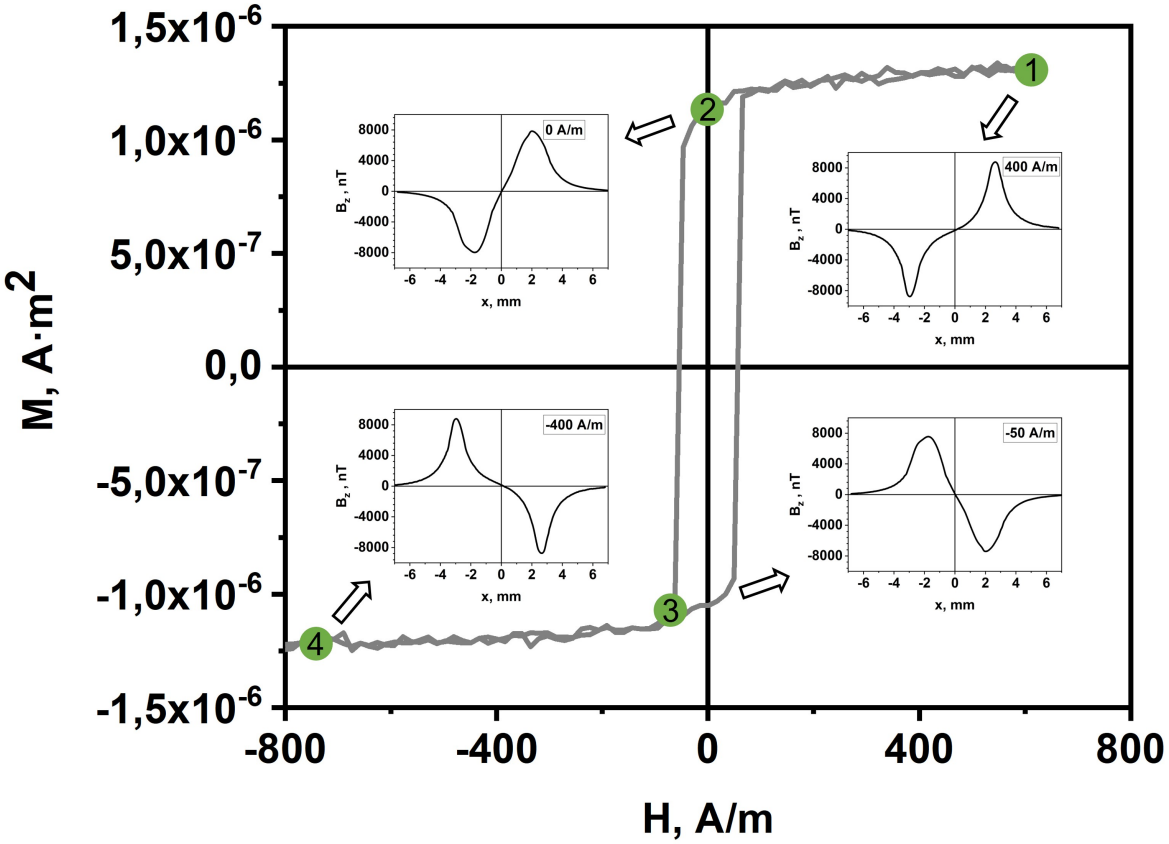


Рисунок 37 – Петля гистерезиса образца микропровода длиной 6.5 мм. Вставки 1 -4 показывают профили $B_z(x)$, вдоль оси микропровода на высоте 1 мм при различных значениях магнитного поля (точки 1–4 на петле гистерезиса), измеренные с помощью сканирующего ГМИ-магнитометра.

В дополнение к вышесказанному модель была несколько усложнена, и были рассмотрены также ситуации, в которых в концевом домене существует область с противоположно направленной намагниченностью. В этом случае профиль индукции над концом микропровода меняется качественно. Функция $B_z(x)$ справа от своего максимума, по направлению от центра микропровода, спадает заметно резче, чем слева. При расширении размера области противоположной намагниченности асимметрия увеличивается и наблюдается изменение знака B_z. Во всех проведенных измерениях для всех значений внешнего поля получившиеся профили $|B_z(x)|$ спадали симметрично около своих экстремумов, не говоря уже об отсутствии тенденции к смене знака $B_z(x)$ около своего экстремума. Речь идет, в том числе, о полях близких

к полю большого скачка Баркгаузена. Это обстоятельство указывает на то, что зародыш доменной стенки формируется во внешнем поле, очень близком к полю перемагничивания. Вполне возможно, что зарождение доменной стенки, ее развитие и отрыв от концевого домена происходит при одном значении внешнего поля.

Выше рассматривалась только продольная компонента намагниченности, усредненная по поперечному сечению микропровода. Что касается распределения всех компонент намагниченности в объеме микропровода в концевом домене, предполагается, что наиболее естественной является следующая картина. На радиусах, больших обменной длины, распределение магнитного заряда примерно постоянно во всем объеме, что обеспечивает минимум суммы магнитно-кристаллической одноосной энергии и магнитостатической энергии. Такое распределение заряда соответствует линейной зависимости намагниченности от продольной координаты и не зависит от поперечных координат. В указанной, занимающий основной объем концевого домена или доменной стенки, наружной области нет причин появления отклонения распределения намагниченности от аксиальной симметрии.

Вблизи оси в цилиндрической области, радиус которой порядка обменной длины, распределение поперечной компоненты намагниченности не может быть аксиально симметричным. Отклонение вектора намагниченности от продольного направления может быть только одинаковым во всем поперечном сечении приосной области. Указанное принципиальное отличие от цилиндрически симметричного распределения намагниченности может распространиться на весь объем доменной стенки, приводя к существенному искажению ее формы, наблюдаемое в ряде работ [113].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В заключении приводятся **основные результаты** диссертационного исследования:

1. Разработан сканирующий магнитометр на основе ГМИ-датчика с улучшенной разрешающей способностью ~10 нТл и пространственным разрешением ~1,3 мм для количественных измерений и визуализации пространственного распределения перпендикулярной компоненты магнитного поля вблизи поверхности исследуемых объектов при воздействии внешнего продольного магнитного поля в диапазоне ± 600 А/м.
2. Разработано специализированное программное обеспечение позволяющее визуализировать пространственное распределение магнитных полей рассеяния исследуемых образцов. Программа позволяет рассчитывать калибровочные коэффициенты, которые используются для получения количественных распределений магнитных полей рассеяния.
3. Предложен способ магнитной калибровки выходного сигнала ГМИ-датчика для количественных измерений локальных неоднородных магнитных полей по известному пространственному распределению магнитного поля двухпроводной линейной токовой структуры. В процессе калибровочных испытаний найдены поправочные коэффициенты k = 1,4 и $z_{эфф}$ = 1.3 мм, с учетом которых рассчитываются реальные значения B_z величины магнитной индукции.
4. Измерены пространственные магнитные изображения образцов знаков текста, напечатанных на лазерном принтере. Получены значения остаточной намагниченности, магнитного момента и микроконцентрации магнитных наночастиц оксида железа Fe_3O_4, являющиеся магнитными характеристиками тонера, которые могут использоваться для его идентификации в задачах судебной экспертизы.
5. Измерены пространственные магнитные изображения образцов аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe при воздействии

продольных магнитных полей. На основе полученных изображений определены: величина намагниченности насыщения микропровода, значение критического магнитного поля при котором происходит скачкообразное переключение намагниченности микропровода и ширина его замыкающих доменов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Panina L. V., Mohri K. Magneto-impedance effect in amorphous wires //Applied physics letters. – 1994. – Т. 65. – №. 9. – С. 1189-1191.

2. Sandacci S. et al. Off-diagonal impedance in amorphous wires and its application to linear magnetic sensors //IEEE Transactions on Magnetics. – 2004. – Т. 40. – №. 6. – С. 3505-3511.

3. McVitie, S., Ferrier, R. P., Scott, J., White, G. S., & Gallagher, A. (2001). Quantitative field measurements from magnetic force microscope tips and comparison with point and extended charge models. Journal of Applied Physics, 89(7), 3656-3661.

4. Reininger T. et al. Magnetic domain observation in amorphous wires //Journal of applied physics. – 1993. – Т. 73. – №. 10. – С. 5357-5359.

5. Araujo J. F. D. F. et al. Characterizing complex mineral structures in thin sections of geological samples with a scanning Hall effect microscope //Sensors. – 2019. – Т. 19. – №. 7. – С. 1636.

6. Faley M. I. et al. High temperature superconductor dc SQUID micro-susceptometer for room temperature objects //Superconductor Science and Technology. – 2004. – Т. 17. – №. 5. – С. S324.

7. Gudoshnikov S. et al. Measurements of stray magnetic fields of amorphous microwires using scanning microscope based on superconducting quantum interference device // Journal of magnetism and magnetic materials. – 2007. – Т. 316. – №. 2. – С. 188-191.

8. Gudoshnikov S. A. et al. Study of amorphous ferromagnetic microwires using a scanning SQUID microscope //Physica C: Superconductivity. – 2002. – Т. 372. – С. 271-273.

9. Gudoshnikov S. A., Matveets L. V. HTS applications: Progress in Squid microscopy and high resolution non-destructive evaluation //High Temperature Superconductivity 2. – Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2004. – С. 337-361.

10. Gudoshnikov S. et al. Scanning magnetic microscope based on magnetoimpedance sensor for measuring of local magnetic fields //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2020. – Т. 510. – С. 166938.

11. Gudoshnikov S., Danilov G., Gorelikov E., Liubimov B., Odintsov V., Venediktov S. Peculiarities of measuring local magnetic fields using a scanning magnetic microscope based on a magnetoimpedance sensor / Joint European Magnetic Symposia, 7-11 December 2020, virtual // https://magnetism.eu/148-jems2020.htm.

12. Gudoshnikov S. et al. Highly sensitive magnetometer based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire //physica status solidi (a). – 2014. – Т. 211. – №. 5. – С. 980-985.

13. Zhukova V. et al. Development of magnetic microwires for magnetic sensor applications //Sensors. – 2019. – Т. 19. – №. 21. – С. 4767.

14. Abelmann L., Siekman M. Magnetic force microscopy //Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry. – 2017. – Т. 2.

15. Hiesgen R., Haiber J. Measurement Methods| Structural Properties: Atomic Force Microscopy. – 2009.

16. Zhukov A. et al. Nanocrystalline and amorphous magnetic microwires // Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology. – Valencia, CA, USA : American Scientific Publishers, 2004. – Т. 6. – №. 387. – С. 365-387.

17. Shaw G. et al. A scanning Hall probe microscope for high resolution, large area, variable height magnetic field imaging //Review of Scientific Instruments. – 2016. – Т. 87. – №. 11.

18. Panina L. V. et al. Giant magneto-impedance in Co-rich amorphous wires and films //IEEE Transactions on Magnetics. – 1995. – Т. 31. – №. 2. – С. 1249-1260.

19. Перов Н. С., Родионова В. В., Прудникова М. В., Грановский А. Б., Прудников В. Н. / Вибрационный магнитометр специальный физический практикум // Москва, Физическиӣ факультет МГУ им М.В. Ломоносова. – 2016. – 31с.

20. Sheppard C. J. R. Microscopy overview //Encyclopedia of Modern Optics. – 2004. – Т. 3. – С. 61-68.

21. Danilov G. et al. Measurements of Stray Magnetic Fields of Fe-Rich Amorphous Microwires Using a Scanning GMI Magnetometer //Metals. – 2023. – Т. 13. – №. 4. – С. 800.

22. Gudoshnikov S., Danilov G., Tarasov V., Grebenshchikov Yu., Odintsov V., Popova A., Venediktov S. Magnetic non-destructive testing using a scanning GMI magnetometer / VIII Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism”, 22-26 August 2022, Kazan, Russia // EASTMAG-2022 Book of Abstracts. — 2022. – P. 462.

23. Gudoshnikov S., Danilov G., Tarasov V., Grebenshchikov Yu., Odintsov V. Non-Destructive Method of Scanning Magnetometry for Determining Magnetization of Weakly Magnetic and Magnetically Soft Materials / 12th International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition (APMAS-2022), 12-21 October 2022, Oiudeniz, Turkey // 2022. Book of abstracts. — 2022. — P. 68.

24. Гребенщиков Ю. Б., Данилов Г. Е., Игнатов А. С., Гудошников С. А. Метод сканирующей магнитометрии для определения характеристик слабомагнитных и магнитно-мягких материалов / XXXIV Симпозиум «Современная химическая физика»: сборник тезисов. 16-25 сентября 2022, Туапсе, Россия // Изд-во Доблесть. – 2022. – С. 189.

25. Данилов Г. Е. Измерения магнитных полей рассеяния аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Fe с помощью сканирующего ГМИ магнитометра // Российская наука в современном мире. Сборник статей L международной научно-практической конференции. (Москва, 30 ноября 2022 г.) – Москва, 2022. – С. 142-143.

26. Гребенщиков Ю. Б., Данилов Г. Е., Тарасов В. П., Гудошников С. А. Определение магнитных характеристик аморфного ферромагнитного микропровода на основе железа с помощью магнитного сканера / XXXV

Симпозиум «Современная химическая физика»: сборник тезисов. 18-28 сентября 2023, Туапсе, Россия // Изд-во Доблесть. – С. 213.

27. Danilov G., Tarasov V., Grebenshchikov Yu., Odintsov V., Gudoshnikov S. Scanning GMI magnetometer for measuring stray magnetic fields of amorphous ferromagnetic microwires / VIII Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism”, 22-26 August 2022, Kazan, Russia // EASTMAG-2022 Book of Abstracts. — 2022. – P. 464.

28. Gudoshnikov S., Danilov G., Gorelikov E., Tarasov V., Grebenshchikov Yu., Odintsov V., Venediktov S. Scanning Magnetometer Based on A Magnetoimpedance Sensor for Nondestructive Evaluation of Materials Containing Magnetic Nanoparticles / 11th International Advances in Applied Physics & Materials Science Congress & Exhibition (APMAS-2021), 17-23 October 2021, Mugla, Turkey // Books of abstract. – 2021. – P. 28.

29. Gudoshnikov S. et al. Scanning magnetometer based on magnetoimpedance sensor for measuring a remnant magnetization of printed toners //Measurement. – 2022. – Т. 204. – С. 112045.

30. Данилов Г. Е., Гудошников С. А. Измерение остаточных магнитных полей слабомагнитных материалов, содержащих магнитные наночастицы //Международный научно-исследовательский журнал. – 2022. – №. 12 (126). – С. 87.

31. Zhukova V., Ipatov M., Zhukov A. Thin magnetically soft wires for magnetic microsensors //Sensors. – 2009. – Т. 9. – №. 11. – С. 9216-9240.

32. Foner S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer //Review of Scientific Instruments. – 1959. – Т. 30. – №. 7. – С. 548-557.

33. Gudoshnikov S. A. et al. SQUID microscope for magnetic structure visualization in magnetoimpedance elements //IEEE transactions on applied superconductivity. – 2001. – Т. 11. – №. 1. – С. 223-225.

34. Авраменко А. И., Маянский И. М., Улитовский А. В. Способ непрерывного изготовления микропроволок в стеклянной изоляции. – 1960.

35. Larin V. S. et al. Preparation and properties of glass-coated microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2002. – Т. 249. – №. 1-2. – С. 39-45.

36. Chiriac H. Preparation and characterization of glass covered magnetic wires // Materials Science and Engineering: A. – 2001. – Т. 304. – С. 166-171.

37. Taylor G. F. A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses //Physical Review. – 1924. – Т. 23. – №. 5. – С. 655.

38. Knobel M., Vázquez M., Kraus L. Giant magnetoimpedance // Handbook of magnetic materials. – 2003. – Т. 15. – С. 497-563.

39. Phan M. H., Peng H. X. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications //Progress in Materials Science. – 2008. – Т. 53. – №. 2. – С. 323-420.

40. Zhukov A., Zhukova V. Magnetic properties and applications of ferromagnetic microwires with amorphous and nanocrystalline structure. – Nova Science Publishers, 2009.

41. T Squire P. T. et al. Amorphous wires and their applications //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1994. – Т. 132. – №. 1-3. – С. 10-21.

42. Vazquez M., Hernando A. A soft magnetic wire for sensor applications //Journal of Physics D: Applied Physics. – 1996. – Т. 29. – №. 4. – С. 939.

43. Vázquez M., Zhukov A. P. Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1996. – Т. 160. – С. 223-228.

44. Antonov A. S. et al. Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2000. – Т. 33. – №. 10. – С. 1161.

45. Aranda G. R. et al. Magnetostatic properties of Co-rich amorphous microwires: theory and experiment //physica status solidi (a). – 2008. – Т. 205. – №. 8. – С. 1800-1804.

46. Velázquez J. et al. Magnetoelastic anisotropy in amorphous wires due to quenching //Journal of applied physics. – 1991. – Т. 70. – №. 10. – С. 6525-6527.

47. Beach R. S., Berkowitz A. E. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire //Applied Physics Letters. – 1994. – Т. 64. – №. 26. – С. 3652-3654.

48. Yelon A. et al. Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent //Applied physics letters. – 1996. – Т. 69. – №. 20. – С. 3084-3085.

49. Antonov A. et al. The features of GMI effect in amorphous wires at microwaves // Physica A: Statistical Mechanics and its Applications. – 1997. – Т. 241. – №. 1-2. – С. 420-424.

50. Usov N. A., Antonov A. S., Lagar'kov A. N. Theory of giant magneto-impedance effect in amorphous wires with different types of magnetic anisotropy //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1998. – Т. 185. – №. 2. – С. 159-173.

51. Kraus L. Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1999. – Т. 195. – №. 3. – С. 764-778.

52. Ménard D., Yelon A. Theory of longitudinal magnetoimpedance in wires //Journal of applied physics. – 2000. – Т. 88. – №. 1. – С. 379-393.

53. Vázquez M. Giant magneto-impedance in soft magnetic “Wires” //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2001. – Т. 226. – С. 693-699.

54. Makhnovskiy D. P., Panina L. V., Mapps D. J. Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: Helical and circumferential //Physical Review B. – 2001. – Т. 63. – №. 14. – С. 144424.

55. Zhukova V. et al. Optimization of giant magnetoimpedance in Co-rich amorphous microwires //IEEE transactions on magnetics. – 2002. – Т. 38. – №. 5. – С. 3090-3092.

56. Ciureanu P. et al. Physical models of magnetoimpedance //Journal of Applied Physics. – 2007. – Т. 102. – №. 7.

57. Zhukova V. et al. Studies of magnetic properties and giant magnetoimpedance effect in ultrathin magnetically soft amorphous microwires //Journal of Applied Physics. – 2008. – Т. 103. – №. 7.

58. Ipatov M. et al. Low-field hysteresis in the magnetoimpedance of amorphous microwires //Physical Review B. – 2010. – Т. 81. – №. 13. – С. 134421.

59. Ipatov M. et al. Magnetoimpedance sensitive to dc bias current in amorphous microwires //Applied Physics Letters. – 2010. – Т. 97. – №. 25.

60. Ipatov M. et al. Correlation of surface domain structure and magneto-impedance in amorphous microwires //Journal of Applied Physics. – 2011. – Т. 109. – №. 11.

61. Vázquez M., Fernengel W., Kronmüller H. The effect of tensile stresses on the magnetic properties of Co58Fe5Ni10Si11B16 amorphous alloys //physica status solidi (a). – 1983. – Т. 80. – №. 1. – С. 195-204.

62. Gonzalez J. et al. Evaluation of the saturation magnetostriction in nearly zero magnetostrictive glass-coated amorphous microwires //Journal of Applied Physics. – 2000. – Т. 87. – №. 9. – С. 5950-5952.

63. Zhukov A. et al. Magnetostriction in glass-coated magnetic microwires //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2003. – Т. 258. – С. 151-157.

64. Gonzalez J., Vazquez M. Proceedings of the International Workshop on Magnetic Wires (IWMW) //Journal of Magnetism and Magnetic Materials (Netherlands). – 2001. – Т. 249. – №. 1. – С. 412.

65. Chizhik A. et al. Magneto-optical study of domain wall dynamics and giant Barkhausen jump in magnetic microwires //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2012. – Т. 324. – №. 21. – С. 3563-3565.

66. García C. et al. High-frequency GMI effect in glass-coated amorphous wires // Journal of alloys and compounds. – 2009. – Т. 488. – №. 1. – С. 9-12.

67. Gudoshnikov S. A. et al. A high-sensitivity scanning magnetometer based on the giant magneto-impedance effect for measuring local magnetic fields of corrosion currents //Technical Physics Letters. – 2016. – Т. 42. – С. 520-523.

68. Varga R. et al. Domain-wall dynamics in glass-coated magnetic microwires //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2007. – Т. 316. – №. 2. – С. 337-339.

69. Varga R. et al. Domain-wall dynamics in bistable magnetic microwires //physica status solidi (a). – 2009. – Т. 206. – №. 4. – С. 608-612.

70. Komova E. et al. Nanocrystalline glass-coated FeNiMoB microwires //Applied Physics Letters. – 2008. – Т. 93. – №. 6.

71. Sixtus K. J., Tonks L. Propagation of large Barkhausen discontinuities. II //Physical Review. – 1932. – Т. 42. – №. 3. – С. 419.

72. Zhukov A. et al. Trends in optimization of giant magnetoimpedance effect in amorphous and nanocrystalline materials //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Т. 727. – С. 887-901.

73. Zhukova V. et al. Fast magnetization switching in Fe-rich amorphous microwires: Effect of magnetoelastic anisotropy and role of defects //Journal of alloys and compounds. – 2014. – Т. 586. – С. S287-S290.

74. Gudoshnikov S. A. et al. Ground state magnetization distribution and characteristic width of head to head domain wall in Fe-rich amorphous microwire //physica status solidi (a). – 2009. – Т. 206. – №. 4. – С. 613-617.

75. Vázquez M. et al. Trapping and injecting single domain walls in magnetic wire by local fields //Physical review letters. – 2012. – Т. 108. – №. 3. – С. 037201.

76. Varga R. et al. Tailoring the switching field dependence on external parameters in magnetic microwires //IEEE transactions on magnetics. – 2012. – Т. 49. – №. 1. – С. 30-33.

77. Hudak J. et al. Improved Sixtus–Tonks method for sensing the domain wall propagation direction //Sensors and Actuators A: Physical. – 2009. – Т. 156. – №. 2. – С. 292-295.

78. Zhu Z. et al. Ultra-large giant magnetoimpedance effect by a 2D square spiral amorphous microwire //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2022. – T. 550. – C. 169090.

79. Gudoshnikov S. A. et al. Correlation of electrical and magnetic properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires after DC Joule heating treatment //Journal of Alloys and Compounds. – 2020. – T. 845. – C. 156220.

80. Gudoshnikov S. et al. Investigation of the properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires by means of small angle magnetization rotation method //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015. – T. 387. – C. 53-57.

81. Antonov A., Iakubov I., Lagarkov A. Longitudinal-transverse linear transformation of the HF-current in soft magnetic materials with induced anisotropy //IEEE Transactions on Magnetics. – 1997. – T. 33. – №. 5. – C. 3367-3369.

82. Vázquez M. Soft magnetic wires //Physica B: Condensed Matter. – 2001. – T. 299. – №. 3-4. – C. 302-313.

83. Usov N. A., Gudoshnikov S. A. Giant magneto-impedance effect in amorphous ferromagnetic wire with a weak helical anisotropy: Theory and experiment //Journal of applied physics. – 2013. – T. 113. – №. 24.

84. Jiles D. C. Recent advances and future directions in magnetic materials // Acta materialia. – 2003. – T. 51. – №. 19. – C. 5907-5939.

85. Landau L. D. et al. Electrodynamics of continuous media. – elsevier, 2013. – T. 8.

86. Mohri K., Honkura Y. Amorphous wire and CMOS IC based magneto-impedance sensors—Origin, topics, and future //Sensor Letters. – 2007. – T. 5. – №. 1. – C. 267-270.

87. Mohri K. et al. Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive micro-magnetic sensors (MI sensor and SI sensor) for intelligent measurements and controls //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2002. – T. 249. – №. 1-2. – C. 351-356.

88. Dufay B. et al. Characterization of an optimized off-diagonal GMI-based magnetometer //IEEE Sensors Journal. – 2012. – Т. 13. – №. 1. – С. 379-388.

89. Гудошников С. А. и др. Высокочувствительный сканирующий магнитометр на основе эффекта гигантского магнитного импеданса для измерений локальных магнитных полей коррозионных токов //Письма в Журнал технической физики. – 2016. – Т. 42. – №. 10. – С. 47-53.

90. Stansbury E. E., Buchanan R. A. Fundamentals of electrochemical corrosion. – ASM international, 2000.

91. Dufay B. et al. Impact of electronic conditioning on the noise performance of a two-port network giant magnetoimpedance magnetometer //IEEE Sensors Journal. – 2010. – Т. 11. – №. 6. – С. 1317-1324.

92. Bardin I. V. et al. Measurement of weak magnetic field of corrosion current of isolated corrosion center //AIP Advances. – 2015. – Т. 5. – №. 1.

93. Vázquez M. et al. On the state-of-the-art in magnetic microwires and expected trends for scientific and technological studies //physica status solidi (a). – 2011. – Т. 208. – №. 3. – С. 493-501.

94. Данилов Г. Е., Гудошников С. А., Гребенщиков Ю. Б., Одинцов В. И. Программный комплекс для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов «H2omega» // Свидетельство о государственной регистрации ПрЭВМ, рег. № 2023682992 от 01.11.2023.

95. Rosen M., Ohta N. (ed.). Color desktop printer technology. – CRC Press, 2018.

96. Galliford G. Chemically prepared toner //Galliford Consulting & Marketing, Ventura, Calif, USA.

97. Ataeefard M. et al. Effect of micro-and nanomagnetite on printing toner properties //The Scientific World Journal. – 2014. – Т. 2014.

98. Meisen U., Kathrein H. Influence of particle size, shape and particle size distribution on properties of magnetites for the production of toners // Journal of Imaging Science and Technology. – 2000. – Т. 44. – №. 6. – С. 508-513.

99. Getzlaff M. et al. Magnetic nanoparticles in toner material //Nano-Structures & Nano-Objects. – 2020. – Т. 22. – С. 100462.

100. Volkov I. et al. SQUID-measurements of relaxation time of Fe3O4 superparamagnetic nanoparticle ensembles //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2006. – Т. 300. – №. 1. – С. e294-e297.

101. Pankhurst Q. A. et al. Progress in applications of magnetic nanoparticles in biomedicine //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2009. – Т. 42. – №. 22. – С. 224001.

102. Nikolenko P. I. et al. Structure and Magnetic Properties of SrFe12− xInxO19 Compounds for Magnetic Hyperthermia Applications //Materials. – 2022. – Т. 16. – №. 1. – С. 347.

103. Lobanov N. N. et al. Differentiation of magnetic composites in terms of their nanostructural organization // Doklady Chemistry. – SP MAIK Nauka/Interperiodica, 2009. – Т. 426. – С. 96-100.

104. Varga R. Fast domain wall dynamics in thin magnetic wires // Nova Science Publishers, Inc.: New York, NY, USA. – 2009. – С. 251-272.

105. Varga R. et al. Single-domain wall propagation and damping mechanism during magnetic switching of bistable amorphous microwires // Physical review letters. – 2005. – Т. 94. – №. 1. – С. 017201.

106. Vázquez M. (ed.). Magnetic nano-and microwires: design, synthesis, properties and applications. – Woodhead Publishing, 2015.

107. Calle E., Vázquez M., del Real R. P. Time-resolved motion of a single domain wall controlled by a local tunable barrier // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2020. – Т. 498. – С. 166093.

108. Zhukova V. et al. Switching field fluctuations in a glass-coated Fe-rich amorphous microwire // Journal of magnetism and magnetic materials. – 2002. – Т. 249. – №. 1-2. – С. 131-135.

109. Zhukova V. et al. Domain wall propagation in micrometric wires: Limits of single domain wall regime // Journal of Applied Physics. – 2012. – Т. 111. – №. 7.

110. Rastislav Varga; Yuriy Kostyk; Kornel Richter; Arcady Zhukov; Manuel Vazquez (2009). Domain-wall dynamics in bistable magnetic microwires. , 206(4), 608–612.

111. Chizhik A. et al. Direct observation of giant Barkhausen jumps in magnetic microwires //Applied Physics Letters. – 2010. – Т. 97. – №. 1.

112. Гудошников С. А., Данилов Г. Е., Гребенщиков Ю. Б., Одинцов В. И. Способ определения петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа // Патент РФ № 2814644. Заявл.18.10.23. Опубл. 04.03.24.

113. Gudoshnikov S. A. et al. An automated compact vibromagnetometer for investigating soft magnetic materials //Measurement Techniques. – 2010. – Т. 53. – С. 88-92.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

RU 2023682992

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ГОСУДАРСТВЕННАЯ РЕГИСТРАЦИЯ ПРОГРАММЫ ДЛЯ ЭВМ**

Номер регистрации (свидетельства):
2023682992

Дата регистрации: **01.11.2023**

Номер и дата поступления заявки:
2023681465 18.10.2023

Дата публикации: **01.11.2023**

Контактные реквизиты:
+7(495)955-00-39;
gavrik.nl@misis.ru; Отдел интеллектуальной собственности

Авторы:
Данилов Георгий Егорович (RU),
Гудошников Сергей Александрович (RU),
Гребенщиков Юрий Борисович (RU),
Одинцов Владимир Иванович (RU)

Правообладатель:
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (НИТУ МИСИС) (RU)

Название программы для ЭВМ:
Программный комплекс для анализа магнитных полей рассеяния слабомагнитных объектов «H2omega»

Реферат:
Программа предназначена для визуализации пространственного распределения магнитных полей рассеяния на основе экспериментальных магнитных данных. Программа включает в себя возможность выделять из трехмерных графиков двумерные проекции в виде одиночных сканов. Эти проекции можно описать заданными теоретическими моделями с калибровочными коэффициентами. Для получения параметров аппроксимирующих расчетных кривых, наилучшим образом описывающих экспериментальные данные, используется метод наименьших квадратов. После достоверной аппроксимации экспериментальных данных, полученные калибровочные коэффициенты могут быть использованы для дальнейших количественных измерений магнитных полей токонесущих объектов и в решении обратных задач. Тип реализующей ЭВМ: IBM-PC. Вид и версия операционной системы: Windows XP и выше.

Язык программирования: Python

Объем программы для ЭВМ: 30 МБ

Рисунок А – Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ рег. № 2023682992.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
№ 2814644

Способ определения петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов на основе железа

Патентообладатель: ***Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСИС" (RU)***

Авторы: ***Гудошников Сергей Александрович (RU), Данилов Георгий Егорович (RU), Гребенщиков Юрий Борисович (RU), Одинцов Владимир Иванович (RU)***

Заявка № **2023126661**
Приоритет изобретения **18 октября 2023 г.**
Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации **04 марта 2024 г.**
Срок действия исключительного права
на изобретение истекает **18 октября 2043 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов

Рисунок Б – Патент на изобретение рег. № 2814644.