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

На правах рукописи

## Неъматов Махсудшо Гайратович

Разработка методов модификации магнитомеханических свойств аморфных микропроводов для построения высокочувствительных миниатюрных датчиков механических напряжений

05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников, материалов и приборов электронной техники

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: Панина Лариса Владимировна доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник кафедры «Технологий материалов электроники», НИТУ «МИСиС»

# Содержание

Введение	5
Глава 1. Краткий обзор литературы	12
1.1 Магнитные свойства аморфных материалов	12
1.2 Влияние термообработки на магнитные свойства аморфных материалов	14
1.3 Аморфный ферромагнитный микропровод (АФМ)	15
1.3.1 Методы получение АФМ	15
1.3.2 Магнитная структура, магнитострикция и петли гистерезиса АФМ	18
1.3.3 Эффект магнитоимпеданса (МИ) в АФМ	21
1.3.4 Магнитная бистабильность и скачок Бургхаузена	23
1.3.5 Влияние механических напряжений и отжига на МИ и петли гистерезиса АФ	M25
1.4 Наведение магнитной анизотропии с помощь отжига	26
1.5 Перспективные области применения АФМ	31
1.5.1 Механизмы бесконтактных датчиков на основе бистабильных аморфных	
ферромагнитных микропроводов и сравнение с другими методами	31
1.5.2 Устройства на основе бистабильных аморфных ферромагнитных микропрово	эдов36
1.5.3 МИ датчики механического напряжения	37
1.6 Обзор датчиков механических напряжений	39
1.7 Выводы по главе	47
Глава 2. Составы, методы исследования и структурной модификации АФМ	49
2.1 Аморфный ферромагнитный микропровод как исследуемый образец	49
2.2 Токовый отжиг микропроводов с удаленным контролем температуры	51
2.3 Анализ структурных свойств микропроводов	56
2.3.1 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)	56
2.3.2 Рентгеноструктурный анализ (X-ray)	57
2.3.3Сканирующая Электронная микроскопия (СЭМ)	,59
2.3.4 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)	61
2.4 Измерение константы магнитострикции (SAMR)	63
2.5 Исследование процессов быстрого перемагничивания	65
2.5.1 Петля гистерезиса	65
2.5.2 Индуктивный метод измерения петли гистерезиса	66
2.6 Исследования эффекта магнитоимпеданса	69

2.6.1 Векторный анализатор цепей (Hewlett-Packard 8753E)	69
2.6.2 Процесс калибровки векторного анализатора цепей (Hewlett-Packard 8753E) .	70
2.7 Измерение амплитуд высших гармоник сигнала электрического напряжения,	
генерируемого при перемагничивании	75
Глава 3. Модификация магнитной структуры и МИ в микропроводах при возд	ействии
механических напряжений. Роль наведенной анизотропии	78
3.1 Условия термообработки	79
3.2 Влияние термообработки на структуру исследуемых образцов	80
3.3 Влияние токового отжига на наведенную анизотропию и магнитострикции	84
3.4 Наведенная током анизотропия	87
3.5 Анализ статической намагниченности	92
3.6 Влияние механических напряжений на процессы перемагничивания и константь	ı
магнитострикции	93
3.7 Влияние токового отжига на магнитоимпеданс в аморфных ферромагнитных	
микропроводах	100
3.8 Влияние механических напряжений на магнитоимпеданс в проводах с	наведенной
анизотропией	103
3.9 Генерация высших гармоник. Зависимость амплитуд гармоник от механическог	0
напряжения	108
Глава 4. Технология изготовления и конструкция бесконтактного сенсорного э	лемента
механических напряжений и считывающего устройства	111
4.1 Особенности построения датчиков с применением аморфных микропроводов	111
4.2 Измерительный комплекс	112
4.3 Устройство и принцип работы комплекса	. 112
4.3.1 Чувствительный элемент	.113
4.3.2 Считывающее устройство	114
4.4 Обзор микроконтроллеров	117
4.5 Обзор операционных усилителей	122
4.6 Обзор стабилизаторов напряжения и источников опорного напряжения 1	23
4.7 Встроенное программное обеспечение	26
Выводы по главе	29

Заключения	130
Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах	132
Литература	134

#### введение

### Актуальность работы

Ферромагнитные микропровода с аморфной или нанокристаллической структурой имеют ряд специфических магнитных свойств: магнитная бистабильность и высокие скорости распространения доменных границ [1-3], очень большое изменение высокочастотного импеданса под действием слабых магнитных полей (МИ) [4], механических напряжений [5] и температуры [6]. В этих материалах аморфное состояние может быть предпочтительно, так как возможны структурные изменения, при этом отсутствуют дефекты микроструктуры (границы зерен, кристаллическая текстура, дислокации, точечные дефекты и т. д.), что обуславливает превосходные механические свойства и возможность варьировать магнитную структуру. Все указанные свойства представляют интерес для фундаментальных исследований, а также для разработки различных сенсоров. В соответствии с формированием магнитной структуры выделяют два основных типа микропроводов. Первый тип характеризуется осевой магнитной анизотропией и прямоугольной петлей магнитного гистерезиса, измеренной во внешнем магнитном поле вдоль оси провода. Микропровода такого типа позволяют реализовать сверхбыстрое движение доменных границ, что перспективно для разработки логических устройств [7]. Кроме того, при их перемагничивании генерируется узкий сигнал электрического напряжения, в спектре которого имеются высшие гармоники, обусловленные скачкообразным изменением намагниченности (то есть, сильной нелинейностью) [7-8]. Детектирование высших гармоник возможно с высокой точностью с использованием селективных усилителей (lock-in techniques [9]). Недавно этот принцип был предложен для детектирования магнитных наночастиц, используемых в магнитной томографии и в качестве биомаркеров [10]. Амплитуды гармонического спектра определяются скоростью перемагничивания. которая В ферромагнитных микропроводах может зависеть от внешних параметров, влияющих на магнитную структуру, таких как деформация, механическое напряжение и температура. Следовательно, подобные системы могут использоваться в качестве беспроводных датчиков с дистанционным опросом. В данной работе предлагается усилить эти эффекты с применением микропроводов, в которых константа магнитострикции может также зависеть от механических напряжений.

Второй тип микропроводов характеризуется геликоидальной или почти циркулярной магнитной анизотропией и наклонной петлей гистерезиса с насыщением. Эти провода являются

одними из лучших материалов для реализации МИ эффекта. К настоящему времени достигнутые чувствительности превышают 100% на Эрстед [11-12]. Указанное свойство сходно с явлением гигантского магниторезистивного эффекта и используется при разработке высокочувствительных магнитных датчиков для регистрации сверх малых магнитных полей (см., например, обзор [13]). Такие провода могут также применяться в качестве встроенных сенсоров, которые работают на гигагерцевых частотах [14]. В данной работе разрабатываются методы модификации магнитной структуры для достижения МИ, чувствительного к механическим напряжениям.

Миниатюрные датчики на основе аморфных ферромагнитных микропроводов имеют высокий потенциал для применений в самых различных областях, таких как: неразрушающий контроль композитных материалов и целостности различных конструкций, авто и авиа техника, биомедицина. Следует отметить преимущества использования магнитных микропроводов в качестве встроенных датчиков, что включает миниатюрность и геометрическую совместимость с композиционными волокнами, высокую чувствительность отклика, относительно простую обработку выходных сигналов, а также небольшую стоимость. Разработки подобных технологий ведутся в ведущих мировых научных центрах (в США, Испании, Японии и Китае). Следовательно, оптимизация структурных и магнитных параметров аморфных микропроводов, исследование влияния различных внешних факторов на их магнитные свойства для определенных приложений – миниатюрных высокочувствительных сенсоров механических напряжений- являются актуальными задачами.

<u>Цели и задачи.</u> Целью данной работы являлась разработка методов модификации структурных и магнитных свойств аморфных микропроводов для применения в качестве миниатюрных сенсорных элементов, принципов и технологии изготовления высокочувствительных сенсоров механических напряжений для неразрушающего контроля конструкций и биологических тканей с улучшенными характеристиками, а также в качестве альтернативы оптоволоконным и пьезоэлектрическим датчикам.

Конкретные задачи работы заключались в следующем:

1. Исследование механизмов наведенной магнитной анизотропии с помощью отжига постоянным электрическим током в аморфных микропроводах на основе Со и определение

оптимальных условий отжига для достижения, заданных циркулярной анизотропии и магнитострикции. разработка режимов отжига для оптимизации магнитной структуры.

2. Исследование воздействия внешних и внутренних механических напряжений на процессы перемагничивания аморфных проводов с различным типом магнитной анизотропии и достижение значительных изменений амплитуд высших гармоник при воздействии механических напряжений за счет изменения типа магнитной анизотропии и доменной структуры.

3. Исследование зависимости высокочастотного импеданса от внешних механических напряжений в микропроводах с наведенной магнитной анизотропией. Достижение высокой чувствительности изменения импеданса в отсутствие внешних магнитных полей.

4. Разработка сенсора механических напряжений на основе аморфных микропроводов состава CoFeSiBCr с оптимизированной магнитной структурой. Разработка сенсорной ячейки и возбуждающих плоских катушек для измерения механических напряжений с дистанционным опросом.

## Научная новизна работы:

В последнее время предпринимаются значительные усилия для развития неразрушающих методов контроля механических напряжений, возникающих при деформации различных объектов, а также локальных градиентов температуры. В настоящей работе предложен новый способ мониторинга внутренних напряжений в композитных материалах. Метод можно отнести к встроенной сенсорной технологии, где чувствительным элементом является ферромагнитный микропровод в стеклянной оболочке, обладающий специфическим типом магнитной анизотропии и доменной структуры. В процессе перемагничивания микропровода возникает резкий скачок напряжения, который характеризуется высокочастотными гармониками в спектре сигнала. При определенных условиях, соответствующих трансформации магнитной структуры, возникают особенности в поведении гармонического спектра. Изменение магнитной структуры может происходить под действием внешних механических напряжений, так как в аморфных сплавах магнитоупругие взаимодействия являются основным источником магнитной анизотропии. Эти эффекты могут использоваться для разработки миниатюрных беспроводных

стресс-чувствительных индуктивных датчиков. Таким образом, впервые предлагается использовать особенности гармонического спектра для детектирования механических напряжений. Повышение чувствительности обусловлено малыми значениями константы магнитострикции и ее зависимостью от механических напряжений, что также контрастирует с известными магнитострикционными методами, использующими материалы с высокими константами магнитострикции.

Спектральный анализ позволяет оптимизировать соотношение сигнал/шум, а также минимизировать влияние фиксации сенсорных элементов. При использовании нескольких микропроводов и определенных магнитных полей смещения возможен многопараметрический анализ по одновременному мониторингу механических напряжений и температуры.

Впервые была реализована наведенная анизотропия циркулярного типа совместно с положительной константой магнитострикции, что является оптимальным для реализации процессов перемагничивания, чувствительных к воздействию механических напряжений. При положительной магнитострикции магнитоупругие взаимодействия вносят противоположный вклад в общую энергию магнитной анизотропии и изменяют ориентацию намагниченности. Впервые был исследован стресс-чувствительный МИ в этой конфигурации.

## Практическая значимость работы

Практическая значимость работы прежде всего связана с разработкой новых типов миниатюрных сенсоров механических напряжений, которые могут использоваться как для измерений локальных напряжений, так и для мониторинга состояния материалов, конструкций и биологических тканей. Сенсоры, основанные на генерации высших гармоник, могут рассматриваться в качестве альтернативы оптоволоконным и пьезоэлектрическим датчикам. Предложенный спектральный метод отличается от стандартных магнито-индуктивных методов, позволяющих осуществлять мониторинг только одного параметра (механического напряжения или температуры). Он может быть усовершенствован для реализации многопараметрических сенсоров.

Проведенные исследования позволили разработать как технологии изготовления бесконтактных встраиваемых сенсоров на основе магнитных микропроводов, так и принципы работы системы детектирования (считывания) данных с бесконтактных сенсоров.

Были достигнуты рекордные значения чувствительности МИ на частотах порядка 50-100 МГц к внешним механическим напряжениям, которые превышают 165 % при нагрузках  $\sigma_{ex}$  < 100 МРа, причем такие чувствительности реализуется без использования дополнительных магнитных полей или токов смещения.

Разработана методика и оборудование для проведения токового отжига с удаленным контролем температуры. На методику получен патент (заявка №2018146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019).

#### На защиту выносятся:

1. Методика бесконтактного контроля механических напряжений с авто калибровкой, заключающаяся в измерении и анализе гармонического спектра сигнала электрического напряжения, индуцированного при перемагничивании аморфного микропровода, обладающего магнитной анизотропией, зависящей от механических напряжений.

2. Методика формирования обратной по отношению к магнитострикции анизотропии, то есть магнитной анизотропии с циркулярной легкой осью и положительной магнитострикцией, в аморфных микропроводах на основе Со с использованием токового отжига.

3. Рекордно высокие значения чувствительности МИ к механическим напряжениям достигнуты без использования дополнительных полей смещения в аморфных микропроводах, в которых сформирована обратная анизотропия.

4. Конструкция бесконтактного сенсора механических напряжений, в котором используется зависимость гармонического спектра сигнала электрического напряжения, индуцированного при перемагничивании аморфного микропровода.

#### <u>Личный вклад автора</u>

Автор принимал участие в выборе объектов и методов исследования, проведении экспериментальных исследований, анализе результатов и подготовке публикаций. Автором создана установка для измерения кривых магнитного гистерезиса в присутствии механических напряжений. Неъматов М. Г. непосредственно участвовал в разработке термических методов управления свойствами микропроводов, а также под руководством автора разрабатывалась

технология изготовления чувствительного элемента и датчика на его основе. Автор принимал непосредственное участие в написании научных работ.

## Апробация работы

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2019) at Uppsala Konsert & Kongress; the concert/congress hall of Uppsala, August 26-30 2019. The III International Baltic Conference on Magnetism (IBCM) at Svetlogorsk, Kaliningrad, Russia, from 18th to 22nd of August 2019. The 8th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW 2019) at Svetlogorsk (Kaliningrad region, Russia), 21st –22nd August 2019. The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2018) at the conference center Rheingoldhalle in Mainz, Germany from the 3rd to the 7th of September 2018; The 25th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM 2018) at the Frentani Convention Centre, in Rome, Italy, from July 2nd – 6st 2018; The International Magnetics Conference (Intermag) 2017 in Dublin, Ireland, from April 24th to April 28th, 2017; The Joint European Magnetic Symposia (JEMS2016) from 21-26 august 2016, SECC: Scottish Exhibition and Conference Centre, Glasgow, UK; «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (HMMM-XXIII), г. Москва, МИРЭА, от 30 июня - 5 июля 2018; All-Russia Science & Technology Conference "Problems of Advanced Micro- and Nanoelectronic Systems Development" MES-2016, Institute for Design Problems in Microelectronics of Russian Academy of Sciences: Moscow 124365, Russian Federation, 3 October 2016; Первом Российском кристаллографическом конгресс (РКК), ОТ конвергенции наук к природоподобным технологиям, 21-26 ноября 2016 года, Москва, ВДНХ; XXI Symposium "Nanophysics and Nanoelectronics", Nizhny Novgorod, 603950, Russian Federation, 13 – 16 March 2017; Moscow International Symposium on Magnetism, MISM 2017, Magnetism Department, Faculty of Physics M.V. Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia, July 1-5, 2017;

## Публикации:

По материалам данной диссертационной работы были опубликованы 8 статей в научных международных и российских журналах, в том числе 4 статьи в журналах, входящих в базу WOS, 6 статей в журналах из базы Scopus и 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК РФ. Получены

два патента на изобретения (заявка №208146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019).

## Структура и объем работы

Диссертация состоит из аннотации, введения, 4-х глав, общих выводов, списка публикаций по теме диссертации и списка используемой литературы. Вся работа изложена на 146 страницах, содержит 10 таблиц и 75 рисунков. Список используемой литературы включает 188 наименований.

#### Глава 1. Краткий обзор литературы

**Первая глава** диссертации представляет собой литературный обзор, посвященный тематике исследования (аморфные ферромагнитные микропровода, методы их получения и модификации свойств, магнитные свойства и области применения). Особое внимание уделено влиянию механических напряжений на процессы намагничивания и магнитоимпеданс. Подчеркнуто, что исследования в данной области ведутся во многих ведущих лабораториях (Китай, Испания, США и. т.). В конце первой главы сформулированы основные цели и задачи исследования на основе проведенного анализа.

#### 1.1 Магнитные свойства аморфных материалов

В последние годы внимание физиков и материаловедов привлечено к таким конденсированным средам, для которых характерно неупорядоченное расположение атомов в пространстве. Всеобщий интерес к неупорядоченному состоянию английский физик Дж. Займан выразил следующим образом [15]: "Неупорядоченные фазы конденсированных сред – сталь и стекло, земля и вода, пусть и без остальных стихий, огня и воздуха, – встречаются несравненно чаще и в практическом отношении никак не менее важны, чем идеализированные монокристаллы, которыми не столь давно только и занималась физика твердого тела".

Начиная с 60-х годов прошлого века, кода было впервые открыто, что при быстрой закалке некоторых сплавов можно получить неизвестные до той пары метастабильные кристаллические фазы и аморфные твердые фазы [16], исследование аморфных и нанокристаллических сплавов, в частности на основе 3d-металлов, получило широкое распространение. Уникальные физические и химические свойства, такие как хорошая прочность на растяжение, высокая механическая твердость, значительная ударная вязкость, низкие магнитные потери, быстрое изменение магнитного потока, высокое электрическое удельное сопротивление и высокое коррозионное сопротивление, делают такие сплавы весьма перспективными для многих промышленных применений. Магнитомягкие аморфные и нанокристаллические сплавы являются жизненно важными компонентами многих коммерческих силовых трансформаторов, электромагнитных клапанов, компонентов интерфейса передачи данных, компонентов для предотвращения электромагнитных помех и записывающих магнитных головок [17]. Магнитно-мягкие свойства этих материалов напрямую зависят от их химического состава, условий синтеза и последующей процедуры

термообработки. Тщательный отбор химических элементов, составляющих сплав, необходим для подавления кристаллизации во время получения и дальнейшего использования. Обычно наблюдается, что оптимальные комбинации включают элементы, которые значительно различаются по атомному диаметру и имеют разные термодинамически предпочтительные кристаллические структуры. Высокая плотность упаковки и низкий свободный объем в таких сплавах снижает подвижность атомов и, следовательно, подавляет кинетику кристаллизации. Комбинация 3d-элементов, таких как Fe, Co и Ni, с так называемыми металлоидными элементами: Si, B, C, Mo и P оказалась особенно эффективной (рисунок 1). Наиболее стабильные аморфные сплавы содержат около 80 ат. % переходных металлов и 20 ат. % металлоидных компонентов [18].



Рисунок 1 - Твёрдость по Виккерсу и коэрцитивная сила некоторых аморфных и нанокристаллических сплавов [18]

Однако для обеспечения аморфного состояния недостаточно полагаться только на тщательный выбор элементного состава. Требуется соблюдение особых условий при производстве. В первых успешных попытках производства аморфных сплавов на основе железа было использовано быстрое отверждение сплава из расплавленного состояния [19] с помощью, так называемой, технологии «формования из расплава». Некоторым недостатком этого метода является ограничение на геометрические размеры. Например, методом быстрой закалки можно получать аморфные сплавы в виде лент, проводов или фольги. Для получения аморфных сплавов для различных индустриальных потребностей были разработаны и другие методы, такие как: физическое осаждение из паровой фазы, ионная имплантация, механическое легирование и др. В данной диссертационной работе аморфные сплавы для исследований получены методом быстрой закалки (метод Тейлора-Улитовского [20]) в виде микропроводов.

#### 1.2 Влияние термообработки на магнитные свойства аморфных материалов

Основной причиной ферромагнетизма является самопроизвольное упорядочивание атомных магнитных моментов материала. При термическом возбуждении данное упорядочение может разрушиться. При достаточно высокой температуре тепловая энергия превышает энергию обменного взаимодействия между спинами, это приводит к полному разупорядочиванию магнитных моментов, и вещество переходит из ферромагнитного состояния в парамагнитное. Температура, при которой происходит этот переход, называется температурой Кюри. Общее изменение спонтанной намагниченности в зависимости от температуры показано на рисунке 2.



Рисунок 2 – Зависимость спонтанной намагниченности от температуры

Значение температуры Кюри ( $T_c$ ) в основном зависит от состава ферромагнитного материала и его фазового состояния. В случае аморфного состояния можно изменят значение  $T_c$  в небольшом интервале температур с помощью внешних воздействий [21-23]. Одним из наиболее эффективных методов контроля  $T_c$  является термообработка образцов в отсутствие или присутствии магнитного поля и механических напряжений. Переход от ферромагнитного состояния в парамагнитное может происходить со скачкообразным уменьшением намагниченности, что представляет большой интерес для создания различных устройств. При подходящем выборе условий и методов термообработки можно модифицировать магнитные свойства аморфных сплавов. Например, при отжиге сплавов на основе железа были получены сплавы с частичной кристаллизацией, при этом магнитомягкие свойства были улучшены [2427]. При длительном использовании при повышенных рабочих температурах, сплавы с аморфной и нанокристаллической структурой могут претерпеть структурные превращения в различные кристаллические состояния, что, в свою очередь, может ухудшить их физические и химические свойства. В данной работе было исследовано влияние термообработки (токовый и термический отжиг) на структурные и магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов состава Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub>. Эти свойства могут претерпевать значительные изменения в результате воздействия внешних механических напряжений и температуры. Изучение происходящих при этом трансформаций представляется важным для установления в проводах определенного типа магнитной анизотропии и магнитной микроструктуры, что важно для разработки различных сенсоров механических напряжений и температуры.

## 1.3 Аморфный ферромагнитный микропровод (АФМ) 1.3.1 Методы получение АФМ

Разработкой магнитомягких материалов в форме пленок, проводов, микропроводов и нанопроводов с аморфной или нанокристаллической структурой активно занимаются во многих научных центрах. Комплексное изучение структуры и свойств этих материалов является первоочередной задачей. Одними из интересных материалов для применения в сенсорной технологии являются аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы от 1 до 50 µm, которые производятся по технологии Тейлора-Улитовского [20]. Обширная литература посвящена изучению магнитных свойств этих материалов [28-29]. Для внедрения и использования этих проводов в качестве сенсорных элементов были предприняты различные методы модификации их микромагнитной структуры (вариация химического состава, различные режимы отвердения, термический отжиг, отжиг в присутствии магнитного поля или механических напряжений и т. д.) [30-32]. Для удовлетворения требований миниатюризации электронных устройств, особый интерес представляют микропровода с диаметром менее 10-20 микрон [32-34]. В настоящее время прогресс в технологии получения микропроводов методом быстрой закалки позволяет получать провода микронного и субмикронного размера [32,34-36]. Для получения таких проводов в настоящее время используются в основном два метода.

Первый метод заключается в спининговании (выдавливании) струи расплава из кварцевой ампулы через калиброванное отверстие во вращающийся слой закалочной жидкости. Таким методом получают быстро закаленные провода диаметром 50-150 мкм. Макет установки

для получения микропровода этим методом показан на рисунке 3. Ограничение использования этого метода связано с необходимостью использовать дорогие высокочистые компоненты (класса High Puriry) и нестабильностью геометрических параметров [37-38]. Кроме того, взаимодействие железосодержащего расплава с водой может приводить к коррозии провода.



Рисунок 3 – Лабораторная установка по получению аморфных ферромагнитных микропроводов методом спинингования.

Вторым и наиболее простым методом производства микропроводов является модифицированный метод Тейлора-Улитовского [20, 39-41], основанный на прямом вытягивании провода из расплава, схема которого представлена на рисунке 4. Метод заключается в следующем. Несколько граммов сплава с заданным составом помещаются в стеклянную трубку (Pyrex) и нагреваются в высокочастотной индукционной печи.



Рисунок 4 – Лабораторная установка по получению аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке диметром от 1 до 50 микрон.

Сплав и стеклянная трубка нагреваются выше температуры плавления металла, в результате чего из размягченной стеклянной части образуется стеклянный капилляр, который вытягивается и наматывается на вращающуюся катушку. При подходящих условиях вытяжки расплавленный металл заполняет стеклянный капилляр, и, таким образом, образуется микропровод, где металлическая сердцевина полностью покрыта стеклянной оболочкой. Количество стекла, используемого в этом процессе, уравновешивается непрерывной подачей стеклянной трубки через зону индуктора, тогда как формирование металлического сердечника ограничивается начальным количеством капли из основного сплава. Микроструктура микропровода (и, следовательно, его свойства) зависят, главным образом, от скорости охлаждения, которая может контролироваться механизмом охлаждения, когда заполненный металлом капилляр проходит через поток охлаждающей жидкости (воды или масла) по пути к приемной катушке. Основными преимуществами этого метода производства микропроводов являются:

(1) повторяемость магнитных свойств микропроводов при массовом производстве;

(2) широкий диапазон изменения параметров (геометрических и физических);

(3) производство непрерывно длинных микропроводов до 10000 м;

(4) контроль и регулировка геометрических параметров (внутренний диаметр сердечника и толщина стекла) в процессе изготовления.

Процесс изготовления микропроводов проводится при температурах, при которых сплав находится в состоянии расплава, а стекло лишь размягчено. Изменение вязкости в процессе литья приведено на рисунке 5.



Рисунок 5 - Вязкость η как функция температуры во время процесса затвердевания. Область температур, в которой может быть реализован процесс изготовления микропровода, обозначена пунктирными линиями.

#### 1.3.2 Магнитная структура, магнитострикция и петли гистерезиса АФМ

Доменная структура любого ферромагнитного материала соответствует минимуму свободной энергии, которая определяется как сумма энергии магнитной анизотропии, магнитостатической энергии полей рассеяния, магнитоупругой энергии и энергии обменных взаимодействий. В случае аморфных ферромагнетиков в виде микропроводов основной вклад в полную энергию дают магнитоупругие взаимодействия. Таким образом, доменная структура определяется величиной и знаком константы магнитострикции и распределением внутренних напряжений, возникающих в процессе изготовления. Как правило, знак константы магнитострикции определяет тип доменной структуры. В зависимости от знака константы магнитострикции и типа доменной структуры можно реализовать различные процессы перемагничивания, то есть поведение петель гистерезиса будет варьироваться для каждого конкретного случая, как будет показано ниже.

Для аморфных микропроводов со стеклянным покрытием на основе Со с отрицательной магнитострикцией, как правило, в диапазоне ( $\lambda s \approx -(2 \div 3) \cdot 10^{-6}$ ), легкая ось анизотропии

имеет циркулярное или геликоидальное направление [42]. Как следствие, они имеют доменные области в виде дисков (bamboo domains), что непосредственно наблюдалось для толстых проводов [43] (Рисунок 6а). Магнитострикция сплавов на основе железа положительна, в них наблюдается осевая магнитная анизотропия (Рисунок 6с). В таблице 1 представлены значения константы магнитострикции для некоторых составов.

Состав, (ат.%)	Значения константа магнитострикции,
	$\lambda s(x10^{-6})$
Fe <sub>77.5</sub> Si <sub>7.5</sub> B <sub>15</sub>	25
$Fe_{36}Co_{40}Si_{13}B_{11}$	15
$(Fe_{0.06} Co_{0.94})_{72.5} Si_{12.5} B_{15}$	-0,1
$Fe_{74}B_{10}Si_{11}C_5$	32
C074B13Si11C2	-1
C070.4Fe4.6Si15B10	0
C072.5Si12.5B15	-2
$Co_{80}Si_{10}B_{10}$	-4
Ni <sub>75</sub> Si <sub>15</sub> B <sub>10</sub>	0

Таблица 1. Параметр магнитострикции некоторых сплавов

Процесс намагничивания вдоль оси микропроводов на основе Со происходит в основном за счет вращения намагниченности. Внешнее осевое поле является «трудным» полем намагничивания, поэтому процесс намагничивания является почти линейным и безгистерезисным (Рисунок 6а).



Рисунок 6 - Типичные петли гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов со стеклянной оболочкой с (а) отрицательной, (b) почти нулевой и (c) положительной константой магнитострикции. Справа представлены соответствующие доменные структуры [44].

Аморфные микропровода на основе Co-Fe (3 - 8 ar. % Fe) имеют почти нулевую магнитострикцию, обычно в диапазоне ( $\lambda s \approx 10^{-7}$ ). Для них характерна доменная структура с круговыми доменами в приповерхностной области и осевыми доменами в сердцевине провода (Рисунок 6в) [45]. Петля гистерезиса может имеет S-образную форму, так как процесс намагничивания происходит за счет вращения намагниченности и смещения доменов. При этом

наблюдаются очень низкие значения коэрцитивной силы и высокие значения начальной проницаемости.

В случае аморфных микропроводов на основе Fe, для которых характерна положительная магнитострикция в диапазоне ( $\lambda_s \approx 0.2 \div 3 \times 10^{-5}$ ), их доменная структура состоит из относительно крупных осевых доменов и радиальных доменов вблизи поверхности (Рисунок 6с). Кроме того, на конце микропровода появляются небольшие замыкающие домены для уменьшения полей рассеяния [44]. В случае микропроводов в стеклянной оболочке, где существуют значительные растягивающие напряжения, область радиальных доменов невелика, так что наблюдается почти прямоугольная петля гистерезиса. Такие провода часто называются бистабильными. Процесс перемагничивания проходит путем роста, депиннинга, и последующего распространения замыкающего домена.

### 1.3.3 Эффект магнитоимпеданса (МИ) в АФМ

Одним из перспективных магнитоиндуктивных эффектов, наблюдаемых в магнитомягких металлах, является эффект магнитоимпеданса (МИ). Этот эффект в аморфных лентах был открыть еще в 90-е годы [28,46]. При высоких частотах, соответствующих сильному скин-эффекту, импеданс может существенно изменяться в присутствии внешнего постоянного поля (рисунок 7).

Высокочастотный (ВЧ) ток не является однородным по сечению проводника; он имеет тенденцию концентрироваться вблизи поверхности проводника, и такое явление называется скин-эффектом. Экспоненциальный спад плотности тока от поверхности к внутренней части проводника описывается глубиной скин-слоя:  $\delta = \sqrt{2\rho/\omega\mu}$ . Глубина скин-слоя зависит от круговой частоты ВЧ-тока ( $\omega$ ), удельного сопротивления ( $\rho$ ) и магнитной проницаемости ( $\mu$ ). В неферромагнитных металлах магнитная проницаемость ( $\mu$ ) не зависит от частоты и приложенного магнитного поля; ее значение близко к магнитной проницаемости вакуума  $\mu_0$ . Однако в ферромагнитных материалах магнитная проницаемость сильно зависит от частоты, внешнего магнитного поля, механической деформации и температуры. Высокая магнитная проницаемость от внешнего магнитного поля, металлов и ее сильная зависимость от внешнего магнитного поля (или других внешних факторов) объясняют МИ эффект [47].



Рисунок 7 – Поведение МИ в аморфном CoFeSiB микропроводе. (а) –Зависимость амплитуды импеданса от магнитного поля для различных частот; (в) – Зависимость амплитуды импеданса от частоты для различных значений магнитного поля [48].

Для гармонического тока ( $I \cdot sin(\omega t)$ ) комплексный импеданс однородного проводника  $Z(\omega) = R + iX$  (рисунок 8) определяется отношением комплексного напряжения (U) к току. В случае сильного скин-эффекта ( $\delta << a, \delta$ -глубина скин-слоя, a – радиус проводника) импеданс имеет вид:

$$Z = R_{dc} \frac{a}{2\delta} + i\omega L_i \frac{2\delta}{a} = (1+i)aR_{dc} \sqrt{\frac{\omega\mu}{2\rho}}$$
(1)

Здесь *L<sub>i</sub>* – самоиндукция проводника. Таким образом, при высоких частотах амплитуда импеданса становится пропорциональной корню из магнитной проницаемости.

Полное сопротивление можно рассчитать, если известна плотность тока j(a) в проводнике. Если связь между магнитной индукцией (*B*) и магнитным полем (*H*) для данного микропровода известна, то решение уравнений Максвелла может, как правило, дать плотность тока.



Рисунок 8 – Схематическое определение импеданса микропровода [48]

На частотах выше 1 МГц вихревые токи сильно подавляют движение доменных стенок, и на этих частотах только вращение магнитных моментов является ответственным за магнитную проницаемость. При значении глубины скин-слоя 0,1 мкм получается максимальные значения  $|Z|/R_{dc}$  около 1000. Это значение для ГМИ может быть достигнуто только в одноосных материалах с одноосным направлением анизотропии, перпендикулярной оси проводника, и осевым полем смещения (*H*), удовлетворяющим условию  $H = H_k + N_z M_s + \omega^2 / M_s \gamma^2$ , где  $N_z$  коэффициент продольного размагничивания, а  $H_k$  - эффективное поле анизотропии. Любое отклонение направления анизотропии от циркулярного (геликоидального) направления или любое изменение  $H_k$  существенно снижает эффект ГМИ.

## 1.3.4 Магнитная бистабильность и скачок Бургхаузена.

Одно из наиболее характерных свойств аморфных микропроводов со стеклянным покрытием на основе железа, основано на эффекте магнитной бистабильности: распространении одиночных доменов вдоль оси провода (так называемый, большой скачок Бургхаузена (БСБ) [49, 50]. Для этого явления необходимо, чтобы магнитное поле зарождения противоположного домена было бы больше полей распространения. Для наблюдения этого эффекта необходима определенная критическая длина проводника. Конкретное значение магнитного поля для обнаружения БСБ известно как «поле переключения - *Hs*», ниже этого поля невозможно инвертировать намагниченность, так как не образуются домены с

противоположной намагниченностью. Установлено, что поле переключения микропровода со стеклянным покрытием сильно зависит от соотношения между толщиной стеклянного покрытия (*D*) и диаметром металлического сердечника (*d*)  $\rho = d/D$  [51]. От этих геометрических параметров зависит величина внутренних механических напряжений и, следовательно, магнитоупругая энергия  $K_{me}$ . [52-53].

С другой стороны, необходимая критическая длина (*Lc*) для получения магнитной бистабильности зависит от размера доменной стенки, разделяющей два face-to-face домена, и является функцией многих параметров (радиус области с аксиальной намагниченностью, соотношение магнитостатической энергии и энергии доменной стенки) [49, 54]. Магнитостатическая энергия зависит от размагничивающего поля Hd = -NMs, где N - коэффициент размагничивания. В данном случае можно использовать выражение для случая длинного эллипсоида с длиной l:

$$N = 4\pi (ln (2l/d) - 1](d/l)^2)$$
(2)

Происхождение этой критической длины было объяснено с учетом того, что замыкающие концевые домены проникают из концов проволоки внутрь центрального аксиально намагниченного сердечника, разрушая единую доменную структуру. В работе [49] проведено детальное исследование влияния геометрии аморфных ферромагнитных микропроводов на процессы намагничивания и размеры краевых замыкающих доменов. В частности, была определена критическая длина Lc для магнитной бистабильности в обычных аморфных микропроводах на основе Fe (диаметром 120 мкм), которая составила около 7 см. В случае тонких микропроводов со стеклянным покрытием Lc может быть значительно меньше, порядка 2 мм при диаметре металлического сердечника 10 мкм [49].

При перемагничивании проводов с почти прямоугольной петлей гистерезиса генерируется узкий сигнал электрического напряжения, имеющий в спектре гармоники высоких порядков. Так как на высоких частотах подавляется обычный шум и 1/f шум, следовательно, детектирование высоких гармоник возможно с высокой точностью и может использоваться в различных сенсорных системах [55-57].

#### 1.3.5 Влияние механических напряжений и отжига на МИ и петли гистерезиса АФМ

Физические свойства аморфных сплавов, изготовленных методом быстрой закалки, в значительной степени изменяются при термической обработке ниже температуры кристаллизации и перехода в парамагнитное состояние (точка Кюри), так как при этом происходит релаксация внутренних механических напряжений [32, 58-59], наведенных в процессе изготовления, а также изменяются параметры ближнего упорядочения. Поэтому в аморфных ферромагнитных сплавах с помощью термообработки можно управлять направлением осей магнитной анизотропии, значением константы магнитострикции, распределением внутренних напряжений и температурой Кюри [29, 60-62].

Аморфные сплавы являются хорошими магнитомягкими материалами, поскольку в них эффективная магнитокристаллическая анизотропия невысока из-за эффекта усреднения обменного взаимодействия. При нагреве ниже, чем температура кристаллизации, магнитоупругая анизотропия уменьшается за счет релаксации внутренних напряжений. Так как величины магнитокристаллической и магнитоупругой анизотропии в таком материале достаточно снижены, поведение намагниченности может контролироваться одноосной анизотропией, индуцированной во время термообработки в присутствии магнитного поля или механического напряжения. Таким образом, индуцированная магнитная анизотропия имеет огромное практическое значение, позволяя управлять магнитной структурой в соответствии с конкретными практическими требованиями.

Магнитные аморфные сплавы на основе Со обладают превосходными магнитно-мягкими свойствами, такими как высокая проницаемость, низкое поле анизотропии и малая коэрцитивность и эффект магнитоимпеданса [63-67]. Известно, что термическая обработка модифицирует структуру и свойства аморфных систем и оказывает значительное влияние на их магнитные свойства. Магнитомягкие свойства могут быть значительно улучшены во время термообработки, при температурах отжига ниже температуры кристаллизации (T<sub>кр</sub>) [55]. При отжиге с температурой выше T<sub>кр</sub>, происходить кристаллизация, и коэрцитивная сила кристаллизованных аморфных сплавов значительно увеличивается [57, 68].

При отсутствии магнитокристаллической анизотропии в аморфном состоянии основной вклад в формирование магнитной структуры дают магнитострикционные взаимодействия. Это приводит к тому, что все указанные эффекты могут зависеть от внешних механических напряжений и использоваться для создания различных механических сенсоров [69-71]. Кроме

того, магнитные и структурные свойства проводов можно регулировать с помощью специальных тепловых обработок, в результате которых происходит или релаксация внутренних напряжений, или индуцирование напряжений в определенном направлении, или частичная кристаллизация [72-74]. Как правило, усилия направлены на достижение определенного максимального эффекта путем совершенствования данной магнитной структуры. Например, в работе [72] с помощью отжига электрическим током микропроводов на основе Со с отрицательной магнитострикцией достигается циркулярная магнитная анизотропия с малым разбросом осей анизотропии и небольшой константой анизотропии, что привело к рекордным изменениям МИ (порядка 600% на частоте 15 МГц).

В данной работе исследуется влияние внешних механических напряжений и отжига на магнитную структуру микропроводов на основе CoFe, имеющих небольшую магнитострикцию и осевую магнитную анизотропию. Под действием внешних напряжений константа магнитострикции становится сильно отрицательной для проводов в аморфном состоянии, что сопровождается скачкообразным изменением типа анизотропии, кривой намагничивания и МИ. Это приводит к усилению зависимости амплитуд гармонического спектра и МИ от механических напряжений. Отжиг стабилизирует осевую магнитную структуру, и зависимость магнитных параметров от механической нагрузки становится несущественной. Однако в проводах с частичной кристаллизацией после отжига наблюдается сильная зависимость коэрцитивности от внешних напряжений, и возникает асимметрия кривой намагничивания. Исследуемые явления могут быть перспективными для разработки миниатюрных беспроводных сенсоров механических напряжений.

### 1.4 Наведение магнитной анизотропии с помощь отжига

Увеличение магнитной анизотропии сопровождается ухудшением магнитомягких свойств материалов. Однако, в аморфных материалах индуцированная анизотропия при правильном выборе и управлении параметров отжига может быть мощным инструментом для модификации процессов намагничивания в соответствии с требованиями различных устройств. Наведение однородной одноосной анизотропии как в аморфных, так и в нанокристаллических материалах может быть реализовано посредством отжига в магнитном поле, либо в присутствии механических напряжений. Отжиг в магнитном поле имеет особое значение. При отжиге в магнитном поле создается одноосная анизотропия с легкой осью, параллельной направлению

магнитного поля, приложенного во время термообработки. Образование анизотропии связано с направленным упорядочением атомов вдоль направления локальной намагниченности, чтобы минимизировать энергию спин-орбитальной связи [75-76]. На рис. 9 показаны некоторые типичные примеры петель гистерезиса и соответствующая зависимость магнитной проницаемости, полученной после различных термообработок.



Рисунок 9 - Петли гистерезиса и магнитная проницаемость (50 Гц) нанокристаллизованных и отожжённых при 540 С в течение 60 минут: R- без магнитного поля; в присутствии магнитного поля, направленного перпендикулярно (Z) и параллельно (F2) плоскости пленок; F1 – образец кристаллизованный при 540 С и после отожжен при 350 С в присутствии магнитного поля, направленного параллельно плоскости пленок [77].

Наклонные петли гистерезиса (F1, F2) получают путем отжига в поперечном поле, то есть путем индуцирования одноосной анизотропии, перпендикулярной оси пленки. Процесс намагничивания определяется вращением векторов намагниченности от легкой оси к направлению плоскости пленки. Это приводит к тому, что проницаемость *µ* практически

постоянна вплоть до ферромагнитного насыщения, что напрямую связано с константой наведенной анизотропии *Ku*:

$$\mu = \frac{J_s^2}{2\mu_0 K_u} \tag{3}$$

Прямоугольная форма петли гистерезиса обладает наиболее воспроизводимыми свойствами, минимальными потерями и, следовательно, имеет особое значение для применения аморфных и нанокристаллических материалов в сенсорных устройствах.

Прямоугольная петля (Z) получается после отжига в присутствии продольного магнитного поля. Одноосная анизотропия в данном случае параллельна оси пленки. В процессе намагничивания преобладает смещение 180<sup>0</sup> доменных стенок. В таких образцах можно достичь максимальных значений магнитной проницаемости. Хотя энергия наведенной продольной анизотропии непосредственно не связана со значением коерцивности и не может быть определена из кривых гистерезиса, она оказывает существенное влияние на поведение динамической проницаемости. В качестве примера на рис. 10 показаны потери мощности различных аморфных и нанокристаллических сплавов в зависимости от константы наведенной анизотропии Ku. Потери для петель с наклонной кривой намагниченности практически не наблюдаются (пунктирная линия на рис. 10), они оказываются значительными для прямоугольных петель. Для образцов с прямоугольной формой петели гистерезиса, потери увеличиваются пропорционально квадратному корню из Ки. Эти избыточные потери (часто называемые аномальными потерями) обусловлены вихревыми токами, локализованными вокруг движущихся доменных стенок. Поскольку энергия доменных стенок пропорциональна квадратному корню из *Ku*, при увеличении *Ku* будет образовываться меньше доменных стенок. Это увеличивает эффект локализации и, следовательно, величину избыточных потерь. Малое значение константы наведенной анизотропии способствует увеличению доменных стенок, что приводить к уменьшению избыточных потерь на вихревые токи [78-79].



Рисунок 10 - Потеря мощности в аморфных и нанокристаллических материалах с прямоугольной петлей (сплошная линия с черными метками) и с наклонной петлей (пунктирная линия с пустыми метками) в зависимости от константы наведенной анизотропии *Ku*.

Округлая форма петли гистерезиса (R) получается после отжига без приложения магнитного поля. Процесс намагничивания представляет собой одновременное действие вращения намагниченности и смещения доменных стенок. Характерными особенностями округлой формы петель гистерезиса являются высокая начальная и высокая максимальная магнитная проницаемость.

Однако отжиг без приложения магнитного поля не означает, что нет наведенных анизотропий. Анизотропия всегда индуцируются вдоль локального направления спонтанной намагниченности в ферромагнитном домене, если температура отжига ниже температуры Кюри. Поэтому следует более точно говорить о наведенной анизотропии, обусловленной локальной намагниченностью. Магнитное просто поле упорядочивает локальные намагниченности. Соответственно, отжиг в отсутствии магнитного поля дает распределение легких осей анизотропии, отражающих доменную структуру при термообработке. Отношение остаточной намагниченности к насыщению равной около 50% характерно Для случайно ориентированных легких осей анизотропии остаточная намагниченность определяется как  $M_r =$  $M_s < \cos \theta > \approx 0.58 M_s$ ,  $M_s$ - намагниченность насыщения. Колебания легких осей происходят на масштабах, превышающих характерную длину обменного взаимодействия, и, следовательно, контролируют магнитно-мягкие свойства при небольших размерах зерен. Отжиг во вращающемся магнитном поле, который приводит к значительному снижению коэрцитивной

силы и увеличению остаточной намагниченности [80-81], может уменьшить флуктуации, вызванные разбросом осей анизотропии. Образцы, отожженные в присутствие магнитного поля и в разных условиях, демонстрируют меньшую коэрцитивную силу, чем образцы, отожженные без поля. Это обусловлено менее сложной конфигурацией доменов из-за однородно индуцированной анизотропии. Соответственно, правильный отжиг в поперечном поле обеспечивает более высокую начальную проницаемость, чем при обычной термической обработке без магнитного поля.

Почти идеально прямоугольные или наклонные петли гистерезиса, полученные после отжига в присутствии магнитного поля, указывают на то, что наведенная полем анизотропия явно доминирует над остаточными вкладами магнитокристаллической и магнитоупругой анизотропий. Константу наведенной анизотропии *Ки* можно сделать достаточно малой для достижения самых высоких значений магнитной проницаемости.

Величина Ки зависит от состава сплава и условий отжига [76]. Характерные особенности формирования анизотропии показаны на рис. 11 и могут быть обобщены следующим образом. (i) Анизотропия возникает только при отжиге ниже температуры Кюри Tc, поскольку движущими силами являются магнитные взаимодействия. Равновесное значение Ки, достигнутое после длительного времени отжига, приблизительно определяется квадратом намагниченности насыщения при данной температуре отжига. (ii) Образование анизотропии определяется термической активацией. При более низких температурах отжига кинетика слишком медленная, чтобы достичь равновесного значения, что приводит к типичному максимуму Ku при определенной температуре отжига. (iii) Сплавы с двумя или более различными переходными металлами демонстрируют значительно более сильную анизотропию, индуцированную магнитным полем, чем аморфные сплавы с одним переходным элементом.



Рисунок 11 — Зависимость наведенной анизотропии полем (Ku) а аморфных сплавах от температуры отжига и состава. На лево показана зависимость Ku от Ta для сплавов на основе Со с разным Тс и с почти нулевым значением магнитострикции [76].

В принципе, любое значение Ku может быть получено путем соответствующего выбора температуры (Ta) и времени отжига. Однако, условия отжига, которые могут быть реализованы на практике, допускают только изменение Ku примерно в 3-5 раз больше или меньше максимального значения Ku, как видно из кривой зависимости Ku от Ta, показанной на рис. 11. Температура отжига определяется в соответствии с составом сплава. Соответственно, низкие значения Ku, то есть высокая проницаемость, могут быть достигнуты только в сплавах с одним магнитным переходным металлом.

## 1.5 Перспективные области применения АФМ 1.5.1 Механизмы бесконтактных датчиков на основе бистабильных аморфных ферромагнитных микропроводов и сравнение с другими методами

Магнитомягкие аморфные микропровода могут иметь ряд магнитных свойств, подходящих для промышленного применения, такие как магнитная бистабильность [82-84], магнитоимпедансный эффект (МИ) [86-87], и импеданс, чувствительный к механическим напряжениям [88-89]. Все указанные свойства могут использоваться для разработки различных сенсоров. С точки зрения практических приложений важно, чтобы магнитные и структурные свойства провода можно было бы регулировать с помощью специальных обработок, в

частности, отжига. В случае магнитных проводов со стеклянным покрытием магнитные свойства также зависят от соотношения толщины стекла и диаметра металлического сердечника. Существует два основных типа магнитных микропроводов. Первый тип, обычно присущий составам, богатым железом, характеризуется практически прямоугольной петлей магнитного гистерезиса, измеренной в магнитном поле вдоль оси микропровода. При перемагничивании генерируется узкий сигнал напряжения, имеющий в спектре гармоники высоких порядков. Выявление высоких гармоник возможно благодаря хорошему отношению сигнал/шум, т.к. обычный шум и 1/f шум существенно подавляются на высоких частотах. Амплитуда гармоник зависит от внешних параметров, таких как деформация, механическое напряжение, температура. Следовательно, подобные провода могут использоваться в качестве беспроводных датчиков с дистанционным опросом, будучи установленными на поверхности изделий либо размещенными внутри материалов. Второй тип микропроводов характеризуется практически линейной наклонной петлей гистерезиса с насыщением. В них проявляется эффект магнитного импеданса (МИ) – большое изменение высокочастотного импеданса микропровода под влиянием продольного магнитного поля [85-87]. Указанное свойство сходно с явлением гигантского магниторезистивного эффекта И используется при разработке высокочувствительных магнитных датчиков для регистрации магнитных полей чрезвычайно низкой напряженности (см., например, обзор [90]).

Разработка и создание универсальных датчиков и преобразователей является важной технической задачей. При автоматизации процессов производства и при создании современных технологий требования к измерительным приборам и контролю во время производства все более усложняются. К примеру, при определении слабых магнитных полей естественного и искусственного происхождения в геофизике требуются соответствующие датчики. Также существуют проблемы при создании малогабаритных антенн с узкой диаграммой направленности, работающих в низкочастотной области. Для создания датчиков и магнитных ловушек для биомедицины также требуются миниатюрные чувствительные элементы, которые при взаимодействии с человеческими органами не токсичны [91].

Используя аморфные и нанокристаллические сплавы можно не только улучшить существующие датчики магнитных величин, но и создавать принципиально новые измерительные датчики и преобразователи.

В технологиях внедренных сенсоров в качестве чувствительных элементов обычно используются особые частицы или волокна, которые выступают посредниками между

внутренними параметрами среды и считывающим устройством (детектором). В зависимости от физического принципа, используемого для реализации данной передаточной функции, возможен выбор и различных физических величин в качестве измеряемых параметров. Последние включают в себя, например, ток, напряжение, сопротивление или импеданс, электрические или магнитные поля, магнитную или электрическую проницаемость, амплитуду и фазу отраженных или проходящих электромагнитных волн и т.д. Метод мониторинга внутренних растягивающих напряжений, разработанный в настоящей работе, заключается во встраивании бистабильного микропровода в полимерную матрицу и регистрации гармонического спектра отклика получившейся системы при ее опросе. Будет полезно провести сравнительный анализ нескольких методов построения встроенных сенсоров, которые аналогичны нашему методу либо по геометрии включения, либо по некоторым физическим принципам. Бесспорным лидером неразрушающих испытаний композиционных материалов является метод, использующий встроенные оптические волокна [92-93]. Кремниевые или полимерные оптические волокна могут выступать в качестве сенсоров самостоятельно, либо могут передавать сигналы между тестируемой областью, где свет взаимодействует с веществом, и считывающим устройством. Наряду с чрезвычайной чувствительностью, оптическим методом можно также измерять широкий ряд характеристик, таких как напряжение, температура, давление, влажность и вибрация. Кроме того, он не восприимчив к электромагнитным помехам. Недостатком данной технологии является необходимость в защитном покрытии, что увеличивает общий размер сенсорного элемента. В свою очередь магнитные микропровода со стеклянным покрытием могут иметь поперечные размеры порядка единиц микрометров, что сопоставимо со структурными элементами композита – стеклянными или углеродными волокнами.

В импедансной спектроскопии [94-98] эффективный импеданс смеси проводящих (стальных или углеродных) армирующих волокон и слабопроводящей матрицы измеряется в определенном частотном диапазоне (обычно МГц) между парой коммутационных контактов, прикрепленных к поверхности образца. Поскольку объемная доля волокон обычно ниже порога перколяции, наличие слабопроводящей матрицы абсолютно необходимо для обеспечения эффективной проводимости. Внешнее напряжение не изменяет электрических свойств немагнитных проводящих волокон. Пьезоимпедансный эффект вызван интерфейсом между матрицей и волокнами, который имеет емкостную природу из-за наличия оксидного или поляризационного слоев, формирующихся на поверхностях стальных и углеродных волокон,

соответственно. Следовательно, данный метод вряд ли пригоден при использовании матриц с очень низкой проводимостью, например, полимерных. Напротив, чувствительность ферромагнитных микропроводов к механическим напряжениям вызвана только ее внутренними магнитными свойствами и, исходя из этого, такие провода можно использовать в любых диэлектрических матрицах, допускающих их встраивание.

К преимуществам использования магнитных микропроводов в качестве встроенных датчиков относятся также чувствительность отклика, перенастраиваемость характеристик, небольшая стоимость и относительно простая обработка сигнала.

В способе магнитострикционной маркировки магнитные микрочастицы сплава Терфенол-Д (Tb-Fe-Dy) определенной формы добавляются в матрицу для обеспечения эффективных магнитных свойств композита [99-100]. Так как частицы Терфенола-Д почти в девять раз плотнее, чем материал матрицы, они имеют склонность к осаждению в процессе отвердевания смолы. Для предотвращения этого нежелательного явления образец помещается между полюсами постоянного магнита, создающего однородное магнитное поле, перпендикулярное поверхности образца. Образцы, приготовленные таким способом, имеют кластеры, состоящие из выстроенных частиц, и демонстрируют при нагрузке повышенный магнитострикционный отклик. Механическое напряжение, передаваемое частицам по матрице, вызывает изменение равновесного направления намагниченности за счет обратного магнитострикционного эффекта. Мониторинг механического напряжения производится с помощью контроля продольной или перпендикулярной компоненты магнитного поля вблизи поверхности образца посредством магнитометра. Магнитострикционный эффект используется и в аморфных ферромагнитных микропроводах. Однако измеряемой в случае аморфных микропроводов величиной являются амплитуда высших гармоник отклика и изменение магнитного импеданса под действием различных факторов, таких как температура, механические напряжения, магнитное поле и т.д. Использование микропроводов освобождает от необходимости обеспечивать формирование нужных магнитных свойств в процессе отвердевания материала, а использование отношения амплитуд высокочастотных гармоник позволяет избавиться от проблем калибровки при измерении.

Механические датчики на основе магнитоимпедансного эффекта в аморфных и нанокристаллических сплавах отличаются более высокой чувствительностью и долговечностью.

Миниатюрные сенсоры магнитного поля на основе МИ в аморфных ферромагнитных микропроводах могут служить базовым элементом для создания различных устройств автоматики и робототехники и магнитной дефектоскопии. По размерам сенсоры на основе аморфных ферромагнитных микропроводов не больше, чем датчики Холла (порядка 1 мм), но в отличие от датчиков Холла они не содержат катушек индуктивности. При точном выборе состава аморфного микропровода с соответствующими геометрическими параметрами и при подходящей термомагнитной обработке (ТМгО) или термомеханической обработке (ТМО) диапазон измерения с помощью МИ датчика постоянного или низкочастотного магнитного поля может достигать 100Э [101].

Отличительной чертой сенсоров на основе аморфных ферромагнитных микропроводов от датчика Холла является высокая температурная стабильность и отсутствие необходимости схем температурной компенсации или стабилизации. Более того, сенсоры на основе аморфных микропроводов имеют всего два контакта и их подключение к электрической схеме прибора осуществляется всего двумя проводами, а не четырьмя, как в датчике Холла, что значительно проще и надежнее в случае исполнения выносного варианта датчика.

В бистабильных микропроводах происходит быстрое и контролируемое движение доменных границ (ДГ), что также интересно для различных технологических приложений: магнитные логические устройства, магнитная оперативная память, интегральные схемы [102, 103].

В работе [51] было впервые исследовано распространение ДГ в микропроводах со стеклянным покрытием. После этого многочисленные исследования динамики ДГ указывали на некоторые уникальные аспекты этого явления, которые были четко связаны с особыми магнитными структурами, сформированными в микропроводах с положительной или почти нулевой константой магнитострикции. Скорости распространения ДГ, достигнутые в аморфных ферромагнитных микропроводах со стеклянной оболочкой, обычно высоки и лежат в диапазоне от 1 до 2 км/с [103]. В некоторых случаях они достигают рекордных значений до 18,5 км/с, как сообщает *Varga et al.* [104]. Опубликованные результаты по скорости распространения ДГ в аморфных или нанокристаллических микропроводах со стеклянной оболочкой оболочкой оказываются намного выше, чем в нанопроводах [105], даже если они получены при гораздо меньших значениях приложенных магнитных полей, в некоторых случаях до 20 A/м, как наблюдалось в работе *Varga et al.* [106].

Были установлены три причины для получения высокой скорости движения ДГ в микропроводах со стеклянным покрытием [44]. Первая – низкие значения магнитной анизотропии и коэффициента затухания Гильберта; вторая - существование двух перпендикулярных анизотропий; и третья- существование радиальной доменной структуры в приповерхностной области металлического сердечника, которая препятствует затуханию ДГ на поверхностных дефектах.

#### 1.5.2 Устройства на основе бистабильных аморфных ферромагнитных микропроводов

Магнитная бистабильность, является одним из наиболее характерных свойств микропроводов со стеклянным покрытием. Сигнал электрического напряжения, индуцируемый в измерительной катушке (например, намотанной вокруг микропровода) при перемагничивании бистабильных микропроводов характеризуется двумя резкими пиками. Индуцированная электродвижущая сила, ЭДС, вызвана резким изменением магнитного потока во время большого скачка Бургхаузена (БСБ). Этот эффект потенциально используется в технологиях магнитных датчиков.

Первые датчики на основе магнитной бистабильности были разработаны в конце 70-х годов прошлого века [107]. С помощью перемагничивания бистабильных микропроводов были получены сигналы напряжения длительностью 20-30 мкс, которые использовались для разработки датчиков скорости и положения. Однако поля возбуждения, необходимые для получения этих импульсов, были около 4 кА /м. Для уменьшения полей возбуждения Mohri et al. [108] предложили использование аморфных лент на основе железа, в которых поле возбуждения было уменьшено до (100 А/м). Впоследствии эффект Маттеучи, (Matteucci effect -наблюдается в магнитострикционных материалах с циркулярной магнитной структурой и заключается в генерации напряжения в катушке при протекании электрического тока) проявляющийся в скрученной аморфной ленте, был также использован для модифицированного датчика скорости вращения [109]. Были разработаны ряд магнитных датчиков, основанных на магнитной бистабильности и/или эффекте Маттеучи в аморфных микропроводах [110-111], где они обычно использовались для датчика расстояния, счетчика оборотов и датчика положения. Эти технологические разработки магнитных датчиков значительно расширились, когда появились микропровода в стеклянной оболочке с меньшими поперечными размерами. Zhukov et al. [112] также предложили использование бистабильных микропроводов в качестве
магнитных меток и для магнитного кодирования. Последнее применение основано на возможности варьирования коэрцитивности с помощью изменения геометрии микропроводов и с помощью термической обработки (TO). Кроме того, значительный диапазон значений полей переключения и их высокая чувствительность к механическому напряжению сделали их довольно привлекательными для разработки механических датчиков. Магнитоупругий датчик уровня жидкости был разработан в [113] с использованием зависимости коэрцитивной силы от механических напряжений в микропроводах на основе Со с почти нулевой магнитострикцией.

Был также разработан магнитоупругий карандаш на основе ферромагнитного бистабильного аморфного микропровода с положительной магнитострикцией, которй может быть использован для идентификации подписи с учетом индивидуальных особенностей человека [114]. Явление магнитной бистабильности в аморфных микропроводах со стеклянной оболочкой обеспечивают множество направлений для применения в магнитных датчиках.

#### 1.5.3 МИ датчики механического напряжения

Как известно, в аморфных материалах значительный вклад в энергию магнитной анизотропии дают магнитоупругие взаимодействия. Под влиянием внешних напряжений могут претерпевать значительные изменения магнитная структура и МИ в магнитомягких аморфных микропроводах. В работах [115-119] было подробно изучено влияние внешних магнитных полей на магнитоимпеданс в присутствии растягивающих напряжений в различных микропроводах и лентах. Влияние других внешних факторов на МИ, таких как: скручивающие напряжения, температура и разные методы термообработки исследовалось в работах [120-127].

В работе [128] была получена геликоидальная магнитная анизотропия, индуцированная с помощью токового отжига в аморфных микропроводах состава Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> со стеклянной оболочкой, которая позволила получить высокую чувствительность формы петли гистерезиса и магнитоимпеданса к растягивающим механическим напряжениям. Аморфные микропровода с высоким содержанием кобальта известны как материалы, весьма подходящие для получения больших и гигантских значений МИ [4, 32, 129]. При надлежащем выборе состава можно изготовить микропровода с весьма малой отрицательной магнитострикцией, в которых внутренние растягивающие напряжения создают преимущественно циркулярную анизотропию. Это создает условия для достижения высокой чувствительности МИ- эффекта относительно изменений внешнего аксиального магнитного поля. С целью дальнейшего улучшения

циркулярной анизотропии (то есть, уменьшения разброса осей анизотропии) в [73, 131] были предложены различные способы термической обработки путем токового отжига (с использованием как переменного, так и постоянного тока), что позволило увеличить чувствительность до нескольких сотен процентов в области малых магнитных полей порядка нескольких эрстед, характерных для проявления МИ эффекта. С другой стороны, традиционный отжиг, который уменьшает напряжения закалки, зачастую приводит к снижению чувствительности МИ, что может быть связано с большим разбросом направлений легких осей анизотропии [122, 132,].

Направление легкого намагничивания, связанное с индуцированной полем анизотропией, определяется парным упорядочением атомов переходных металлов, которое возникает при отжиге из-за изменений микроструктуры ближнего порядка. Это было подтверждено прямым наблюдением с помощью анализа HRTEM [133]. Увеличение степени упорядочения может даже привести к росту намагниченности насыщения и температуры Кюри. В случае цилиндрической геометрии проводника при токовом отжиге одновременно действуют тепловой и магнитный факторы, причем магнитное поле способствует магнитному упорядочению в циркулярном направлении. Так, например, токовый отжиг и отжиг в присутствии растягивающих напряжений использовались авторами [30, 82] для изменения легкой оси анизотропии в проводах на основе Fe с положительной магнитострикцией с целью усиления эффекта МИ в этих недорогих материалах.

Высокая чувствительность МИ обычно связана с переориентацией направления намагниченности под влиянием внешних воздействий. В этом смысле наведенная циркулярная анизотропия оптимальна для получения высокочувствительного МИ-отклика на изменение аксиальной составляющей слабых магнитных полей. Если в качестве внешнего воздействия используется механическое напряжение (приводящее к эффекту стресс-МИ), вид анизотропии зависит от знака магнитострикции. С точки зрения влияния на МИ растягивающего напряжения для использования в сенсорах предпочтительными являются провода с аксиальной анизотропией в случае отрицательной магнитострикции и циркулярной – в случае положительной магнитострикции. При этом создаются условия для поворота ориентации намагниченности в проводе под действием растягивающего напряжения. Таким образом, для реализации стресс-МИ без использования подмагничивающего поля смещения, должен быть сформирован необходимый тип анизотропии, что можно осуществить путем надлежащей термической обработки в присутствии магнитного поля.

38

В нашей работе [128] для создания специфической магнитной анизотропии циркулярного типа в аморфных микропроводах Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> с близким к нулю положительным значением коэффициента магнитострикции предложено использовать токовый отжиг. Достигнутое значение чувствительности к внешним механическим напряжениям в отсутствие магнитного поля в работе [128] было больше 260% при нагрузках  $\sigma_{ex}$  < 250 МПа, причем эта возможность была реализована без использования дополнительных магнитных полей (или токов) смещения (Рисунок 12)



Рисунок 12 – Зависимость действительной части импеданса в аморфном микропроводе Со<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> от приложенного растягивающего напряжения в отсутствие магнитного поля

(H = 0)

Это важно не только для повышения чувствительности МИ [134], но также позволяет расширить область применения МИ, включая стресс-чувствительный МИ на микроволновых частотах [135] и импульсный МИ для магнитной памяти произвольного доступа (MRAM) [136-138].

## 1.6 Обзор датчиков механических напряжений

Среди существующих датчиков, с которыми можно работать, магнитные датчики являются хорошей альтернативой для обнаружения и измерения различных явлений благодаря их «простой» технологии и доступности. Для создания различных сенсорных устройств доступен широкий спектр магнитных материалов, среди которых следует выделить аморфные

ферромагнитные материалы [139-141]. Поскольку эти материалы доступны на рынке, создание различных видов датчиков на их основе может быть реализовано без дорогостоящих инвестиций. Сенсоры на основе таких материалов не являются хрупкими и не требуют особого ухода, что позволяет создавать очень прочные и надежные устройства. Еще одна важная особенность магнитных материалов заключается в том, что эти датчики могут быть разработаны без электрического контакта между измерительным устройством и датчиком, что делает их особенно важными для использования в суровых условиях. Магнитные датчики работают в основном путем определения [142, 143]:

(а) Изменения магнитной проницаемости сердечника

(б) Изменения некоторых физических параметров, вызванных изменениями направления намагниченности.

(c) Изменения взаимной индукции между двумя электрическими цепями, вызванной геометрическими изменениями положения магнитного сердечника и т. д.

Проницаемость магнитных материалов сильно зависит от их магнитной анизотропии, от разницы между направлением приложенного поля и направлением анизотропии материала, а также от их однородности, состояния намагниченности, частоты приложенного магнитного поля, шероховатости поверхности и геометрической формы. При разработке датчика для измерения любого физического параметра необходимо, чтобы изменения магнитной проницаемости или направления намагниченности, вызванные изменением измеряемого параметра, были как можно большими. Аморфные и нанокристаллические материалы особенно хорошо отвечают этим требованиям.

#### Сенсоры, основанные на магнитострикционном эффекте

В настоящее время существует множество датчиков, которые используют магнитоупругие эффекты магнитных материалов. Их конструкция основана на нескольких свойствах, таких как:

• Изменение восприимчивости магнитного материала при приложении механического напряжения.

• Изменение длины магнитных материалов при изменении направления намагниченности.

40

• Изменения модуля Юнга магнитных материалов путем изменения состояния намагниченности.

#### Сенсоры механических напряжений

Приложение механического напряжения  $\sigma$  к ферромагнитному материалу вызывает анизотропию с плотностью энергии  $K = (3/2)\lambda_s \sigma$  в перпендикулярном или параллельном направлении по отношению к этому напряжению, что зависит от знака константы магнитострикции материал,  $\lambda s$ . Следовательно, механическое напряжение приведет к изменению восприимчивости материала, который можно использовать для измерения напряжения, деформации, крутящего момента силы и т. д. [144].

Восприимчивость  $\chi$  ферромагнитного материала с  $\lambda s > 0$  с исходной легкой анизотропией *К*, перпендикулярной приложенному напряжению, в магнитным поле вдоль направления напряжения определяется следующим образом:

$$\chi = \frac{\mu_o M_s^2}{(2K - 3\lambda_s \sigma)} \qquad (4)$$

На рисунке 13а показана зависимость восприимчивость ( $\chi$ ) от приложенного механического напряжения ( $\sigma$ ). Когда легкая ось результирующей магнитной анизотропии зменяет направление и становится параллельно магнитному полю, материал достигает своей максимальной проницаемости. Эта максимальная проницаемость ограничивает максимальную чувствительность устройства и зависит от вышеуказанных параметров. Максимальная чувствительность устройства достигается для чрезвычайно малых плотностей (*K*), как показано на рисунке 13b, где представлена кривая чувствительности в зависимости от приложенного механического напряжения.



Рисунок 13 – Зависимость магнитной восприимчивости (a) и ее чувствительности (b) от приложенного механического напряжения

Зависимость чувствительности *χ* по отношению к механическим напряжениям определяется как:

$$\frac{d\chi}{d\sigma} = \left[\frac{\mu_0 M_s^2}{(2K - 3\lambda_s \sigma)^2}\right] 3\lambda_s \tag{5}$$

В аморфных материалах магнитная анизотропия (К) хорошо контролируется. Соответственно, можно получить устройства с чувствительностью, которые эквивалентны лучшему полупроводниковому тензодатчику, хотя при этом динамический диапазон устройств уменьшается (рисунок 14). Поэтому целесообразно выбирать материалы с высокими значениями  $\lambda s$  для достижения приемлемых динамических диапазонов без снижения их чувствительности.



Рисунок 14 – Чувствительность датчиков с динамическим диапазоном

#### Устройств на основе магнитострикционного эффекта:

#### 1) Датчики крутящего момента

На рисунке 15 показано типичное применение этих устройств для измерения крутящих моментов на осях вращения без электрических контактов [145-147]. Для датчиков со слоистой формой или на основе тонких пленок, магнитные материалы используются аналогичным образом, как и экстензометрические ленты: два набора одинаковых образцов, перпендикулярно расположенных между собой и под углом 45 ° с осью вращения, прикреплены к валу, в котором крутящий момент должен быть измерен. Если вал вращается, то один набор образцов подвергается растяжению, тогда как другой набор сжимается, изменяя по-разному проницаемость обоих из них и вызывая электродвижущую силу (например, на вторичных барабанах, соединенных последовательно). Если нет кручения, оба имеют одинаковую проницаемость, которые компенсируют друг друга и выходной сигнал будет равен нулю. Если вместо этого происходит скручивание, регистрируется сигнал, пропорциональный изменению относительной проницаемости. Эта система позволяет измерять крутящие моменты на осях вращения без использования скользящих контактов, что всегда создает проблемы.

Основным недостатком этой измерительной системы являются индуцированные напряжения на образцах при приклеивании слоев к основанию; этого эффекта можно избежать,

43

если использовать керамические клеи и затем отжиг системы, чтобы удалить наведенные напряжения.



Рисунок 15 – Сенсор для измерения крутящего момента

### 2) Датчик измерения мышечной активности

В работе *Pina et al.* [148] был разработан сенсор для выявления и измерения мышечной активности в горле с целью устранения частичного паралича голосовых связок. Эта болезнь касается паралича одного из голосовых связок из-за его частичной или полной слабости.

Голос создается одновременной вибрацией обоих голосовых связок. Воздушный столб, выходящий из легких, проходит через голосовые связки при определенном давлении, вызывая естественную вибрацию. Чтобы достичь нужного уровня давления, голосовые связки движутся навстречу друг другу до достижения так называемой средней линии, правильно закрывая воздушный поток. Это нормальная функция здорового горла.

В случае паралича поврежденный шнур остается далеко от средней линии и не может двигаться, чтобы достичь нужного уровня давления. В результате связки не вибрируют, и фонирование не является полностью возможным.

Разработанное устройство в работе *Pina et al.* [148] состоит из двух четко различающихся частей. Первый элемент — это магнитострикционный датчик, который вставлен в здоровой голосовой связке. Этот датчик может обнаружить деформацию и напряжение внутри мышц во время нормальной деятельности голосового мозга. Датчик положительно реагирует на определенную деформацию электрическим сигналом, который запускает второй элемент

устройства. Второй элемент состоит из исполнительного механизма, состоящего из набора электродов, соединенных с нервом голосовых связок. Электрическая стимуляция нездоровой голосовой связки будет контролироваться реакциями от магнитоупругого датчика, расположенного на связке. Таким образом, обе голосовые связки будут двигаться одновременно и симметрично. Система регулируется с помощью обратной связи, которая включает второй магнитоупругий датчик, вставленный внутрь поврежденной голосовой связки.

Предложенный сенсор для этой задачи был разработан таким образом, чтобы он реагировал на напряжения, приложенные в любом направлении в плоскости введения. Таким образом, сердечник датчика состоит из магнитострикционной ленты в форме кольца с двумя катушками вокруг сердечника: катушкой возбуждения синусоидального напряжения в диапазоне сотен кГц и вторичной катушкой. Датчик покрыт биосовместимым силиконом, а головка датчика имеет диаметр 3 мм. Оптимальная рабочая частота составляет 500 кГц.

# 3) Сенсоры деформации

Другое возможное применение магнитострикционного эффекта показано на рисунке 16. Это устройство [149–151] использует несколько слоев круглого сердечника с несколькими обмотками. Любое давление, оказываемое на тор, изменяет самоиндукцию в обмотках, что позволяет очень точно измерять деформации. Чувствительность датчика составляет 350 мВ/В в диапазоне от 10mg до 30 g, демонстрируя стабильность при температуре 0,02%FS/°C (FS полная шкала) и максимальной рабочей температуре 190°C.



Рисунок 16 - Датчик используется в качестве зенитной системы позиционирования с мультивибраторным мостом (MBM).

#### 4) Датчики электрического тока

Существуют также датчики для измерения магнитных полей, емкостей тока, деформаций и т. д., которые были разработаны с использованием обратного эффекта магнитострикции, изменение длины ферромагнитных материалов при изменении направления магнитного поля. Оптические волокна с никелевым покрытием, на которые воздействует магнитное поле, изменяют длину при изменении длины их покрытия. С помощью интерферометрических измерений можно с большой точностью определить изменение длины, пропорциональное приложенному магнитному полю [152, 153].

На рисунке 17 показан датчик электрического тока, основанный на обратном эффекте магнитострикции. С некоторыми небольшими изменениями он также может быть использован для измерения магнитных полей. Сенсоры положения работают на основе оптоволоконных датчиков через поле, создаваемое постоянным магнитом, прикрепленным к объекту, положение которого должно быть определено.





#### 5) Сенсор магнитного поля

В последнее время, разработаны магнитометры с гораздо более низким порогом чувствительности. Они основаны на изменения скорости акустических волн, которые передаются через ленту из аморфного материала, в которых намагниченность и модуль Юнга изменяются под действием внешнего магнитного поля [154]. Обнаружение изменения

скорости акустических волн выполняется путем определения изменения фазы упругой волны, излучаемый источником, и волны, принимаемой приемником (рисунок 18).



Рисунок 18 – Датчики на основе изменения модуля Юнга аморфного материала

Изменение фазы акустической волны определяется согласно:

$$\Delta \Phi = \pi \left(\frac{D\omega K}{c}\right) \Delta H \quad (6)$$

Где, К – параметр, пропорциональный модулю Юнга, D – расстояние между передатчиками, С – скорость акустической волны. Для такого сенсора значения теоретической чувствительности лежат в пределе 1 рТ ( $\Delta Y = 0,05, D = 1 m, \omega = 20 MHz, c = 3 km/s$ ), а экспериментальная составляет 2,5 *nT*.

#### 1.8 Выводы

Приведённые данные в обзоре литературы дают основания полагать, что аморфные магнитные материалы в особенности аморфные ферромагнитные микропровода, могут быть очень перспективными для применений в различных сенсорных устройствах. Существование специфических магнитных свойств таких как: бистабильность, магнитный импеданс, стресс магнитоимпеданс, высокие скорости доменных границ и специфический гармонический спектр, которые зависят от внешних факторов (стресс, температура деформация и тд.), а также простота их использования и доступность производства делают эти материалы весьма привлекательными для использования в различных датчиках.

Используя зависимость высокочастотного импеданса или гармонического спектра от магнитной структуры, которая в аморфных микропроводах может быть очень чувствительна к внешним факторам, появляется возможность сформировать нужную передаточную функцию и разработать требуемые сенсорные устройства. Для обеспечения высокой чувствительности микромагнитной структуры к внешним воздействиям необходимо будет сформировать определенное сочетание легких осей анизотропии и магнитострикции с помощью термомагнитного отжига.

#### Глава 2. Составы, методы исследования и структурной модификации АФМ

Во второй главе представлена информация об исследуемых образцах, их особенностях и методах модификации их свойств (токовый отжиг, термический отжиг). Рассмотрены основные методики измерения кривых намагниченности и магнитоимпедансных характеристик микропроводов, а также обсуждаются методы термообработки для модификации магнитной структуры и улучшения температурной стабильности магнитных характеристик. Для исследования были выбраны аморфные ферромагнитные микропровода на основе Со в стеклянной оболочке, в которых могут быть достигнуты почти нулевые значения константы магнитострикции ( $\lambda = 10^{-7} - 10^{-8}$ ). С целью анализа структурных и фазовых свойств образцов были использованы следующие методы: рентгеноструктурный анализ (РСА), сканирующая электронная микроскопия (СЭМ), просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), а для исследования магнитных свойств использовались: индуктивный метод измерения петли гистерезиса и магнитострикции, вибрационный магнитометр МВ-07 для исследования магнитного гистерезиса магнитотвердых образцов, векторный анализатор цепей для измерения высокочастотного импеданса. Для исследования влияния механических напряжений на амплитуду высших гармоник использовался селективный усилитель напряжения (lock-in-amplifier).

#### 2.1 Аморфный ферромагнитный микропровод как исследуемый образец

Как было ранее сказано (Глава 1. Методы получения АФМ) существует несколько методов получения АФМ. Все образцы, использованные в этой диссертационной работе, были изготовлены модифицированным методом Тейлора-Улитовского. Суть метода объяснена в Главе 1. Здесь представлена модифицированная установка для производства микропроводов в лабораторных условиях (рис. 19 [155-156])



Рисунок 19 – Лабораторная установка для получения аморфных ферромагнитных микропроводов модифицированным методом Тейлора-Улитовского

В данной диссертационной работе были исследованы микропровода в стеклянной оболочке [157] состава  $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$  с различной геометрией: общим диаметром 29,5 и 41,5 мкм и толщиной металлического сердечника 23,9 и 36,3 мкм, обозначаемые в дальнейшем как образцы №1 и №2, соответственно. Для сплава выбранного состава в аморфном состоянии характерна почти нулевая магнитострикция, порядка  $10^{-8} - 10^{-7}$  [158]. Основные параметры используемых микропроводов приведены в таблице 2. Аморфные микропровода с высоким содержанием кобальта известны как материалы, наиболее подходящие для достижения больших значений МИ [159-162]. При надлежащем выборе состава можно изготовить микропровода с весьма малой отрицательной магнитострикцией, в которых внутренние растягивающие

напряжения создают преимущественно циркулярную анизотропию. Это создает условия для достижения высокой чувствительности МИ-эффекта относительно изменений внешнего аксиального магнитного поля. С целью дальнейшего усиления циркулярной анизотропии (за счет уменьшения разброса осей анизотропии) в [163-164] были предложены различные способы термической обработки путем токового отжига (с использованием как переменного, так и постоянного тока), что позволило увеличить чувствительность до нескольких сотен процентов в области малых магнитных полей порядка нескольких эрстед, характерных для проявления МИ эффекта. С другой стороны, традиционный отжиг, который уменьшает напряжения закалки, зачастую приводит к снижению чувствительности МИ, что может быть связано с большим разбросом направлений легких осей анизотропии [165-166].

Таблица 2 - Параметры исследуемых образцов:

Composition	d, µm	D, µm	$\rho = d/D$	E <sub>g</sub> , GPa	E <sub>m</sub> , GPa	H <sub>c</sub> (А/м)	$\lambda_{ m s}$
Co <sub>71</sub> Fe <sub>5</sub> B <sub>11</sub> Si <sub>10</sub> Cr <sub>3</sub>	25	29.5	0,847	49,9 <u>+</u> 7,0	136,0 <u>+</u> 6,7	25	-1,6 ·10 <sup>-8</sup>
Co <sub>71</sub> Fe <sub>5</sub> B <sub>11</sub> Si <sub>10</sub> Cr <sub>3</sub>	36.3	41.5	0,874	49,9 <u>+</u> 7,0	136,0 <u>+</u> 6,7	25	2,0.10-6

#### 2.2 Токовый отжиг микропроводов с удаленным контролем температуры

Данная технология удаленного контроля температуры при проведении токового отжига либо другой термообработки (ИК нагрев, нагрев в печи) микропровода, позволяет удаленно контролировать его температуру, что необходимо в случаях работы с миниатюрными образцами. Непосредственное измерение температуры на образцах (микропроводах) малых размеров (с диаметром 1-50 мкм) невозможно в силу недостатка площади поверхности образца и большим теплоотводом самого датчика температуры, который в области контакта с микропроводом за счет собственного рассеивания тепла сильно исказит измеряемую температуру. Данным методом так же возможен контроль температуры микропровода внутри корпусированного изделия, при условии однородности среды в подкорпусном пространстве.

Методики измерения и конструкция, наиболее похожая на предложенную, изложены в работе [167].

Отличие сенсорной части состоит в том, что два резистивных моста объединены в один

общий, а усиленный сигнал от усилителя (компаратора) поступает не на генератор, а на элемент управления нагревателем платформы, где и происходит контроль температуры.

Стоит отметить, что в патенте RU 2 035 705 C1 температура рассчитывается исходя из разниц рассеиваемых мощностей, тогда, как в представленном варианте предложено выравнивать температуры образцов при помощи подведения дополнительной мощности и проводить непосредственное измерение температуры на нагревательной платформе.

Технический результат заключается в реализации удаленного контроля температуры образца без непосредственной установки датчика температуры при проведении температурной обработки или токового отжига.

Технический результат достигается за счет применения нового принципа измерения. С этой целью разработано устройство удаленного контроля температуры, состоящее из следующих основных элементов: нагревательная платформа, блок управления, источник питания постоянного тока. На рисунке 20 показана общая структурная схема устройства. В таком случае температура контролируется не на исследуемом образце, а на образце-свидетеле. Образец-свидетель идентичен по составу и габаритам контролируемому образцу и имеет хороший тепловой контакт с нагревательной платформой. Исследуемый образец нагревается за счёт протекающего через него тока, а образец-свидетель нагревается нагревательной платформой и пропускаемым через него током. На нагревательной платформе установлен датчик температуры, температура платформы автоматически выравнивается до температуры образца при помощи блока управления.



Рисунок 20 – Общая структурная схема устройства

Метод полностью поясняется схемами, приведенными на рисунках 20-22 где

изображены:

- 1 источник питания;
- 2-блок управления;
- 3 измеряемый образец;
- 4 нагревательная платформа с образцом свидетелем;
- 5 индикатор температуры;
- 6 регулируемый ограничитель тока;
- 7-балансир моста;
- 8 блок контроля температуры;
- 9-микропровод (образец-свидетель);
- 10 термопара;
- 11 нагревательные элементы;

Принцип работы заключается в следующем: источник питания (1) обеспечивает устройство электропитанием с номинальным напряжением 15В и с максимальным током до 1А. Блок управления (2) задает ток для проведения измерения или отжига, сравнивает температуры измеряемого образца (3) и образца-свидетеля (4) по изменению сопротивления и включает нагреватель нагревательной платформы для выравнивания температур, текущая температура отображается на индикаторе температуры (5).



Рисунок 21 – Принципиальная схема устройства для токового отжига с удалённым контролем температуры

На рисунке 21 показана структурная схема блока управления и его подключение к остальным блокам. Измеряемый образец (3), образец свидетель (4), и резисторы блока управления включены в общую мостовую схему. При помощи регулятора (6) выбирается режим измерения или величина тока для токового отжига. Перед проведением работ регулятором (7) балансируется мост. Блок контроля температуры (8) отслеживает изменение температуры измеряемого образца и включает нагреватель нагревательной платформы образца-свидетеля, если его температура меньше температуры измеряемого образца. Блок контроля температуры (8) состоит из прецизионного операционного усилителя, линейного регулятора напряжения и силового ключа управления нагревателем.



Рисунок 22 – Принципиальная схема нагревательной платформы с образцом-свидетелем

На рисунке 22 показано устройство нагревательной платформы и её подключение. Нагревательные элементы разделены на две ветки для компенсации наводимого магнитного поля в месте установки микропровода и равномерно распределены по платформе для его равномерного нагревания. Термопара установлена на платформе в непосредственной близости от микропровода образца-свидетеля. Для обеспечения необходимого теплового контакта микропровода (образца-свидетеля) он устанавливается на платформу с применением теплопроводящей пасты.

При подаче питания и протекания тока через оба микропровода (измеряемого образца и образца-свидетеля) они начинают нагреваться, при этом измеряемый микропровод нагревается значительно быстрее образца-свидетеля. Таким образом, возникает дисбаланс резистивного моста, из-за чего операционный усилитель в блоке контроля температуры, подключенный к мосту, включает нагреватель платформы, и выключает его в момент совпадения температур контролируемого образца и образца-свидетеля.

# 2.3 Анализ структурных свойств микропроводов2.3.1 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

Чтобы получить информацию о термодинамических свойствах и кинетике превращения образцов до и после термообработки, было использовано дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК).

Во время отжига в инертной атмосфере, образец и эталон с хорошо известной теплоемкостью нагреваются при одной и той же температуре. Когда образец подвергается фазовым переходам, требуется некоторое тепло, чтобы поддерживать оба образца при одной и той же температуре. В зависимости от количества теплоты, необходимого для передачи образцу, определяется, является ли процесс экзотермическим или эндотермическим. Например, образец подвергается экзотермическим процессам (таким как кристаллизация), если для повышения температуры образца и установления равновесия с эталонном требуется меньше тепла.

Экзотермические и эндотермические анализы исследуемых образцов в этой работе были проведены с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии. Для этой цели использовался высокочувствительный калориметр Netzsch DSC 204 F1 Phoenix (рис. 23) со скоростью нагрева  $10 \ K/min$  в атмосфере Ar. Масса исследуемых образцов составляла от 10 до 25 мг. Небольшая масса образцов (несколько миллиграммов) обеспечивает равномерное распределение температуры во время измерения. Измерения проводились в интервале температур от 293 К до 973 К. Температуры Кюри (TC = 637K) и кристаллизации (Tcr = 736 K) проводов были определены по графику ДСК с помощью стандартных приложений.



Рисунок 23 – Принципиальная электрическая схема дифференциальной сканирующей калориметрии

# 2.3.2 Рентгеноструктурный анализ (XRD)

Чтобы получить информацию о микроструктуре и фазовом составе исследуемых образцов на основе Со в аморфном и нанокристаллическом состоянии, был проведен рентгеноструктурный анализ (XRD).

Кристаллическая решетка представляет собой правильное трехмерное распределение атомов в пространстве. Атомы расположены так, что они образуют серию параллельных плоскостей, разделенных друг от друга расстоянием d, которое варьируется в зависимости от природы материала. Когда монохроматический рентгеновский пучок с длиной волны  $\lambda$  падает на плоскости решетки в кристалле под углом  $\theta$ , дифракция происходит только тогда, когда расстояние, пройденное лучами, отраженными от последовательных плоскостей, отличается на полное число n длин волн (рис. 24). Это условие выражено законом Брэгга:  $n\lambda = 2dsin\theta$ 



Рисунок 24 – Иллюстрация закона Брэгга: конструктивная интерференция возникает, когда разность пути между волнами, рассеянными от соседних параллельных плоскостей решетки оказывается кратной длины волны.

Структурный анализ исследуемых образцов в этой работе было праведно с помощью дифракции рентгеновских лучей на приборе Bruker D8 Advance с монохроматическим излучением CuKa ( $\lambda = 1,54$ Å) (рис. 25).



Рисунок 25 – Лабораторная установка Bruker D8 Advance с монохроматическим излучением  $CuK\alpha$  ( $\lambda = 1,54$ Å).

#### <u>Микроструктурный анализ</u>

Сканирующий электронный микроскоп (СЭМ) использует сфокусированный пучок электронов высокой энергии для генерации разнообразных сигналов на поверхности твердых образцов (рис. 26). Сигналы, возникающие при взаимодействии электронов с образцом, содержат информацию об образце, включая внешнюю морфологию (текстуру), химический состав, кристаллическую структуру и ориентацию материалов, из которых состоит микропровод.



Рисунок 26 – Установка сканирующего электронного микроскопа

Снимок, полученный с помощью СЭМ, предоставляет данные, которые собраны на выбранной области поверхности исследуемого образца, и генерируется 2D- изображение, которое отображает пространственные изменения этих свойств. СЭМ также может выполнять анализ выбранных точечных местоположений на микропроводе: этот подход особенно полезен при качественном или количественном определении химических составов с использованием энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС).

Для изучения структуры исследуемых образцов была также использована электронная сканирующая микроскопия TESCAN VEGA LMH с катодом LaB6 (СЭМ) и системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy (рис. 27).



Рисунок 27 - Электронный сканирующий микроскоп TESCAN VEGA LMH с катодом LaB6 и системой рентгеновского энергодисперсионного микроанализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy

Объектами исследования были аморфные ферромагнитные микропровода в стеклянной оболочке. Для изучения на СЭМ стеклянная оболочка микропроводов удалялась двумя методами: механическим и химическим (с помощью плавиковой кислоты). Использовались режимы отраженных электронов и вторичных электронов. Траектория отраженных электронов носит прямолинейный характер. Число отраженных электронов зависит от атомного номера элементов вещества объекта. Чем больше атомный номер зондируемого вещества, тем больше электронов содержат атомы, тем интенсивнее обратное рассеяние быстрых электронов и тем светлее будут выглядеть эти участки. Таким образом, при этом режиме работы микроскопа достигается максимальный фазовый контраст.

Энергия вторичных электронов невелика (порядка 10 эВ). Поэтому вторичные электроны, образующиеся на значительной глубине, рекомбинируют с ионизированными атомами, и область объекта, которая дает эффект вторичной электронной эмиссии, имеет

глубину менее 50 нм и диаметр, лишь немного превышающий диаметр электронного зонда. Поэтому изображение во вторичных электронах имеет гораздо лучшее разрешение, чем изображение в отраженных электронах (с увеличением до 100000 крат).

#### <u>Микрорентгеноспектральный анализ</u>

Микрорентгеноспектральный анализ проводили на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMH с приставкой для проведения анализа Oxford Instruments Advanced AZtecEnergy включая INCA Energy 350)/Х-тах 50 — система рентгеновского энергодисперсионного микроанализа без азотного детектора X-тах 50 Standard. Метод микрорентгеноспектрального анализа использует возбуждение характеристического рентгеновского излучения пучком электронов – «электронный зонд». Этот зонд может быть сфокусирован с помощью электронных линз, что позволяет анализировать состав микроучастков или элементов микроструктуры сплава. Глубина проникновения электронов в поверхность образца при напряжении 20 кВ составляет от 1 до 5 мкм.

Качественный элементный состав микрообъемов определяется сравнением наблюдаемых и заложенных в анализатор длин волн характеристического излучения. Количественный анализ проводили на основе разностей интенсивности излучения наиболее сильной линии К – или L – серии характеристического излучения определяемого элемента.

# 2.3.4 Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)

Когда электронный пучок проходит через образец, он взаимодействует с образцом, и прошедшие электроны используются для формирования изображения путем увеличения и фокусировки их с помощью объектива. На рисунке 28 показаны основные компоненты ПЭМ.



Рисунок 28 – Основные компоненты просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ)

Контраст изображения ПЭМ отличается от изображения, полученного с помощью оптического микроскопа. Вместо поглощения, в случае с ПЭМ, дифракция происходить, когда электронный пучок взаимодействует с образцом. Интенсивность дифракции изменяется в зависимости от ориентации плоскости образца относительно электронного пучка. Электронный пучок сильно преломляется от оси под определенными углами, тогда как просвечивание происходить под другими углами. Держатели для образца установлены таким образом, чтобы образец можно было наклонить для получения определенных условий дифракции. Блокировка электронов, отклоненных путем размещения апертуры, позволяет нерассеянным электронам проходить через нее, и их использование для получения контрастного изображения называется световым полем. Отклоненные электроны также можно использовать для формирования изображения, которое известно как изображение темного поля.

Для исследования структуры микропроводов методом просвечивающей электронной микроскопии была использована методика приготовления образцов с помощью фокусированного электронного пучка (FIB). Исследуемый микропровод с предворительно снятой стеклянной оболочкой нарезался на маленькие куски. Полученные отрезки укладывались в FEI Strata FIB 201 с ускоряющем напряжением 30 кВ. Далее с помощью

электронного пучка микропровод нарезался по диаметру с шириной 25 мкм и толщиной примерно в 200 нм (рис. 29).



Рисунок 29 – Снимок образца, полученный с помощью FEI Strata FIB 201 с ускоряющем напряжением 30 кВ

Анализ микроструктуры исследуемых образцов проводилась с помощью JEM 2100 (JEOL, Japan) просвечивающего электронного микроскопа высокого разрешения (HRTEM) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Химический состав образцов изучали методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDXS; INCA Energy, Oxford Instruments, England).

## 2.4 Измерение константы магнитострикции (SAMR)

Для определения значения константы магнитострикции микропроводов был использован метод малого угла поворота намагничивания (SAMR) [168-169]. Во время измерений начальное растягивающее напряжение,  $\sigma_0$ , создается весом  $m_0$ , прикрепленным к концу микропровода. Осевое магнитное поле,  $H_z$ , создается вдоль оси z микропровода, используя соленоид. В этом методе образец насыщается полем  $H_z$ , при одновременном приложении небольшого переменного поперечного поля,  $H_y$ , создаваемого переменным электрическим током, протекающим вдоль образца. Комбинация этих полей приводит к обратимому вращению намагниченности в пределах небольшого угла  $\theta$  вне осевого направления. Индукционное напряжение на удвоенной частоте  $V(2\omega)$ , обусловленное вращением намагниченности, обнаруживается измерительной катушкой, намотанной вокруг микропровода. Константу

магнитострикции определяют из измерения зависимости осевого магнитного поля,  $H_z$ , от приложенного напряжения  $\sigma$  при фиксированном значении индукционного напряжения  $V(2\omega)$  в соответствии со следующим выражением [170]:

$$\lambda s = -(\mu o M s/3)(dH/d\sigma)$$
(7)

где *µоМs* – намагниченность насыщения.

Значение намагниченность насыщения (µoMs) исследуемых образцов было получено из измерения кривых намагниченности образцов при комнатной температуре (300 К) в сильном магнитном поле.

Значение переменного тока  $(i_{\sim})$ , протекающего через микропровод было выбрано таким образом, чтобы избежать джоулего нагрева образца во время измерения, значение тока не превышало 10 мА. Так как через микропровод протекал ток с частотой f, в нем создавалось переменное магнитное поле циркулярного типа  $(H_t)$ , что приводит к периодическому отклонению вектора намагничивания ( $M_s$ ) от оси z под углом  $\theta$ . В этом случае составляющая намагниченности, Mz, совпадающая с направлением оси микропровода, изменяется во времени с двойной частотой 2f. Из-за временного изменения компоненты намагниченности Mz с частотой 2f электродвижущая сила (ЭДС) возникает в компенсированной измерительной катушке с частотой, равной 2f. Этот ЭДС-сигнал усиливается в измерительном блоке. В этом методе предполагается постоянство угла отклонения вектора намагниченности  $\theta$  от оси микропровода (координата z) во время измерения. Постоянство угла  $\theta$  при измерениях соответствует постоянному значению напряжения в измерительной катушке (который детектируется во время измерений). Фиксация угла  $\theta$  может быть достигнута одновременным изменением начального поля соленоида  $H_{z0}$  (на величину  $\Delta Hz$ ) и начального напряжения  $\sigma_0$  (на величину  $\Delta \sigma$ ). Можно показать, что в этих условиях ( $\theta = \text{const}$  и Ht = const) значение коэффициента магнитострикции может быть определено с помощью (7).

Во время измерения значения константы магнитострикции небольшой груз был прикреплен к одному концу микропровода в течение всего эксперимента. Измерение зависимости ЭДС-сигнала от магнитного поля соленоида  $U_{2h}(H_z)$  проводилось для разных

нагрузок с помощью приемных катушек. По данному методу оценивали средний коэффициент магнитострикции после нескольких измерений каждого образца с длиной около 9 см под действием разных нагрузок.

# 2.5 Исследование процессов быстрого перемагничивания 2.5.1 Петля гистерезиса

Когда ферромагнитный материал подвергается воздействию магнитного поля, его намагниченность изменяется сложным образом, что описывается кривой намагничивания, как показано на рисунке 30. Начиная с размагниченного состояния (M = H = 0), намагниченность увеличивается с увеличением поля вдоль кривой *OABC* и, наконец, достигает намагниченности насыщения, что обычно обозначается  $M_s$ . В области *OA* процесс намагничивания почти обратим: намагниченность возвращается к нулю при удалении магнитного поля. Наклон кривой *OA* называется начальной восприимчивостью  $\chi_a$ . За пределами этой области процессы намагничивания больше не являются обратимыми. Если поле уменьшается от своего значения в точке *B*, намагниченность возвращается, но не вдоль *BAO*. Наклон в любой точке начальной кривой намагничивания *OABC* называется дифференциальной восприимчивостью  $\chi_{diff}$ , а наклон линии, соединяющей начало *O* и любую точку на начальной кривой намагничивания, называется общая восприимчивость  $\chi_{tot}$ . Максимальное значение общей восприимчивости, то есть наклон касательной линии, проведенной от начала *O* к начальной кривой намагничивания, называется максимальной восприимчивостью  $\chi_{max}$ .



Рисунок 30 – Петля гистерезиса магнитомягких материалов

Если магнитное поле будет уменьшаться из насыщенного состояния C, намагниченность (M) постепенно уменьшается вдоль CD, а не вдоль CBAO, и при H = 0 достигает ненулевого значения (Mr = OD), которое называется остаточной намагниченностью или остаточной магнитной индукцией. Дальнейшее увеличение магнитного поля в отрицательном направление приводит к снижению интенсивности намагничивания, которое в итоге падает до нуля (точка E). Абсолютное значение поля в этой точке (E) называется коэрцитивным полем или коэрцитивной силой ( $H_c = OE$ ). Часть кривой от точки D до точки E, часто упоминается как кривая размагничивания. Дальнейшее увеличение H в отрицательном направление приводит к увеличению интенсивности намагничивания в отрицательном направление приводит к отрицательной намагниченности намагничивания в отрицательной области и, следовательно, к отрицательной намагниченности насыщения. Если затем поле снова изменить в положительном направлении, намагниченность изменится вдоль FGC. Замкнутый контур CDEFGC называется петлей гистерезиса.

### 2.5.2 Индуктивный метод измерения петли гистерезиса

Принципиальная электрическая схема установки для измерения петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов представлена на рисунке 31.



Рисунок 31 – Установка для измерения петель гистерезиса аморфных ферромагнитных микропроводов

Петлю гистерезиса исследуемых образцов можно измерять индуктивным методом, согласно закону Фарадея [171-172]:

$$\epsilon = -N\frac{d\Phi}{dt} \tag{8}$$

где,  $\epsilon$  — электродвижущая сила (ЭДС), N — количество витков в катушке, в которой создается переменный магнитный поток  $\Phi$ , обусловленный изменением намагниченности. В случае микропровода, когда образец занимает небольшую часть поперечного сечения катушки, необходимо учитывать магнитный поток, создаваемый переменным магнитным полем:

$$\Phi = \mu_0 [(A_C - A_S)H + A_S(H + M)] = \mu_0 [A_C H - A_S M]$$
(9)

где  $A_c$  и  $A_s$  – площади поперечных сечений катушки и провода, соответственно. ЭДС индуцированного напряжения катушки содержит две компоненты и может быть представлено в виде:

$$\varepsilon = -\mu_0 N \frac{d(A_C H + A_S M)}{dt} = -\mu_0 N \left[ A_C \frac{dH}{dt} + A_S \frac{dM}{dt} \right]$$
(10)

Для устранения переменной составляющей Ac (dH/dt), возникающей от внешнего магнитного поля, используется компенсационная катушка. Эта катушка идентична измерительной катушке, но включена последовательно и встречно относительно измерительной катушки. Тогда измерительная система сама себя компенсирует, индуцированное в катушки ЭДС зависит только от скорости изменения намагниченности образца и равно нулю в отсутствие образца. Измеряемая ЭДС определяется как:

$$\varepsilon = -\mu_0 N A_S \frac{dM}{dt} \qquad (11)$$

Намагниченность образца получается путем интегрирования по времени наведенного сигнала напряжения:

$$M = \frac{1}{\mu_0 N A_S} \int \varepsilon dt \quad (12)$$

В данном методе намагниченность M определяется относительно ее значения Ms при максимальной амплитуде магнитного поля,  $H_s$ . Петли гистерезиса представляются в виде нормированной намагниченности M/Ms в зависимости от приложенного магнитного поля H.

Процессы намагничивания проводов под действием растягивающего напряжения до 1000 *MPa* исследовались вышеупомянутом методом с использованием двух миниатюрных дифференциальных катушек с внутренним диаметром 3 mm. Частота тока в намагничивающих катушках составляла 500 Гц, максимальная амплитуда намагничивающего поля – 1000 *A/m*. Для построения петли гистерезиса индуцированный электрический сигнал оцифровывался и интегрировался как функция магнитного поля. Приложенное напряжение  $\sigma_{ex}$  в металлической жиле оценивалось как:

$$\sigma_{ex} = \frac{PE_m}{E_m S_m + E_{gl} S_{gl}},\tag{13}$$

где Р – приложенная нагрузка,  $S_m$  и  $S_{gl}$  – площади металлической жилы и стеклянной оболочки,  $E_m \sim 130 \ GPa$  и  $E_{gl} \sim 70 \ GPa$  - модули Юнга металла () и стеклянной оболочки, соответственно [173].

# 2.6 Исследования эффекта магнитоимпеданса 2.6.1 Векторный анализатор цепей (Hewlett-Packard 8753E)

Сетевой анализ — это процесс, с помощью которого разработчики и производители измеряют электрические характеристики компонентов и цепей, используемых в более сложных системах. Когда эти системы передают сигналы, содержащие информацию, мы больше всего заинтересованы в получении сигнала из одной точки в другую с максимальной эффективностью (с сохранением информации) и с минимальным искажением. Векторный анализатор цепей — это метод точной характеристики таких компонентов путем измерения их влияния на амплитуду и фазу тестовых сигналов модулированной частоты и мощности качания [174].

Этот метод использует измерение S-параметров образца [175-176], то есть коэффициентов передачи и отражения двухпортового устройства. Одной из самих простых измерительных ячеек может быть линия передачи, внутренний проводник которой выполнен из магнитного микропровода. В поперечной электромагнитной линии электрический и магнитный векторы всегда ортогональны направлению распространения, которое совпадает с длиной магнитного микропровода (образца). В зависимости от геометрии измеряемого образца используются два основных типа держателей образцов: коаксиальная линия передачи и микрополосковая линия [176-177]. В нашем случае применялась микрополосковая ячейка, в которой образец микропровода длиной 11 мм был прикреплен к держателю с помощью обычной пайки. Принципиальная схема экспериментальной установки приведена на рисунке 32.



Рисунок 32 – Установка для измерения магнитоимпеданса

Зависимость высокочастотного импеданса от магнитного поля исследовалась в диапазоне частот 1–500 *MHz* с помощью векторного анализатора цепей (Hewlett-Packard 8753E) путем

измерения параметра S21 (коэффициента передачи) в цепи, содержащей микропровод в специально разработанной микроволновой полосковой ячейке. Длина провода для измерений импеданса составляла 11 mm. Образец в горизонтальном положении помещался внутри катушки Гельмгольца, создающей медленно меняющееся магнитное поле напряженностью до 3000 A/m. Растягивающая нагрузка прикладывалась в центре провода с помощью подвешенного груза на диамагнитной нити.

# 2.6.2 Процесс калибровки векторного анализатора цепей (Hewlett-Packard 8753E)

Устаревшие векторные анализаторы в принципе позволяют создавать пользовательские калибровочные стандарты (user's calibration kits), но только в виде аналитических моделей, включающих емкости, индуктивности, сопротивления, и линии задержки. Определение этих параметров является весьма непростой задачей. В современных анализаторах предусмотрена гораздо более удобная опция, когда вместо моделей, для каждого калибровочного стандарта можно загрузить его S1P файл (для SHORT, OPEN, LOAD) или S2P файл (для THRU). В работе была разработана процедура калибровки и ее алгоритмическая реализация, что позволило расширить функциональность анализаторов, позволяя использовать S1P/S2P файлы для калибровочных стандартов.

Сначала необходимо сказать о формате файлов S1P и S2P. Текстовый файл S1P содержит дисперсию комплексного коэффициента отражения  $S_{11}$  и состоит из трех колонок: частота f,  $Re[S_{11}(f)]$ , и  $Im[S_{11}(f)]$ . Текстовый файл S2P содержит дисперсию всех S -параметров и состоит из девяти колонок: f,  $Re[S_{11}(f)]$ ,  $Im[S_{11}(f)]$ ,  $Re[S_{21}(f)]$ ,  $Im[S_{21}(f)]$ ,  $Re[S_{12}(f)]$ ,  $Im[S_{12}(f)]$ ,  $Re[S_{22}(f)]$ , и  $Im[S_{22}(f)]$ . S1P файлы для коаксиальных заглушек SHORT, OPEN, LOAD и S2P файл для переходника THRU могут быть аккуратно измерены на другом уже откалиброванном анализаторе. Заглушки SHORT и OPEN легко изготавливаются из коаксиальных коннекторов, как показано на рисунке 33, а LOAD и THRU можно купить для SMA и K-type коннекторов.



Рисунок 33 - Заглушки SHORT, OPEN, LOAD, изготовленные из коаксиальных коннекторов.

Гораздо сложнее дела обстоят для стандартов, смонтированных на PCB, как показано на рисунке 34. В этом случае, мы не можем измерить напрямую их S1P и S2P файлы. Однако, как показывает практика, ввиду миниатюрности этих стандартов их можно считать *«почти идеальными»* вплоть до 8 ГГц. «Идеальные» означало бы, что  $S_{11OPEN} \equiv 1$ ,  $S_{11SHORT} \equiv -1$ ,  $S_{11LOAD} \equiv 0$  для любых частот. Таким образом, для «почти идеальных» мы будем иметь примерные равенства, а не тождества. Поскольку для THRU будет использоваться прямое соединение дорожек на PCB, то для него действительно  $S_{21} = S_{12} \equiv 1$ ,  $S_{11} \equiv 0$ , и  $S_{22} \equiv 0$ .



Рисунок 34 - Примеры измерительных ячеек и калибровочной платы с SOLT стандартами.

Выше мы сформулировали основные предположения в отношении коаксиальных и некоаксиальных стандартов, которые будут использоваться во время калибровок. Теперь переходим непосредственно к моделям измерительных траков в двух портовом анализаторе, на основе которых будут получены формулы для численных расчетов.

# Процедуры калибровок и измерений

Процедуры калибровок и измерений подразумевают определенные последовательности действий, обеспечивающих расчет скорректированных *S*-параметров или импеданса. Для каждой процедуры необходимо создать уникальный «бульон» файлов, используемых для расчетов. Приготовленные файлы и консольное приложение (SOLT.exe), вычисляющее скорректированные параметры, должны быть скопированы в одну папку. После этого запускается программа, которая автоматически загружает и обрабатывает файлы.

Ниже мы приведем сценария для калибровок и измерений. Когда говорится о *«широком диапазоне частот»* во время калибровок, то подразумевается некий фиксированный диапазон, который будет охватывать все тестовые частоты. Например, для HP8753 можно выбрать его максимальный диапазон [30 kГц, 6 ГГц] при числе точек 1601 (максимальное).
Как показывает практика, стандарты на РСВ, рассматриваемые как *«идеальные»*, обеспечивают достаточно точную калибровку вплоть до 8 ГГц. Преимущество РСВ стандартов заключается в том, что они позволяют включать в калибровку некоаксиальные участки измерительного трака, подходящие непосредственно к тестируемому образцу или прибору. Напротив, коаксиальные калибровочные стандарты могут охватывать очень широкий даипазон частот, но устанавливаемые ими референс плоскости могут отстоять от образца слишком далеко, тем самым привнося существенные фазовые и другие искажения, что сводит на нет все их преимущества. Дальнейшее развитие методов калибровки должно идти по пути создания точных моделей стандартов на РСВ, которые обеспечивали бы калибровку для частот выше 8 ГГц.

Идеальная двухпортовая калибровка без SOLT файлов и двухпортовые измерения на PCB включают следующую последовательность действий:

- Создать папку для вычислений.
- Отключить действующую коррекцию ошибок на анализаторе.
- Скопировать в папку консольное приложение SOLT.exe.
- Последовательно подсоединять конец кабеля на Port 1 к калибровочным стандартам SHORT, OPEN, и LOAD на PCB и измерять дисперсию их S<sub>11</sub>-параметра в широком диапазоне частот. Измеренные S-параметры сохранить в файлах S11MS.csv, S11MO.csv, и S11ML.csv. Скопировать эти файлы в папку.
- Последовательно подсоединять конец кабеля на Port 2 к калибровочным стандартам SHORT, OPEN, и LOAD на PCB и измерять дисперсию их S<sub>22</sub>-параметра в широком диапазоне частот. Измеренные S-параметры сохранить в файлах S22MS.csv, S22MO.csv, и S22ML.csv. Скопировать эти файлы в папку.
- Соединить кабели вместе через THRU на PCB (которое всегда flush) и измерить все четыре S-параметра в широком диапазоне частот. Измеренные S-параметры сохранить в файлах S11MT.csv, S12MT.csv, S21MT.csv, и S22MT.csv. Скопировать эти файлы в папку.
- Измерить все четыре S-параметра от внешнего прибора/образца, помещенного на PCB, сохранить их в файлах S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv, и S22M.csv, и скопировать в папку.

- Если измеряется полевая зависимость S-параметров, включая гистерезис, каждый файл должен содержать шесть столбцов: Поле (прямой ход), Re[S], Im[S], Поле (обратный ход), Re[S], Im[S].
- Если измеряется частотная зависимость *S*-параметров, каждый файл должен содержать три столбца: Частота (Гц), *Re*[*S*], *Im*[*S*]. Файлы S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv, и S22M.csv должны содержать те же частотные точки, что и S11MS.csv.
- Запустить вычисления **SOLT.exe** и следовать инструкциям с консоли.

Общее число CSV файлов в папке до вычислений: 14. В заготовленных файлах должны быть удалены все заголовки – оставить только столбцы со значениями.

После вычислений создаются пять скорректированных файлов: S11corrected.csv, S21corrected.csv, S12corrected.csv, S22corrected.csv, и Zcorrected.csv в том же формате, что и S\*\*M.csv файлы (дисперсионные или полевые). Импеданс будет вычислен из  $S_{21}$ -параметра.

В нашем анализаторе есть возможность загрузить S1P файл (для SHORT, OPEN, LOAD) и S2P файл (для THRU). Используя эти файлы, можно сократить количество операции предложенного метода калибровки. В этом случае все калибровочные коэффициенты сохраняются в памяти ПК для последующей математической обработки их и измеренных «сырых» данных при помощи разработанного программного обеспечения (SOLT.EXE).

Следует отметить, что  $S_{21}$  и  $S_{12}$  параметры не всегда симметричны в двухпортовых измерениях. Например, в схемах, представленных на рисунке 35 (диагональный и недиагональный магнитные импедансы),  $S_{12}$ -параметр не определен вовсе, поскольку сигнал будет распространяться только от первого ко второму портам, но не наоборот. Тем не менее, при использовании программы этот параметр необходимо измерить и сохранить (получающиеся значения будут на уровне шума). Измерив дисперсию  $S_{21}$  на анализаторе, можно будет вычислить импульсный отклик схемы. Таким образом, анализатор может использоваться не только для исследования физических свойств образцов, но и для оптимизации сенсорных электронных схем.



Рисунок 35 - Примеры согласованных, но не симметричных схем, где  $S_{12}$ -параметр не определен.

# 2.7 Измерение амплитуд высших гармоник сигнала электрического напряжения, генерируемого при перемагничивании

Для регистрации спектра электрического сигнала, возникающего при перемагничивании аморфных ферромагнитных микропроводов, и исследования влияния механических напряжений на амплитуды высших гармоник, была модернизирована установка с использованием селективного усилителя напряжений (lock-in-amplifier), принципиальная схема которой показана на рисунке 36.



Рисунок 36 – Принципиальная схема установки для измерения гармонического спектра электрического сигнала

С помощью этой установки и разработанной плоской катушки (рис. 37) возможно измерение механических напряжений на поверхности или внутри композитного материала путем дистанционного анализа гармонического спектра. Для исследования влияния различных внешних факторов на амплитуду высших гармоник были выбраны микропровода с разными длинами и составами. Коэффициент ток-поля (способность катушки создать магнитное поле при похождении тока) составляла 1 Э при 10 мА. Для измерения зависимости амплитуд высших гармоник от механических напряжений были использованы дифференциальные катушки в виде соленоида, соединенные последовательно друг другу. Эти катушки идентичны, но включены встречно относительно друг друга. Тогда измерительная система сама себя компенсирует, индуцированное в катушки ЭДС зависит только от скорости изменения намагниченности образца и равно нулю в отсутствие образца. Растягивающая нагрузка прикладывалась в одном конце провода, когда другой конец был зафиксирован.



Рисунок 37- Фотография плоской подмагничивающей/детектирующей катушки

Высшие гармоники в индуцированном при перемагничивании сигнале напряжения детектировались с помощью селективного усилителя (Lock-in nanovoltmeter type 232В) и функциональных генераторов. Для приложения нагрузки во время измерения, один конец провода был зафиксирован, а к другому концу был повешен груз. С помощью плоской катушки были измерены зависимости амплитуд высших гармоник от механических напряжений в композитных материалах. Композитные материалы были изготовлены из эпоксидной смолы и цемента, внутри которых были микропровода в стеклянной оболочке. Структура композитного материала представлена на рисунке 38.



Рисунок 38 – Структура композитного материала с микропроводами

### Глава 3. Модификация магнитной структуры и МИ в микропроводах при воздействии механических напряжений. Роль наведенной анизотропии.

<u>В третьей главе</u> проанализированы результаты экспериментальных исследований влияния механических напряжений на процессы намагничивания, гармонический спектр и магнитоимпеданс в микропроводах состава Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub>. В исследовании использовались провода с разной геометрией (общим диаметром 29,5 мкм и 41,5 мкм и толщиной металлического сердечника 23,9 мкм и 36,3 мкм), именуемые в дальнейшем образец №1 и №2, соответственно. Также, были изучены структурные параметры микропроводов до и после термообработки методами рентгеновской дифракции, просвечивающей электронной микроскопии и дифференциальной сканирующей калориметрии. Была выявлена корреляция структурных и магнитных свойств.

#### 3.1 Условия термообработки

Для модификации свойств исследуемых образцов использовались два метода термообработки: термический (при температурах 573 *K*) и токовый (при *I<sub>an</sub>* < 100 *mA*).

Термический отжиг был проведен при температурах *T*<sub>an</sub> ≈ 573 *K*, значительно меньшей, чем температура кристаллизации  $T_{cr} = 736 K$ . Отжиг приводит к стабилизации осевой анизотропии и усилению бистабильных свойств. Можно предположить, что частичная релаксация внутренних напряжений при отжиге приводит к увеличению константы магнитострикции. Об этом также свидетельствует поведение кривых гистерезиса под нагрузкой для образца №1, которые характеризуются бистабильностью и отличаются только небольшим увеличением коэрцитивной силы (рис.39). Таким образом, после обычного отжига в аморфных проводах с осевой магнитной анизотропией тип анизотропии не меняется. Действие растягивающих напряжений  $\sigma_{ex}$  также не изменяет характера магнитной анизотропии. Интересно отметить, что для образца №2 после отжига наблюдается весьма чувствительное поведение коэрцитивности по отношению к  $\sigma_{ex}$ . Видно также, что при увеличении  $\sigma_{ex}$  кривые намагничивания становятся асимметричными. В этом случае сказывается влияние частичной кристаллизации, степень которой могла возрасти при отжиге, и различие поведения кристаллических и аморфных областей при их намагничивании. Эти вопросы будут обсуждаться в разделе 3.9, где исследуется поведение гармонического спектра. Результаты термического отжига были опубликованы в работе [123].



Рисунок 39 - Петли гистерезиса аморфного Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода после термического отжига при 300 °C (а) с нагрузкой (b)

Так как после термического отжига чувствительность процессов перемагничивания и МИ уменьшается к механическим напряжениям то было решено в дальнейшем использовать токовый отжиг.

Токовый отжиг был использован с целью изменения типа анизотропии: с аксиального на циркулярный (или геликоидальный), так как при отжиге в присутствии магнитного поля (в данном случае, поля, созданного током) происходить упорядочивание пар магнитных атомов по направлению магнитного поля. Этот процесс сильно зависит от температуры отжига ( $T_{ann}$ ), которая не должна быть больше температуры Кюри  $T_c$  образца. Поэтому стоит внимательно оценить значение температуры при разных значениях тока во время токового отжига ( $T_{an}(I_{an})$ ). Для этого нами была разработана установка, с помощью которой можно определить температуру образца во время отжига. Предложенный метод не позволял измерить температуру для большой силы тока ( $I_{an} > 60 \text{ mA}$ ). Для более высоких значений тока температура определялась из энергетического баланса:

$$I_{an}^{2}R = hA(T_{an} - T_{ex}) + \varepsilon \alpha A(T_{an}^{4} - T_{ex}^{4})$$
(14)

где: *R* – электрическое сопротивление, *A* – площадь поверхности микропровода, *h* - коэффициент теплопередачи (коэффициент пропорциональности для охлаждения по закону

Ньютона),  $\varepsilon$  - коэффициент излучения,  $\alpha = 5.67 \cdot 10^{-8} W/m^2/K^4$  - постоянная Стефана-Больцмана,  $T_{ex}$  – температура окружающей среды. Значение h и  $\varepsilon$  были подобраны таким образом, чтобы температура отжига соответствовала экспериментально полученным значениям. Результаты измерения температуры и моделирования для различных значений тока представлены на рисунке 40. Из графика видно, что отжиг при значениях тока, равного 50 – 60 мА соответствует температурам в проводе 250 – 300 °C. Для исследуемых сплавов такая температура достаточно высокая для структурной релаксации и быстро приводит к равновесному состоянию. С другой стороны, она гораздо ниже температуры парамагнитного переход ( $T_c$ ) данных образцов. Таким образом, были определены оптимальные условия для наведения анизотропии циркулярного типа. При отжиге при более высоких значениях тока  $I_{an} > 70 \ mA$ , когда температура отжига очень близка или больше  $T_c$  наведенная анизотропия не формируется.



Рисунок 40 – Зависимость температуры провода от силы тока во время отжига. Для расчета были использованы параметры:  $h = 8.5 W/m^2 K$  и  $\varepsilon = 0.45$ . Сопротивление соответствует аморфному сплаву.

#### 3.2 Влияние термообработки на структуру исследуемых образцов

Рентгенограммы исходных образцов до и после термообработки (обычный отжиг и отжиг током) для обоих образцов показаны на рисунке 41. Образцы в исходном виде и после

термообработки (термический отжиг при 300 °С и токовый отжиг до 90 мА) продемонстрировали сплошное широкое гало, что типично для аморфного состояния. Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что термообработка при температурах ниже температуры кристаллизации (для данного состава  $T_{cr} = 736$  K) не приводит к структурным изменениям, и даже длительный отжиг при  $Tan \ll Tcr$  не приводит к значительным изменениям в структуре исследуемых образцов.



Рисунок 41 – Рентгенограмма аморфных ферромагнитных микропроводов Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> до и после термообработки током 80 мА в течение 60 минут.

На рисунке 41 приведены рентгенограммы для исходного образца (до отжига) и прошедшего токовый отжиг при 80 мА в течение 60 минут. Видно, что изменения аморфного состояния не происходит. Отметим, что рентгенограммы, полученные для образцов после термического отжига при температуре 300 °C и после отжига током 80 мА в течение 60 минут имеют идентичный вид.

Для выявления возможных фазовых переходов была проведена дифференциальная сканирующая калориметрия, с помощью которой были определены характерные температуры: температура начала кристаллизации ( $T_{cr} = 736$  К) и температура Кюри перехода в парамагнитное состояние ( $T_c = 637$  К) (рис. 42). Исследование кривых ДСК показывает, что оба типа проводов имеют, в основном, аморфную структуру, а их кристаллизация проходит в два этапа. При этом на графиках для образца большего диаметра ( $N_2$ ) в области кристаллизации наблюдаются два широких пика, что свидетельствует о его частичной (около 15%) кристаллизации в исходном состоянии.



Рисунок 42 - Дифференциальная сканирующая калориметрия аморфных ферромагнитных микропроводов Со<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> в исходном виде

Измерения магнитострикции для образца №1 дали почти нулевые (но отрицательные) значения  $\lambda_s = -1.68 \cdot 10^{-8}$ . Константа магнитострикции для образца №2 была положительной

и значительно выше:  $\lambda_s = 2 \cdot 10^{-6}$ . Такое увеличение магнитострикции объяснялось частичной кристаллизацией, выявленной по сравнительному анализу кривых ДСК.

ДСК анализ образцов после термообработки током ( $I_{an} < 100 \ mA$ ) и также показал, что кривые имеют два четких пика, которые соответствуют двум стадиям кристаллизации, и отжиг в вышеупомянутых условиях не приводит к значительным изменениям фазового состава (рис. 43). Значение температура Кюри, определенной из кривых ДСК, составляет Tc = 364°C и незначительно увеличивается после отжига (примерно на 0,5 %). Значение Tc для сплавов на основе Co-Fe-Si-B обычно лежит в диапазоне 400 °C. Заниженное значение Tc для исследуемых образцов связанно с наличием *Cr* [178]. С другой стороны, наличие *Cr* приводить к стабилизации аморфного состояния до более высоких температур.



Рисунок 43 – Дифференциальная сканирующая калориметрия аморфных ферромагнитных микропроводов Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> (образец №1) до и после термообработки током 80 мА в течение 60 минут.

Так как отжиг в присутствие магнитного поля приводит к магнитному упорядочению атомов (ближний порядок), то был проведен анализ с помощью просвечивающего сканирующего микроскопа высокого разрешения (HRTEM) с целю возможного прямого обнаружения изменений в микроструктуре исследуемых образцов. HRTEM изображения микропроводов, отожжённых током ( $I_{an} < 90 \text{ mA}$ ), приведены на рисунке 44 и не показывают никаких признаков кристаллизации или наличия упорядоченных областей. Дифракционная картина отожжённых образцов имеет широкие диффузные кольца, характерные для аморфных материалов. Результаты ПЭМ также подтвердили, что после отжига при температуре 300 °С и отжига током с плотностью до 185 A/mm<sup>2</sup> не обнаруживается наличие кристаллических фаз.



Рисунок 44 – Просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения (HRTEM) аморфных ферромагнитных микропроводов (образец №1), отожженых при 60 мА (максимальная наведенная анизотропия) и 80 мА (анизотропия не навелась, так как  $T_{an} > T_c$ ). Прямые изображения на (**a** и **d**), дифракционная картинка на (**b** и **e**) и обратное преобразование Фурье + Bandpass фильтр на (**c** и **f**).

#### 3.3 Влияние токового отжига на наведенную анизотропию и магнитострикции

На рисунке 45 приведено влияние растягивающего напряжения ( $\sigma_{ex}$ ) на поведение процессов перемагничивания и зависимость поля насыщения  $H_s$  от  $\sigma_{ex}$ , рассчитанная по петлям

гистерезиса для различных напряжений. В исходном виде без нагрузки петля гистерезиса образцов имеют прямоугольную форму и начинает наклоняться при достаточно больших напряжениях ( $\sigma_{ex} > 450 MPa$ ).



Рисунок 45 – Влияние растягивающего напряжения на петлю гистерезиса (а) и зависимость поля насыщения  $H_s$  от  $\sigma_{ex}$  (рассчитанное по формуле 16) для аморфного Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> микропровода в стеклянной оболочке в исходном виде. Полученные параметры:  $\lambda_s(\sigma_{ex} = 0) = -1.63 \cdot 10^{-8}$ ;  $B = 0.87 \cdot 10^{-10}/MPa$ 

Поперечную магнитную анизотропию оценивали, определяя работу по намагничиванию, которая может быть найдена с помощью петель гистерезиса как:

$$\Delta W = \int_{0}^{M_s} H dM \tag{15},$$

где интегрирование выполняется с использованием спадающей кривой намагничивания.

Значение константы магнитострикции также оценивали по петлям гистерезиса, измеренным при разных значениях растягивающего напряжения  $\sigma_{ex}$  с учетом изменения поля насыщения  $H_s$  для разных  $\sigma_{ex}$  и аппроксимации  $H_s$  как:

$$H_s = H_{s0} + A_1 \sigma_{ex} + A_2 \sigma_{ex}^2$$
(16)

Параметры подгонки  $A_1, A_2$  в (16) использовались для расчета магнитострикции  $\lambda_s$  и ее возможной зависимости от растягивающего напряжения:

$$\lambda_s = \lambda_{s0} - B(\sigma_{in} + \sigma_{ex}) \tag{17}$$

как следствие:

$$\lambda_s(\sigma_{ex}=0) = -\frac{A_1\mu_0 M_s}{3} \tag{18}$$

$$B = \frac{A_2 \mu_0 M_s}{3} \tag{19}$$

Если при приложении растягивающего напряжения форма петли гистерезиса остается прямоугольной и применение  $\sigma_{ex}$  приводит только к изменению коэрцитивной силы, этот метод не работает, поскольку нет прямой корреляции между коэрцитивной силой и растягивающими напряжениями. В этом случае  $\lambda_s(\sigma_{ex} = 0)$  можно определить из дополнительных измерений, таких как метод малоуглового вращения намагниченности (SAMR) [20, 122, 179].

Используя уравнения (16)-(18) были определены константы магнитострикции. Для образца в исходном виде магнитострикция оказывается близкой к нулю, но отрицательна:

 $\lambda_s(\sigma_{ex} = 0) = -1.63 \cdot 10^{-8}$ . Наличие аксиальной анизотропии в этих образцах может быть связанно с образованием кристаллических кластеров *Co*. Зависимость магнитной анизотропии от состава в исходном виде для аморфных сплавов на основе (Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>) была исследована в работе [180] и было замечено, что для сплавов с высоким содержанием Co (x> 0,8) магнитная анизотропия имеет дополнительный вклад, не связанный с внутренними напряжениями. Дополнительный вклад в анизотропии объяснялся наличием кристаллов ГЦК *Co*, которые может сосуществовать с аморфным *Co*. Так как магнитокристаллическая анизотропия ГЦК *Co* является большим ( $K = 4.2 \cdot 10^6 \ erg/cm^3$ ), то кристаллическая текстура *Co* может вносить вклад в общую анизотропию исходных образцов.

Вычисленное значение коэффициента *B* ( $0.87 \cdot 10^{-10}/MPa$ ) из зависимости  $\lambda_s(\sigma_{ex})$  находится в пределе значений, опубликованных в [181-182]. Для преодоления осевой анизотропии и отклонения намагниченности от оси проволоки необходимо достаточно сильное внешнее напряжение.

#### 3.4 Наведенная током анизотропия

На рисунке 46 показана трансформация петли гистерезиса образца, отожжённого током 50 мА в течение 30 минут. В исходном виде петля гистерезиса имела прямоугольную форму, что свидетельствует о наличие аксиального типа анизотропии. После отжига током петли гистерезиса становятся наклонными, при этом остаточная намагниченность  $(M_r)$  и коэрцитивности  $(H_c)$  значительно уменьшаются. Это указывает на то, что происходит разворот лёгкой оси анизотропии к циркулярному направлению. Значительное уменьшение  $M_r$   $(M_r/M_s < 0.15$  свидетельствует, что такая анизотропия наводится в большей части провода.



Рисунок 46 - Влияние токового отжига на форму петель гистерезиса аморфных микропроводов состава Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub>. Для сравнения представлены петли гистерезиса провода в исходном виде и после отжига током 50 мА в течение 30 минут.

Влияние времени отжига  $t_{an}$  на значение остаточной намагниченности  $M_r$  при силе тока отжига 50 мА показано на рисунке 47.  $M_r$  с увеличением времени уменьшается и достигает своего минимального значения при  $t_{an} = 30 \ min$ , дальнейшее увеличение времени отжига приводит к небольшому увеличению  $M_r$ . Такое увеличение  $M_r$  может быть связано с одновременным изменением значения магнитострикции во время отжига. После отжига в течение 60 минут достигается равновесное состояние и дальнейшее увеличение времени отжига  $t_{an} > 60 \ min$  не приводит к заметным изменениям в значения в значение  $M_r$ .



Рисунок 47 – Влияние времени отжига (током 50 мА) на значение остаточной намагниченности  $M_r/M_s$  аморфного Со<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода

Для более подробного изучения влияния токового отжига на магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов было исследовано влияние силы тока на поведение петель гистерезиса. Как показано на рисунке 48 отжиг током до  $I_a = 60 \, mA$  наводит анизотропию циркулярного типа в проводах с исходно аксиальным типом анизотропии.



Рисунок 48 – Петли гистерезиса аморфного Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода после токового отжига при разных значениях тока  $I_a = 40 - 60 \ mA$ 

При более высоких значениях тока  $I_{an} = 70 - 80 \, mA$  отжиг не приводит к изменению формы петли гистерезиса. Наблюдается только некоторое уменьшение коэрцитивной силы (рис. 49) по сравнению с исходными образцами.



Рисунок 49 – Петли гистерезиса аморфного Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода после токового отжига при разных значениях тока  $I_{an} = 70, 80, 90 mA$ .

Отжиг током 70 мА соответствует температуре 350 °С, которая очень близка к температуре Кюри образца. При таких токах значение наведенной анизотропии очень мало.

При отжиге током  $I_{an} = 80 \ mA$  температура отжига уже выше  $T_c$ , соответственно, наведенная анизотропия не формируется, и петли гистерезиса имеют идеальную прямоугольную форму. Интересно заметить, что при отжиге током больше 90 мА происходит резкое изменение в поведении петель гистерезиса и они снова становятся наклонными (рис. 50). Такое изменение связанно с изменением знака константы магнитострикции (от положительного к отрицательному) и частичной кристаллизации образцов.



Рисунок 50 – Петли гистерезиса аморфного Со<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода после токового отжига при  $I_{an} \sim 90 \ mA$ 

Влияние режимов отжига (сила тока) на остаточную намагниченность  $M_r$  и на наведенную анизотропию, которая характеризуется работой по намагничиванию (фор. 15), продемонстрировано на рисунках 51 и 52, соответственно.



Рисунок 51 – Зависимость остаточной намагниченности  $M_r/M_s$  аморфного Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub>

В<sub>11</sub> Сг<sub>3</sub> микропровода от силы тока при отжиге в течение 60 минут.

Минимальные значения  $M_r$  и максимальные значения наведенной анизотропии соответствуют отжигу при силе тока в диапазоне 50-60 мА. Показано, что процесс наведенной анизотропии является обратимым. Поэтому, микропровода отожженные током 70 мА в течение 60 минут и повторно отожженные током 60 мА (также, отожженные 65 мА и повторно 55 мА) восстанавливают свои предыдущие высокие значение наведенной анизотропии (рис. 51). Такое поведение показывает, что основным механизмом формирования наведенной анизотропии является изменение топологического и химического ближнего порядка за счет упорядочения пар магнитных атомов магнитным полем при отжиге.



Рисунок 52 – Влияние силы тока при отжиге на работу по намагничиванию *W*/*W*<sub>max</sub> (*W*<sub>max</sub>- работа по намагничиванию, вычисленная из петель гистерезиса Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> микропровода, отожженного при 90 мА в течение 60 минут.

#### 3.5 Анализ статической намагниченности

Для анализа магнитной структуры в аморфных проводах с учетом различных напряжений может быть предложена следующая модель. Предполагается, что в проводе имеются осевые напряжения растяжения или сжатия  $\sigma_a = \sigma_i + \sigma_{ex}$ , где  $\sigma_i$  – внутренние напряжения, возникающие в процессе быстрого затвердевания аморфного сплава. Также предполагается

наличие внутренних скручивающих напряжений, которые соответствуют воздействию растяжения и сжатия  $\pm \sigma_t$ , направленных перпендикулярно друг другу и под углом в 45° по отношению к оси провода. Именно наличие скручивающих растяжений позволяет ввести понятие обобщенной циркулярной магнитной анизотропии и описать с ее помощью возможный переход от осевой к циркулярной анизотропии под действием внешних растяжений. Магнитная энергия  $U_m$  записывается в виде

$$U_m = -K\cos^2\theta - \frac{3}{2}\lambda\sigma_a\cos^2\theta - \frac{3}{2}\lambda_s\sigma_t\left[\cos^2\left(\theta - \frac{\pi}{4}\right) - \cos^2\left(\theta + \frac{\pi}{4}\right)\right].$$
 (20)

Здесь K – константа одноосной анизотропии, которая не связана с магнитострикционными взаимодействиями,  $\theta$  – угол между намагниченностью и осью провода,  $\lambda_s$  – константа магнитострикции, которая для аморфных сплавов может существенно зависеть от растягивающих напряжений [179, 183-184]:

$$\lambda(\sigma_{ex}) = \lambda(0) - \beta \sigma_{ex}.$$
(21)

Параметр  $\beta$  находится в пределах  $(1-6) \cdot 10^{-10}$  МПа<sup>-1</sup>. Аналогичные эффекты зависимости магнитострикции от механических напряжений были обнаружены в нанокристаллических сплавах [185].

После несложных преобразований выражение (20) можно записать в виде, характерном для одноосной анизотропии:

$$U_m = -\left|\widetilde{K}\right| \cos^2(\alpha - \theta),\tag{22}$$

где  $\alpha$  – угол наклона легкой оси анизотропии к оси провода,  $\widetilde{K}$  – эквивалентная константа одноосной анизотропии:

$$\widetilde{K} = \frac{K + (3/2)\lambda_s \sigma_a}{\cos(2\widetilde{\alpha})}, \quad \widetilde{\alpha} = \frac{1}{2} \operatorname{arctg} \frac{3|\lambda_s \sigma_t|}{|K + (3/2)\lambda_s \sigma_a|}, \tag{23}$$

Угол *α* в уравнении (22) определяется следующим образом:

a) 
$$K + (3/2)\lambda_s \sigma_a > 0$$
,  $\alpha = \tilde{\alpha}$ ,  
b) $K + (3/2)\lambda_s \sigma_a = 0$ ,  $\alpha = 45^\circ$ ,  $\tilde{K} = 3\lambda\sigma_t$ , (24)  
c) $K + (3/2)\lambda_s \sigma_a < 0$ ,  $\alpha = 90^\circ - \tilde{\alpha}$ .

При положительных значениях константы магнитной анизотропии *K* и магнитострикции  $\lambda_s$  угол  $\alpha < 45^\circ$ , и легкая ось анизотропии близка к оси провода, если  $\sigma_i > \sigma_t$ . При изменении знака магнитострикции под действием  $\sigma_{ex}$  и выполнении условия  $K - (3/2)\lambda_s\sigma_a > 0$  легкая ось анизотропии приближается к циркулярному направлению. Одновременно с этим меняется характер кривых намагничивания: прямоугольная петля преобразуется в наклонную, область гистерезиса значительно уменьшается.

### 3.6 Влияние механических напряжений на процессы перемагничивания и константы магнитострикции

Процессы намагничивания и МИ в аморфных микропроводах во многом определяются магнитной анизотропией. Для микропроводов с аксиальной анизотропией форма петель гистерезиса имеет прямоугольную форму с малой коэрцитивной силой, как показано на рисунке 45а.

Для использования в сенсорах механических напряжений основное внимание было уделено проводам типа №1 с близким к нулю значением константы магнитострикции ( $\lambda_s$ ), в которых под действием механических напряжений происходит изменение значения магнитострикции согласно  $\lambda_s = \lambda_{s0} - B\sigma_{ex}$  ( $\sigma_{ex}$  –растягивающее напряжение,  $B = (1 - 6)10^{-10}/M\Pi a$ ). Изменение петель гистерезиса, и магнитострикции от  $\sigma_{ex}$  представлено на рисунках 45а.

Под действием растягивающего напряжений образец №1 теряет свойство бистабильности, демонстрируя наклонную петлю гистерезиса с резко уменьшенной восприимчивостью, как показано на рисунке 45а. Данное преобразование происходит по причине увеличения магнитострикционного вклада в анизотропию, который при  $\lambda_s < 0$  усиливает циркулярную анизотропию. Как показано на рисунке 53 с увеличением  $\sigma_{ex}$  значение константы магнитострикции растет по абсолютной величине.

94



Рисунок 53 - Влияние растягивающего напряжения на значение константы магнитострикцию в исходных аморфных микропроводах Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub>

Токовый отжиг аморфных ферромагнитных сплавов также влияет на их параметр магнитострикции  $\lambda_s$ , но механизмы изменения магнитострикции и индуцированной анизотропии различны. Например, значения магнитострикции  $\lambda_s$  будет изменяться в результате релаксации внутренних напряжений в соответствии с уравнением (17). Но, механизм ответственный за упорядочивание атомов во время структурной релаксации совершено другой.

Поскольку  $\lambda_s$  исходных образцов является небольшим и отрицательным, предполагается, что токовый отжиг приводить к увеличению  $\lambda_s$  в положительною область, так как при отжиге должна происходить релаксация внутренних напряжений. Это подтверждается анализом зависимости петель гистерезиса отожженных микропроводов от внешних растягивающих напряжений  $\sigma_{ex}$ , как показано на рисунке 54 при  $I_{an} = 50 \ mA$  в течение 60 минут. Влияние растягивающих напряжений  $\sigma_{ex}$  приводит сначала к повороту намагниченности по направлению к оси микропровода, поскольку магнитострикция после отжига становится положительной. Вычисленное значение константы магнитострикции  $\lambda_s$  при  $\sigma_{ex} = 0 \ mathbf{MI}$  составляет 5 · 10<sup>-8</sup>, но значение параметра *B* остается неизменным.



Рисунок 54 - Влияние растягивающего напряжения на форму петли гистерезиса (а) и зависимость поля насыщения от  $\sigma_{ex}$  (b) ( $H_s$  рассчитывается по формуле (16)) для аморфных  $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$  микропроводов после токового отжига при 50 мА в течение 60 минут. Полученные значение магнитострикции:  $\lambda_s = 5 \cdot 10^{-8}$ ,  $B = 0.87 \cdot 10^{-10} MPa^{-1}$ 

После токового отжига форма петел гистерезиса меняется от прямоугольной к наклонному. Как видно из рисунка 54а, при приложении механических нагрузок петель гистерезиса начинает меняться от наклонной формы к прямоугольному. Происходить поворот вектора намагниченности от циркулярного направления к аксиальному. Это связанно с тем, что в положительно магнитострикционных микропроводов направления наведенной стрессом анизотропия параллельно направлению приложенной нагрузки и с увеличением нагрузки вклад наведенная током анизотропия все больше уменьшается. При значении  $\sigma_{ex} \approx 500 \text{ M} \Pi a$  вклад наведенная стрессом анизотропии преобладает над наведенной током, и форма петель гистерезиса становится прямоугольной. Интересно отметить, что влияние растягивающих напряжений на поведение петель гистерезиса для значений  $\sigma_{ex} > 500$  МПа имеет обратный характер. Нагрузка  $\sigma_{ex} > 500$  Мпа достаточно для того, чтобы  $\lambda_s$  изменила знак от положительного к отрицательному, согласно формуле (17). Как известно растягивающие напряжение в проводах с  $\lambda_s < 0$  наводить анизотропию перпендикулярно направлению  $\sigma_{ex}$ . Так, в проводах, отожжённых током более 50 мА, заметное изменение петель гистерезиса начинается уже при нагрузках менее 100 МПа (сравните с рисунком 45а: для исходных проводов приложение нагрузки менее 500 МПа не приводит к значительным изменениям в поведении петли гистерезиса).



Рисунок 55 - Влияние растягивающего напряжения на формы петель гистерезиса (а) и зависимость поля насыщения от  $\sigma_{ex}$  (b) ( $H_s$  рассч. по фор. 16) аморфных Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub> микропроводов после токового отжига при 60 мА в течение 60 минут. Полученные значение магнитострикции:  $\lambda_s = 1.88 \cdot 10^{-7}, B = -3.7 \cdot 10^{-10} MPa^{-1}$ .

С увеличением силы тока при отжиге значения магнитострикции растет, а знак параметра Bменяется с положительного на отрицательный. Наряду с релаксацией внутренних напряжений также происходит релаксация микроструктура образцов, уменьшая свободный объем, приводя к изменению константы магнитострикции в сторону больших положительных значений. На рисунке 55 показан набор кривых гистерезиса для *I*<sub>an</sub> = 60 *mA* и для различных приложенных напряжений. При приложении относительно небольшого напряжения около 150 МПа форма петли гистерезиса изменяется и она становится прямоугольной. Дальнейшее увеличение  $\sigma_{ex}$  не меняет форму гистерезиса, а приводит только к увеличению коэрцитивной силы. Поэтому, хотя наведенные анизотропии после отжига током I<sub>an</sub> = 50 - 60 mA практически одинаковы, влияние напряжения на процесс намагничивания различается, что объясняется гораздо большей величиной константы  $\lambda_s = 1.88 \cdot 10^{-7}$  для  $I_{an} = 60 \ mA$ . магнитострикции: При отжиге током  $I_{an} > 70 \ mA$ циркулярная анизотропия не наводится, так как соответствующая этим токам температура больше, чем температура Кюри данных образцов, и петли гистерезиса под действием растягивающего напряжения не меняют формы, как показано на рисунке 56. Под действием  $\sigma_{ex}$  происходит только изменение коэрцитивной силы, и это не связанно напрямую с изменением константы магнитострикции. Для микропроводов, подвергнутых отжигу током I<sub>an</sub> > 70 mA, значение магнитострикции (λ<sub>s</sub>) было определено методом малоуглового константы поворота намагниченности (SAMR).



Рисунок 56 - Влияние растягивающего напряжения на формы петель гистерезиса в аморфных микропроводах Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub> после токового отжига 80 мА в течение 60 минут.

С увеличением силы тока отжига  $I_{an} \ge 90 \ mA$  значение константы магнитострикции резко меняет знак (становится отрицательной) и увеличивается по абсолютной величине. Такое предположение подтверждается поведением петель гистерезиса микропровода, отожженного при 90 мА в течение 60 минут. Как видно из рисунка 57 с увеличением нагрузки  $\sigma_{ex}$  угол наклона петли гистерезиса увеличивается. Одним из возможных механизмов такого преобразования является увеличение вклада одноионного магнитоупругого взаимодействия, который является отрицательным, в то время как двухионное взаимодействие является положительным.



Рисунок 57 - Влияние растягивающего напряжения на формы петели гистерезиса (а) и зависимость поля насыщения от  $\sigma_{ex}$  (b) ( $H_s$  рассчитывается по формуле (16)) для аморфных  $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$  микропроводов после токового отжига при 90 мА в течение 60 минут. Полученные значения магнитострикции:  $\lambda_s = -28 \cdot 10^{-8}$ ,  $B = -2.61 \cdot 10^{-10} MPa^{-1}$ .

При увеличении температуры отжига могут происходить изменения относительных параметров 1-ионной и 2-ионной связи. С другой стороны, более высокое значение  $T_{an}$  может привести к резкому снижению значения магнитострикции из-за появления нанокристаллических зерен.



Рисунок 58 – Процесс изменения параметра *В* аморфных Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub> микропроводов в результате токового отжига

Интересно отметить, что параметр *В* также меняет знак в результате токового отжига, о котором ранее не сообщалось (рис. 58).

Изменение значения константы магнитострикции при токовом отжиге суммировано на рисунке 59.



Рисунок 59 – Процесс изменения константы магнитострикции  $\lambda_s$  аморфных Со<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub> микропроводов в результате токового отжига

### 3.7 Влияние токового отжига на магнитоимпеданс в аморфных ферромагнитных микропроводах

Проведенная термообработка аморфных микропроводов позволила значительно увеличить чувствительности магнитных свойств к механическим напряжениям. Это привело к усилению влияния  $\sigma_{ex}$  на динамические магнитные свойства, в частности, на эффект магнитоимпеданса. Высокочастотный импеданс *Z* магнитно-мягкого проводника испытывает большие изменения в присутствии постоянного магнитного поля *H*. Тип зависимости *Z*(*H*) определяется направлением высокочастотного тока, протекающего через проводник, легкой оси анизотропии и направлением постоянного магнитного поля *H* [67]. Когда направления всех перечисленных параметров параллельны друг другу, то поведение МИ имеет один максимум при *H* = 0 и монотонно уменьшается с увеличением *H*. Для конфигурации, когда направление тока и *H* параллельны, а легкая ось анизотропии имеет циркулярное направление, кривая МИ

имеет минимум при H = 0 и резко увеличивается с увеличением H из-за переориентации магнитных мамонтов по направлению постоянного магнитного поля.

Это показывает, что высокая чувствительность МИ по отношению к внешним воздействиям возникает, если эти воздействия приводят к переориентации статической намагниченности. Внешние напряжения способны изменить ориентацию намагниченности, если магнитная анизотропия является «обратной» по отношению к магнитострикционной анизотропии: например, циркулярная анизотропия и небольшая положительная магнитострикция. Такая комбинация была осуществлена впервые в нашей работе.



Рисунок 60 – Относительное изменение МИ ( $\Delta Z/Z = |(Z(H) - Z(H_s))/Z(H_s)|)$  в аморфных микропроводах Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> в исходном виде и после отжига током 50 мА в течение разного периода времени

Наведенная анизотропия с помощью токового отжига, прежде всего, приводит к изменению формы кривых МИ. До отжига, кривая МИ имела один широкий центральный пик при нулевом магнитном поле, что характерно для осевой анизотропии. После отжига на кривой МИ наблюдаются два почти симметричных пика (рис. 60), в полях менее 500 А/м (менее 6 Э), что типично для циркулярной анизотропии. Для более подробной информации о влияние токового отжига на МИ исследуемых образцов было исследовано влияние параметров токового отжига, таких как: время проведения отжига и сила тока. Наибольшая чувствительность МИ по

отношению к H около 480% в поле 470 A/m достигается при отжиге током 50 мА в течение 30 минут. Такая чувствительность уже представляет значительный практический интерес и соответствует наиболее высоким значениям, которые известны из литературы для аморфных микропроводов, полученных различными методами [61, 182, 186-188]. С увеличением времени отжига амплитуда пиков уменьшается и сами пики смещаются сторону более высоких полей. Такое изменение свидетельствует как о более высокой наведенной анизотропии (по крайней мере, в поверхностном слое), так и об увеличении разброса ее легких осей. Существует также более сильное влияние магнитоупругих вкладов в общую анизотропию из-за увеличения значения константы магнитострикции. Но что еще более важно, достигнутая комбинация – почти циркулярная анизотропия и небольшая положительная магнитострикция- позволяет реализовать стресс-чувствительный МИ. Эти результаты будут обсуждаться в следующем разделе.

На рисунке 61 показано влияние силы тока при отжиге аморфных ферромагнитных микропроводов при фиксированном интервале времени 60 минут. При отжиге током, меньше 80 мА, наблюдаются 2 пика, что соответствует индуцированной циркулярной анизотропии.



Рисунок 61 – Влияние токового отжига на поведение МИ в аморфных микропроводах Co<sub>71</sub> Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> в исходном виде и после отжига током различной силы в течение 60 минут.

При  $I_{an} = 80 \ mA$  поведение МИ имеет один пик при H = 0, так как при этих токах температура провода выше, чем температура Кюри исследуемых образцов, и наведения анизотропии невозможна (сравните с кривыми гистерезиса на рис. 49). При дальнейшем увеличении тока отжига  $I_{an} > 90 \ mA$  значение магнитострикции становится отрицательным, и направление легкой анизотропии преобразуется в циркулярное благодаря связи между отрицательной магнитострикцией и внутренними растягивающими напряжениями. Соответственно, МИ показывает два пика, но при более высоких магнитных полях.

### 3.8 Влияние механических напряжений на магнитоимпеданс в проводах с наведенной анизотропией

Поведение кривых МИ при воздействии механических напряжений согласуются с процессом намагничивания проводов. В неотожжённых проводах под действием растягивающего напряжения наблюдается заметное изменение поведения МИ при  $\sigma_{ex}$  > 300 МПа, когда центральный пик расщепляется на два небольших симметричных пика (рис. 62). Весьма большие изменения наблюдаются при напряжениях выше  $\sigma_{ex}$  > 500 *MPa* вследствие значительного изменения ориентации легкой оси анизотропии (от аксиального к циркулярному направлению) за счет увеличения модуля отрицательной константы магнитострикции в соответствии с формулой (17). Эти предельные значения определяют диапазон чувствительности импеданса относительно  $\sigma_{ex}$  при H = 0. Для  $\sigma_{ex} > 600 MPa$  направление легкой оси анизотропии уже близко к циркулярному, и поэтому такие напряжения не вызывают изменения направления намагниченности и МИ.



Рисунок 62 – Зависимость действительной части импеданса в аморфном микропроводе Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> в исходном виде от напряженности внешнего магнитного поля при разных значениях растягивающего напряжения.

В отожженных проводах наблюдается немонотонное поведение МИ под действием растягивающего напряжения. На рисунках 63 и 64 показаны зависимости МИ от растягивающих напряжений после отжига током 50 мА и 60 мА, соответственно. Кривые МИ имеют минимум при H = 0, величина которого начинает увеличиваться с увеличением нагрузки. При воздействии растягивающего напряжения графики МИ существенно изменяют свою форму: кривая с двумя симметричными пиками преобразуется в кривую с одним пиком, при  $\sigma_{ex} = 280$  МПа и 115 МПа для отожжённых образцов током 50 мА и 60 мА, соответственно. Более высокие напряжения вызывают совершенно разные преобразования на графиках МИ для этих случаев. Увеличение растягивающего напряжения  $\sigma_{ex} > 300$  МПа приводит к смене знака магнитострикци (согласно формуле (17)) и вызывает обратную тенденцию преобразования поведения МИ (для отжига током 50 мА), что хорошо согласуется с изменениями характера анизотропии и вида петель гистерезиса, приведенных на рисунке 45а для исходных проводов.



Рисунок 63 – Зависимость действительной части импеданса в аморфном микропроводе Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> после токового отжига 50 мА в течение 60 минут от напряженности внешнего магнитного поля при разных значениях растягивающего напряжения.

В случае с проводов, отожженных током 60 мА, знак магнитострикции не меняется, а значения непрерывно увеличиваются с увеличением  $\sigma_{ex}$  (рис. 19). При знчениях нагрузки больше  $\sigma_{ex} = 115$  МПа форма кривых МИ не изменяется и остается с одним пиком при H = 0. С увеличением нагрузки пик становится только шире, что указывает на более сильную осевую анизотропию.



Рисунок 64 – Зависимость действительной части импеданса в аморфном микропроводе Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> после токового отжига 60 мА в течение 60 минут от напряженности внешнего магнитного поля при разных значениях растягивающего напряжения.

На рисунке 65 суммированы влияние растягивающих напряжений на МИ при нулевом магнитном поле и значение константы магнитострикции проводов в исходном виде и после токового отжига при 50 мА и 60 мА в течение 60 минут. Во всех случаях происходить большое изменение импеданса, когда приложенное напряжение вызывает изменения в орентации намагниченности. В исходных образцах с аксиальной анизотропией (рис. 65а) необходимы относительно большие  $\sigma_{ex}$  и отрицательная магнитострикция для достижения большого изменения МИ при H = 0, чувствительность в этом случае составляет 73% на 100 МПа в диапазоне 340-520 МПа. В случае отожженных проводов с наведенной циркулярной анизотропией и положительной магнитострикцией МИ при H = 0 сначала увеличивается с увеличением  $\sigma_{ex}$  (рис. 65b). Для отожженных током  $I_{an} = 50 \ mA$  образцов, относительное изменение МИ при H = 0 составляет более 70% на 100 МПа при нагрузках  $\sigma_{ex} < 280$  МПа.

Более высокие напряжения приводят к уменьшению импеданса, когда магнитострикция уменьшается и становится отрицательной. В диапазоне  $280 < \sigma_{ex} < 680 MPa$  чувствительность МИ при H = 0 также составляет 70% на 100 МПа. Самая высокая чувствительность МИ к растягивающим напряжениям была получена при отжиге током  $I_{an} = 60 \ mA$ , вследствие оптимальной магнитострикции (рис. 65с). Чувствительность при нагрузках меньше 115 МПа равна 162% на 100 МПа. Для более высоких значений  $\sigma_{ex}$  изменения МИ малы.





Рисунок 65 – Зависимость действительной части импеданса при H = 0 в аморфном микропроводе Co<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>B<sub>11</sub>Si<sub>10</sub>Cr<sub>3</sub> при разных значениях растягивающего напряжения: в исходном виде (а), после токового отжига 50 мA (b) и 60 мA (c) в течение 60 минут.

Следовательно, сочетание наведенной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции позволяет реализовать стресс-чувствительный МИ. В результате, в проводах после токового отжига достигнуто рекордное значение чувствительности к внешним механическим напряжениям в отсутствии магнитного поля, которое превышает 160 % при нагрузках  $\sigma_{ex} < 115$  МПа, причем это реализуется без использования дополнительных магнитных полей (или токов) смещения.

Следует отметить, что термостабильность образцов после токового отжига сильно выросла, и в индустриальном температурном диапазоне (20-85 °C) почти не наблюдаются изменения ни в поведении петель гистерезиса, ни кривых МИ.

## 3.9 Генерация высших гармоник. Зависимость амплитуд гармоник от механического напряжения

При перемагничивании бистабильных микропроводов генерируется узкий сигнал напряжения, имеющий в спектре гармоники высоких порядков. Амплитуда гармоник может зависеть от внешних параметров, таких как деформация, механическое напряжение, температура. Следовательно, подобные провода, установленные на поверхности изделий либо размещенные внутри материалов, могут использоваться в качестве датчиков с дистанционным опросом. Можно было бы предположить, что при наличии зависимости коэрцитивности от внешних факторов, амплитуды высших гармоник также должны бы были показывать аналогичные зависимости. Однако, как показывает опыт, гармонический спектр слабо зависит от величины коэрцитивности и определяется типом кривых квазистатического намагничивания.

Как видно из рисунка 66а, большие изменения в гармоническом спектре под действием механических напряжений наблюдаются для образца № 1 уже в исходном состоянии. Так, под действием нагрузки в 485 МПа амплитуда 3-й гармоники изменяется в 3 раза, а амплитуда 5-й гармоники – в 4 раза. Такое поведение обусловлено изменением типа кривых намагничивания при изменении знака магнитострикции. После термического отжига (при  $T_{ann} = 300$  °C) кривые намагничивания слабо изменяются при воздействии нагрузки, и соответственно слабо меняется гармонический спектр. Это подтверждает вывод о том, что изменение гармонического спектра проводов в аморфном состоянии обусловлено именно изменением магнитострикции под действием механических напряжений. Интересно отметить, что после термического отжига (при  $T_{ann} = 300$  °C) в спектре появляются четные гармоники, что обусловлено асимметрией
кривых намагничивания (рис. 66b). Их амплитуды пропорциональны внешним механическим напряжениям. Наиболее значительно этот эффект выражен в частично кристаллизованном микропроводе (образец № 2 после отжига), процессы перемагничивания которого обнаруживают сильную асимметрию при увеличении  $\sigma_{ex}$ .



Рисунок 66 - Зависимость амплитуды высших гармоник от приложенного растягивающего напряжения для аморфного микропровода (образец №1): а) в исходном состоянии, b) после отжига при 300 °С в течение 60 минут.

Токовый отжиг приводит к увеличению чувствительности амплитуд высших гармоник к  $\sigma_{ex}$ , причем значительные изменения возникают уже при  $\sigma_{ex} < 80$  МПа, (рис. 67а и 67b). Как видно из рисунка амплитуда 15-й гармоники, образца, отожженного током 50 мА в течение 60 минут, при приложении нагрузки до 450 МПа растет и потом начинает уменьшаться, что согласуется с поведением петель гистерезиса отожжённых проводов под действием  $\sigma_{ex}$ .

Была также изучена чувствительность отношений амплитуд гармоник к  $\sigma_{ex}$ , в частности, амплитуд 15- и 7 гармоник. Указанный параметр имеет очень высокую чувствительность к механическим напряжениям, что, как обсуждалось выше, очень важно для практических целей. Исследование влияние частоты сигнала перемагничивания на амплитуды высших гармоник показала, что при увеличении частоты, соотношение сигнал шум сильно уменьшается (рис. 68).



Рисунок 67 - Зависимость амплитуды высших гармоник от приложенного растягивающего напряжения для аморфного  $Co_{71}Fe_5Si_{10}B_{11}Cr_3$  микропровода в исходном виде а); и после токового отжига 50 мА в течение 60 минут b).

Для определение минимальной длины образца, при котором возможно детектирование амплитуд высших гармоник было проведено исследование влияние дины образца на амплитуды высших гармоник. Исследование показала, что минимальная длина образца, при котором возможно детектирование, составляет 3 мм (рис. 68)



Рисунок 68 – Зависимость амплитуды высших гармоник от длины образца для аморфного Со<sub>71</sub>Fe<sub>5</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>11</sub>Cr<sub>3</sub> микропровода в исходном

# Глава 4. Технология изготовления и конструкция бесконтактного сенсорного элемента механических напряжений и считывающего устройства

<u>В четвертой главе</u> рассмотрены технологии изготовления и конструкция бесконтактного сенсорного элемента механических напряжений и считывающего устройства.

Для создания сенсора механических напряжений было предложено использовать зависимость амплитуд высших гармоник от внешних факторов. Как выше было изложено, при перемагничивании бистабильных микропроводов генерируется узкий сигнал напряжения, включающий гармоники высоких порядков. Согласно полученным результатам, в аморфных микропроводах с малой магнитострикцией амплитуды высших гармоник зависят от внешних воздействий, включая механические нагрузки. Эта зависимость усиливается в результате токового отжига. Такие сенсорные элементы могут использоваться в качестве чувствительных элементов к механическим напряжениям внутри конструкций, изготовленных из различных материалов. Изменения в индуктивном спектре гармоник могут представлять информацию о состоянии деформаций или механических напряжений внутри материалов, что трудно измерить иными способами.

## 4.1 Особенности построения датчиков с применением аморфных микропроводов

Датчик механических напряжений, как и другие датчики, состоит из чувствительного элемента (ЧЭ) и вспомогательного устройства (рис. 69). ЧЭ преобразует величину измеряемого воздействия на сенсор в электрический сигнал, который пропорционален величине воздействия. Согласующее устройство, в свою очередь, обеспечивает согласование работы чувствительного элемента, стабилизацию режимов работы датчика и вывод информации пользователю. Оно может состоять из одной аналоговой части или из совмещённой аналогово-цифровой части.



Рисунок 69 – Структурная блок-схема измерительного комплекса с ЧЭ.

### 4.2 Измерительный комплекс

Измерительный комплекс — это совокупность электронных устройств и элементов конструкций, позволяющий проводить бесконтактный контроль величины механических напряжений в заранее определенных областях несущих конструкций зданий и сооружений, с целью предупреждения и предотвращения их разрушения.

### 4.3 Устройство и принцип работы комплекса

Функционально измерительный комплекс состоит из чувствительного элемента и считывающего устройств, работающих на не большом расстоянии друг от друга. Чувствительный элемент преобразует измеряемый параметр (механические напряжения) в электромагнитный сигнал для последующей обработки в считывающем устройстве. Считывающее устройство получает сигнал от чувствительного элемента, преобразует его и проводит математическую обработку, после чего передаёт данные пользователю.

На рисунке 70 условно показаны основные элементы измерительного комплекса

112



Рисунок 70 - основные элементы измерительного комплекса. 1-чувствительный элемент, 2-тело контролируемой конструкции, 3-считывающее устройство, 4-электромагнитные катушки, 5-электрохимический источник тока, 6-преобразующее устройство, 7-дисплей с устройством ввода.

Чувствительные элементы могут быть интегрированы в элементы конструкций и располагаются непосредственно в точке контроля физического параметра (механического напряжения). Для разработанного датчика расстояние от электромагнитной катушки считывающего устройства до чувствительного элемента не превышает 40 мм. При попадании чувствительного элемента в область магнитного излучения считывающего устройства чувствительный элемент при воздействии внешнего переменного магнитного поля начинает генерировать гармонический сигнал высших порядков, который регестрируется детектором считывающего устройства.

### 4.3.1 Чувствительный элемент

Чувствительный элемент располагается непосредственно в точке контроля физического параметра (механического напряжения) и служит для преобразования величины механического напряжения в величину электромагнитного сигнала.

Чувствительным элементом датчика является микропровод состава  $Co_{71}$  Fe<sub>5</sub> Si<sub>10</sub> B<sub>11</sub> Cr<sub>3</sub> в исходном виде и прошедший термообработку токовым отжигом при плотности тока от 90 A/мм<sup>2</sup>

до 185 А/мм<sup>2</sup>, что соответствовало температурам отжига в интервале 200 - 450 °C, длительность отжига составляет от 5 до 60 минут.

Длина провода выбирается от 5 до 30 мм в зависимости от параметров среды во время интеграции. На ЧЭ наносится оболочка из полиуретана с толщиной от 10 до 100 мкм после проведения токового отжига. После нанесения полиуретана микропровода просушиваются в инфракрасной печи при температуре 90 – 100 °C.

### 4.3.2 Считывающее устройство

Считывающее устройство состоит из электромагнитных катушек, электрохимического источника тока, преобразующего устройства, дисплея с устройством ввода (рис. 70). Область сканирования зависит от типа электромагнитных катушек и образует пятно диаметром от 10 до 50 мм.

При разработке технологий и конструкции необходимо обеспечивать не только высокие технические показателей, такие как чувствительность, энергопотребление, линейность, но и хорошие технологические (высокий процент выхода годных, простая технология массового производства) и экономических (малая себестоимость) показателей.

Электромагнитные катушки состоят из двух пар последовательно включенных катушек, выполненных на печатной плате. Печатная плата двусторонняя или многослойная толщиной не менее 3 мм. Включение катушек подмагничивания - последовательное «начало-конец», включение детектирующих катушек - последовательное «конец-конец» (рис. 71). Катушки располагаются попарно по обеим сторонам платы. Ширина печатного проводника и количество витков подмагничивающих катушек определяет максимальный ток и величину магнитного поля. Количество витков детектирующих катушек и расстояние между ними влияет на чувствительность. В случае многослойной печатной платы катушки включаются в соответствии с рисунком 72. Слои 2 и 3 необходимо расположить на расстоянии не менее 2 мм, а расстояние между слоями 1 и 2, а также 3 и 4 не должно превышать 0,5 мм



Рисунок 71 - схема включения катушек, а)- подмагничивающие, б)- детектирующие.



Рисунок 72 - схема включения катушек на двусторонней печатной плате, а- подмагничивающих, б- детекторных.

Конструкция интегрированных друг в друга катушек на печатной плате обеспечивает максимальную симметрию, что снижает паразитную ЭДС в детектирующей части, а также минимальную паразитную ёмкость и индуктивность, что позволяет работать на частотах до нескольких МГц (использовалась частота 1 МГц).

Частота (Hz)	U(11) mV 11-я гармоника	Частота (Hz)	U(13) mV 13-я гармоника	Частота (Hz)	U(115) mV 15-я гармоника
136	59	115	54	100	55
454	152	384	150	333	154
1363	368	1153	364	1000	356
4545	609	3846	594	3333	578

Таблица 3. Зависимость амплитуды гармоник от частоты подмагничивающей катушки

Для увеличения магнитных полей в варианте катушек на двусторонней печатной плате с целью уменьшения сопротивления подмагничивающей катушки может применяться гальваническое осаждение меди в открытую маску проводника подмагничивающей катушки.

Преобразующее устройство формирует сигнал возбуждения, усиливает и преобразует аналоговый сигнал от детектирующих катушек, формирует информацию для вывода на дисплей. Блок-схема преобразующего устройства показана на рисунке 73.



Рисунок 73 – Блок-схема преобразующего устройства.

Микроконтроллер при помощи встроенного цифро-аналогового преобразователя (ЦАП) и усилителя мощности управляет переменным магнитным полем, которое намагничивает чувствительный элемент. 12-ти битный ЦАП обеспечивает коэффициент нелинейности не более 0,5%. Сигнал от детекторных катушек и через операционный усилитель поступает в быстрый аналогово-цифровой преобразователь (АЦП), оцифрованный сигнал микроконтроллер раскладывает в ряд Фурье, из которого в дальнейшую обработку передаются 13-ая и 15-ая порядковые составляющие. Разложение в ряд Фурье в реальном времени возможно при условии микроконтроллеров применения высокопроизводительных (например STM32). B диссертационной работе был приведен обзор микроконтроллеров и обоснование сделанного выбора. Поправка на расстояние до чувствительного элемента осуществляется за счёт вычисления разницы между ними. Далее по 15-ой гармонике происходит вычисление величины нагрузки механического воздействия на чувствительный элемент. Обработанные данные поступают для отображения на дисплей.

#### 4.4 Обзор микроконтроллеров

Сегодня рынок микроконтроллеров (МК) насыщен различными моделями, способными удовлетворить любые требования. И на рынке постоянно появляются новые МК, технические параметры которых постоянно совершенствуются, технологии производства постоянно улучшаются, а габариты сокращаются. Среди лидеров рынка можно выделить Texas Instruments с линейкой MPS430, Atmel с линейкой ATmega, ST Microelectronics с линейкой STM32.

В разрабатываемом устройстве микроконтроллер является основой, он оцифровывает аналоговый сигнал от детектирующих катушек, формирует аналоговый сигнал для генерирования магнитного поля, выполняет математические вычисления для определения величины механических напряжений, формирует поток данных для отображения на дисплее.

Texas Instruments является одним из самых крупных поставщиков электронных компонентов в мире. Значительную часть составляют микроконтроллеры семейства MSP430. Невысокая стоимость, низкое энергопотребление, широкий набор встроенных периферийных устройств позволили MSP430 занять лидирующие позиции на рынке систем на кристалле.

В продолжение линейки MPS430, компания Texas Instruments выпустила новое семейство MSP430F2013.

Особенности семейства MSP430F20xx.

- производительность до 16 MIPS;
- быстрый запуск системы тактирования из <спящего> режима менее 1 мкс;
- точный модуль встроенного тактового генератора 2,5%

- энергопотребление: в режиме RTC менее 0,8 мкА, в активном режиме 200 мкА/MIPS;

- миниатюрный 14-выводной корпус QFN (4 х 4 мм), TSSOP, PDIP;
- напряжение питания 1,8...3,6 B;
- напряжение внутрисхемного программирования 2,2 В;
- флэш-память 2 Кбайта, ОЗУ 128 байт;

- 10-разрядный АЦП,

-16-разрядный сигма-дельта АЦП;

- универсальный последовательный интерфейс USI.

Микросхема	Память	ОЗУ, байт	Аналоговая	Термодатчик	Цена
	программ, кБ		периферия		
MSP430F2001	1	128	компаратор	нет	69 p.
MSP430F2011	2	128	компаратор	нет	170 p.
MSP430F2002	1	128	АЦП 10 бит	есть	290 p.
MSP430F2012	2	128	АЦП 10 бит	есть	380 p.
MSP430F2003	1	128	АЦП 16 бит	есть	400 p.
MSP430F2013	2	128	АЦП 16 бит	есть	440 p.

Таблица 4. Параметры некоторых микросхем

Микроконтроллеры AVR имеют развитую систему команд, насчитывающую до 133 инструкций, производительность, приближающуюся к 1 MIPS/MГц обеспечения и средств поддержки разработки. Atmel предлагает много бесплатных программных продуктов. А так же огромный выбор микроконтроллеров под любые цели и задачи способен удовлетворить любые запросы.

### Наиболее популярные семейства:

*tinyAVR(ATtiny...):* Флеш-память до 16 Кб; SRAM до 512 б; EEPROM до 512 б;
Число портов ввода-вывода 4-18 (количество выводов микроконтроллера 6-32);
Ограниченный набор периферийных устройств.

•*megaAVR(ATmega...):* Флеш-память до 256 Кб; SRAM до 16 Кб; EEPROM до 4 Кб; Число портов ввода-вывода 23-86 (количество выводов микроконтроллера 28-100); Аппаратный умножитель; Расширенная система команд и периферийных устройств.

•*XMEGAAVR (ATxmega):* Флеш-память до 384 Кб; SRAM до 32 Кб; EEPROM до 4 Кб; Четырёхканальный DMA-контроллер; Инновационная система обработки событий.

### **ST Microelectronics**

Самый молодой на рынке микроконтроллеров производитель – с 2008 года и сразу пробился в тройку лидеров. Основными преимуществами является единообразие, позволяющее перенести без усилий проект с STM8 на STM32 в отличии от, например, AVR имеющих 3 семейства без парирования проектов. Также, STM поддерживает множество сред разработки, а так же имеет собственную среду разработки и отладки и среду генерирования проектов. STMCube позволяет значительно ускорить разработки, поскольку сама программа после простой настройки генерирует необходимый код. Внутри себя микроконтроллер имеет Гарвардскую архитектуру, но с точки зрения программиста он фон-Неймановский. Что значительно упрощает использование языка С по сравнению с другими микроконтроллерами. Периферия STM немного отличается от конкурентов в лучшую сторону. Прежде всего, не все ноги контроллера равны. Альтернативные функции выводов переключаются специальной битовой картой, а не как у Atmel — каждый вывод может иметь следующие состояния: плавающий вход; вход, подтянутый к питанию; выход с открытым коллектором; обычный выход; выход с пониженной скоростью.

Так же нужно отметить, что большое количество интерфейсов и их разнообразие является огромным достоинством данных микроконтроллеров. Еще одним плюсом в сторону STM32 является наличие библиотеки встроенной периферии, которая позволяет быстро писать свои пользовательские библиотеки с минимальными трудозатратами, а также 32-разрядность ядра в отличии от его конкурентов. Еще одним не маловажным фактом является то, что вычислительная производительность микроконтроллеров STM32 самая высокая среди конкурентов и равна 1,25 MIPs/MHz.

119



### Выбор микроконтроллера.

После проведенного обзора исходя из технических преимуществ был выбран STM32 производителя ST Microelectronics. Для реализации проекта необходима высокая производительность, наличие высокоскоростных аналогово-цифрового и цифро-аналогового преобразователей, а также наличие интерфейса USB и интерфейса дисплея. В таблице 5 приведены краткие характеристики наиболее подходящих микроконтроллеров серии STM32.

Ранее было отмечено, что частота возбуждения равна 500Гц, а интересующие измеряемые гармоники соответствуют 13-ой и 15-ой. Учитывая исходные данные и теорему Котельникова, минимальная частота оцифровки должна быть не менее 30000 отчётов в секунду. Однако, для получения более точных данных после интегрирования оцифрованных данных необходим 20-и кратный запас скорости работы АЦП.

Модель	АЦП	ЦАП	Цифровые	Ядро,	Память	цена
			интерфейсы	максимальная	программ	
				частота ядра		
STM32F103VET6	ЗАЦП 12бит	2ЦАП	UART, SPI,	Cortex-M3,	512K	250p.
	п/пр.*	12бит	CAN, I2C,	72MHz		
			USB			
STM32F373VCT6	1АШП 12бит	ЗШАП	UART. SPI.	Cortex-M4.	256K	350p.
	п/пр.* ЗАШП	12бит	CAN. I2C.	72MHz		1
	16бит с/лп *		USB HDMI			
	1001110/201					
STM32L471ZGT6	ЗАЦП 12бит	2ЦАП	UART, SPI,	Cortex-M4,	1024K	1700p.
	п/пр.*	12бит	CAN, I2C,	80MHz		
	5Mana		USB, 1-W			
	5141505					
STM32F407VGT6	ЗАЦП 12бит	2ЦАП	UART, SPI,	Cortex-M4,	1024K	620p.
	п/пр.*	12бит	CAN, I2C,	168MHz		
	7Mana		USB, LCD,			
	/wisps		IrDa			
	24100125				20.401	710
STM32F427VI16	ЗАЦП 126ит	2ЦАП	UART, SPI,	Cortex-M4,	2048K	710p.
	п/пр.*	12бит	CAN, I2C,	180MHz		
	7Msps		USB, LCD-			
	-		tft, IrDa			
STM32M779VIT6	ЗАЦП 12бит	2ЦАП	UART, SPI,	Cortex-M7,	2048K	950p.
	п/пр.*	12бит	CAN, I2C,	216MHz		
	1		USB, LCD-			
	7Msps		tft. IrDa			
			,			

Из приведенного обзора видно, что микроконтроллеры серий STM32F4 и STM32F7 соответствуют требованиям по скорости работы АЦП и обладают высокой тактовой частотой

ядра, которой достаточно, чтобы проводить вычисления в реальном времени. Еще одной особенностью является возможность увеличения скорости работы АЦП за счёт одновременной работы всех трёх АЦП на один канал.

## 4.5 Обзор операционных усилителей

В устройстве применено два операционных усилителя: входной и выходной. Входной необходим для усиления амплитуды входного сигнала, а выходной для усиления выходного тока.

Входной операционный усилитель. Амплитуда сигнала с детектирующих катушек слишком мала (не превышает 50 мВ), что бы его сразу передать на АЦП микроконтроллера для оцифровывания, её необходимо усилить. Соответственно, входной усилитель должен обладать малым уровнем шумов (не более 100 нВ/Гц<sup>1/2</sup>), граничной частотой не менее частоты выборки АЦП (не менее 6 МГц), Rail-to-Rail характеристикой усиления, малым напряжением питания (совместимым с 3,3 В).

В таблице 6 представлены операционные усилители наиболее популярных производителей (Texas Instruments, Analog Device, Microchip).

Наименование	Граничная	Напряжение	Уровень	Нелинейность	Ток	Цена,
	частота,	питания, В	шума	%	потребления,	р
	ΜΓц		нB/Гц <sup>1/2</sup>		мА	
LMV721	10	2,25,0	9	0,004	1	63
LMH6643	130	312,8	17	0,03	75	110
OPA2350	38	2,75,5	5	0,0006	5	160
AD8028	190	2,712	4.3	0.1	7	240
AD8605	10	2,75,5	8	0.01	1	43
MCP6021	10	2,55,5	9	0.005	1	80

Таблица 6 – Параметры операционных усилителей

Из приведенного обзора видно, что операционный усилитель OPA2350 обладает наименьшей нелинейностью и малым уровнем шумов, а так же большой граничной частотой.

Применение микросхемы OPA2350 позволит значительно упростить схему устройства и повысить точность измерений.

Выходной операционный усилитель. Выходной ток ЦАП ограничен величиной 10 мА, что недостаточно для питания возбуждающей катушки. Для создания необходимого магнитного поля (10 Э на расстоянии 10 мм от поверхности катушки) при сопротивлении катушки 5,5 Ом и напряжении питания 10 В необходимо обеспечить ток 1,8 А. Поскольку частоты возбуждения не превышают единиц кГц, требования к граничным частотам выходного операционного усилителя не предъявляются. В таблице 7 приведены операционные усилители, обладающие большим выходным током.

Наименование	Напряжение	Выходной ток, А	Нелинейность,	Цена, р
	питания, В		%	
LM675T	$\pm 8\pm 30$	3	0.1	300
OPA544T	±10±30	2	1	1050
LM1875	±8±30	4	0.1	140
TDA2050	±4.5±25	5	0.03	98
TDA2030	±6±22	3.5	0.08	150

Таблица 7 – Параметры низкочастотных операционных усилителей мощности

Наименьшей нелинейностью и максимальным выходным током, и широким диапазоном напряжений питания обладает микросхема TDA2050 производителя ST Microelectronics. Микросхема специально предназначена для работы на нагрузку от 4 до 8 Ом.

### 4.6 Обзор стабилизаторов напряжения и источников опорного напряжения

От стабильности и точности работы схемы распределения электропитания зависит стабильность и точность работы устройства в целом. Исходя из ранее выбранной элементной базы и параметров катушки подмагничивания были определены необходимые напряжения питаний и токи потреблений, представленные в таблице 8.

С целью обеспечения питания устройства выбран первичный гальванически изолированный преобразователь напряжения 220/12 с выходным напряжением 12 В и максимальным выходным током 3 А.

Таблица 8 – Напряжения питаний устройства

Обозначение	Напряжение,	Ток, А	Назначение	нестабильность
	В			
+VPP	+10	1.8	Положительное напряжение	
			питания выходного усилителя и	
			подмагничивающей катушки.	
-VPP	-10	1.8	Отрицательное напряжение	
			питания выходного усилителя и	
			подмагничивающей катушки.	
VCC	+3,3	0,15	Напряжение питания цифровой	
			части схемы.	
VCCA	+3,3	0,02	Напряжение питания аналоговой	Не хуже чем у
			части схемы. Опорное	операционного
			напряжение питания АЦП и ЦАП	усилителя

Для питания выходного усилителя и подмагничивающей катушки необходимо напряжение 10 В (положительное и отрицательное) с максимальной силой тока до 1.8 А. В таблице 9 приведен перечень линейных стабилизаторов положительного напряжения с максимальным выходным током более 2 А, регулируемым выходным напряжением необходимого диапазона и широким интервалом рабочих температур (-40С ... +125C).

Таблица 9 - линейные стабилизаторы напряжения положительной полярности

Наименование	Вхолное	Выхолной	Нестабильность.	Выхолной	Пена. р
		11	)	6.3	1 1
	напряжение, В	ток, А	%	шум, мВ (%)	
	1 ,	,		5, ()	
$I M 1085 IT_A DI$	26 29	3	0.5	(0.003)	95
LWI100511-ADJ	2.02)	5	0.5	(0.003)	))
	26 20	5	0.5	(0,002)	70
LD106411-ADJ	2.050	5	0.5	(0.005)	70
		~	0 <b>7</b>	(0,000)	1.40
LM1084IT-ADJ	2.629	5	0.5	(0.003)	140
LMS1587IS-ADI	26 13	3	0.5	(0.003)	230
	2.015	5	0.5	(0.005)	230

Из приведенного обзора наибольшим диапазоном питающих напряжений, наибольшим выходным током и наименьшей стоимостью при прочих равных параметрах обладает LD1084IT-ADJ.

Для формирования отрицательного напряжения из положительного был выбран изолированный DC/DC преобразователь FDD25-03S1 выходным напряжением 12 В и максимальным током до 2,1 А. Стабилизация выходного напряжения до -10 В осуществляется аналогично положительному напряжению.

В таблице 10 приведен обзор линейных регуляторов напряжения с фиксированным выходным напряжением +3,3В, выходным током не менее 150 мА и максимальным входным напряжением не менее 12В.

Наименование	Входное	Выходной	Нестабильность	Выходной	Цена, р
	напряжение, В	ток, А	выходного U, %	шум, мВ	
ADP3330ARTZ-3	4,712 (16)	0,2	1,4	0,047	120
ADP3303ARZ-3.3	3,612 (16)	0,2	1,4	0,05	180
MCP1702-3302	3,813,2 (14,5)	0,25	0.3	0.4	28
LP2992AIM5x-3.3	3,816	0.25	0,01	0,03	51
MIC5201-3.3	3,826	0.2	1	0.1	19

Таблица 10 - линейные регуляторы напряжения

Из приведенных параметров видно, что микросхема LP2992AIM5x-3.3 обладает достаточным выходным током для питания цифровой части устройства, а так же малым уровнем шума и высокой стабильностью выходного напряжения, что необходимо для питания аналоговой части устройства.

Включение выбранных микросхем выполнено в соответствии с их технической документацией. На основе выбранной электронной компонентной базы и предложенной ранее блок схемы была разработана электрическая принципиальная схема. Принципиальная схема устройства и топология печатной платы приведены на рисунках A1 и A2 приложения A.

### 4.7 Встроенное программное обеспечение

Разработка встроенного программного обеспечения осуществлялась в среде разработки STM Cube и KEIL на языке C, с применением готовых библиотек.

Всю программу микроконтроллера можно условно разделить на 3 функциональных блоксхемы, каждая из которых содержит набор простых операций.

Общая структура блок схемы ПО показана на рисунке 74. Сразу при подаче питания начинается загрузка микроконтроллера. По завершению загрузки программы в ОЗУ микроконтроллер «крутиться» в бесконечном цикле, «прерываясь» только на прерывания для приема данных от пользователя.

Блок-схема загрузки показана на рисунке .... Загрузка программы начинается с инициализации портов GPIO и внутренних модулей (АЦП и ЦАП). Далее микроконтроллер измеряет уровень внешнего магнитного поля после чего микроконтроллер выдает аналоговый сигнал для работы подмагничивающей катушки и считывает показания температурного датчика при помощи, встроенной в него второй катушки. Далее проводится тестирование аналоговой части схемы, по отрицательным результатам которого проводится калибровка аналоговой части, после которой происходит повторение тестирования. В случае успешного прохождения теста происходит установка последнего режима работы и вывод индикации о текущем состоянии.

Основной цикл начинается с ожидания прерывания таймера или кнопки. По прерыванию таймера или нажатию кнопки «измерение» начинается серия высокоскоростных измерений АЦП, полученные данные записываются в массив из 2048 значений. Далее следует их логический анализ, проверяется правильность установки усиления, величины шумов и внешнего постоянного магнитного поля. Если величины усиления недостаточно или избыточно, происходит перенастройка усилителя, и повторяется запись массива с новыми значениями оцифровки аналогового сигнала. В случае обнаружения высокого уровня электромагнитного шума или обнаружения постоянного магнитного поля более 10 Э происходит так же перезапуск записи массива с данными АПЦ и вывод индикации через GPIO о соответствующих внешних факторах, препятствующих процессу измерения. В случае успешного измерения данные сохраняются в массиве и далее происходит поиск экстремумов и пересчёт значений (Фурье анализ, из которого выделяются 13-я и 15-я гармоники). Далее по амплитудам гармоник происходит пересчёт в численные значения по заложенному в программу полиному 5-го

126

порядка, после чего проводится усреднение по 8-и значениям и вывод результатов пользователю. Далее происходит повторение всего цикла измерений.

Калибровка устройства происходит при помощи эталонного образца. В режиме выполнения калибровки микроконтроллер выполняет операции аналогично режиму измерений, но с дополнительным подбором и сохранением в энергонезависимой памяти калибровочных коэффициентов.



Рисунок 74 - Блок-схема принципа загрузки данных.



Рисунок 75 – Блок-схема основного цикла

### Выводы по главе

В четвертой главе рассмотрены принципы построения датчиков с использованием микропроводов, приведены конструкции чувствительного элемента и принципиальные схемы считывающего устройства, а также приведено пояснение принципа работы устройства. При разработке конструкций и схем особое внимание удалось упрощению технологии изготовления и температурной стабильности процесса измерения. Рассмотрены режимы токового отжига, которые позволяют значительно снизить температурную зависимость самого чувствительного элемента.

Проведен обзор современных электро-радио изделий, подходящих для применений в считывающем устройстве. По результатам проведенного сравнительного анализа были выбраны наиболее подходящие компоненты, построена принципиальная схема и разработана блок-схема программного обеспечения микроконтроллера. Отличительной особенностью предложенной схемы является использование микроконтроллера для управления подмагничиванием, усилением сигнала, оцифровкой и обработкой данных. Что потребовало разработки программного обеспечения микроконтроллера, входящего в состав измерительной части.

#### Заключения

1. Предложен токовый отжиг (ТО) микропроводов с удаленным контролем температуры для модификации их магнитных параметров и улучшения температурной стабильности (получен патент на изобретение (заявка №2018146148/28(077138), положительное решение от 11.04.2019). Разработанная методика отжига позволяет устанавливать нужную температуру (по отношению к температуре Кюри и температуре начала кристаллизации).

2. Проведены детальные исследования влияния токового отжига на наведенную анизотропию и магнитострикцию. Наведенная анизотропия изменяется немонотонно с увеличением температуры отжига. Она оказывается максимальной, если температура отжига на 50-100 градусов меньше, чем температура Кюри. При токовом отжиге происходит изменение магнитострикции, которая становится положительной. Максимальное изменение магнитострикции наблюдается при температурах отжига порядка температуры Кюри.

3. Изучено влияние механических напряжений на форму петли гистерезиса в аморфных микропроводах до и после токового отжига. Выявлено, что направление наведенной током циркулярной анизотропии в проводах с положительной магнитострикцией может измениться под действием механических напряжений. Это обуславливает высокую чувствительность гармонического спектра сигнала индуцированного напряжения от внешних механических воздействий.

4. Изучено влияние механических напряжений на высокочастотный импеданс в аморфных микропроводах до и после токового отжига. Изменение направления легкой оси анизотропии обуславливает изменение формы зависимости импеданса от магнитного поля под действием растягивающих напряжений. В отсутствие дополнительных полей смещения достигнута рекордная чувствительность изменения импеданса - 162% на 100 МПа.

5. Разработана методика бесконтактного измерения механических напряжений, основанная на измерении амплитуд высших гармоник сигнала электрического напряжения, индуцированного при перемагничивании аморфных микропроводов, а также предложено использование соотношения амплитуд высших гармоник, что позволяет избавиться от проблем калибровки при измерении.

6. Разработан и собран стенд для проведения исследований влияния деформации и механических напряжений на процессы намагничивания в аморфных ферромагнитных

микропроводах внутри композитных материалов. Разработана конструкция сенсора механических напряжений и программное обеспечение для описанного в работе сенсора. Программное обеспечение разбивает полученный сигнал на гармоники и позволяет выделить отношение амплитуд гармоник, которое необходимо для калибровки сенсора.

### Результаты диссертации опубликованы в следующих основных работах:

- M.G. Nematov, A.M. Adam, L.V. Panina, N.A. Yudanov, A. Dzhumazoda, A.T. Morchenko, D.P. Makhnovskiy and F. X. Qin, Magnetic anisotropy and stress-magnetoimpedance (S-MI) in current-annealed Co-rich glass-coated microwires with positive magnetostriction, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 474, (2019) 296–300
- M.G. Nematov, M.M. Salem, A. Adam, M. Ahmed, L.V. Panina and A.T. Morchenko, Effect of Stress on Magnetic Properties of Annealed Glass-Coated Co71Fe5B11Si10Cr3 Amorphous Microwires, IEEE Transactions on Magnetics 53, (2017) №2003106
- M.G. Nematov, N.Y. Yudanov, R.A. Yakubtsev, L.V. Panina, A.V. Beklemisheva, A.T. Morchenko, A. Thakur, Stress Effects on Magnetic Properties of Amorphous Microwires Subjected to Current Annealing, EPJ Web of Conferences 185, (2018) 04030
- М.Г. Неъматов, М.М. Салем, У. Азим, М. Ахмат, А.Т. Морченко, Н.А. Юданов, Л.В. Панина, Влияние механических напряжений и отжига на магнитную структуру и магнитоимпеданс аморфных CoFeSiBCr микропроводов, Физика твердого тела 60, (2018) 323-328
- М.Г. Неъматов, Л.В. Панина, А. Джумъазода, Н.А. Юданов, А.Т. Морченко, М.А. Джураев, Магнитная анизотропия и сверхвысокочувствительный стрессмагнитоимпеданс в микропроводах с положительной магнитострикцией, Физика твердого тела 61, (2019) 1463-1469
- M.M. Salem, M.G. Nematov, A. Uddin, L.V. Panina, M.N. Churyukanova and A. T. Marchenko, CoFe-microwires with stress-dependent magnetostriction as embedded sensing elements, Journal of Physics: Conf. Series 903, (2017) 012007
- М.М. Салем, М.Г. Нематов, А. Уддин, С.В. Подгорная, Л.В. Панина, А.Т. Морченко, Использование аморфных ферромагнитных микропроводов в качестве встроенных сенсоров механических напряжений в фунциональных материалах, Минск, Весці Нацыянальнай Акадэміі Навук Беларусі. Серыя Фізіка-Тэхнічных Навук №3, (2016) 98-104
- Неьматов М.Г., Салем М.М., Уддин А., Панина Л.В., Морченко А.Т., Скиданов В.А., "Аморфный ферромагнитный микропроводов как встроенный сенсоров механических напряжений в функциональных материалах", Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем (МЭС), Зеленоград, №4, (2016) 207-214

# Патент

 Прибор для проведения токового отжига микропроводов с удаленным контролем температуры (заявка №2018146148/28(077138), приоритет 25.12.2018, положительное решение от 11.04.2019). Юданов Николай Анатольевич, Панина Лариса Владимирована, Костишин Владимир Григорьевич, Неъматов Махсудшо Гайратович, Джумъазода Абдукарим

### Литература

1. A. Zhukov and V. Zhukova "Magnetic properties and applications of ferromagnetic microwires with amorphous and nanocrystalline structure", Nova Science Publishers, New York (2009)

2. M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina and T. Uchiyama "On the state-of-the-art in magnetic microwires and expected trends for scientific and technological studies", Phys. Status Solidi A. **208**, (2011) 493-501

3. J. Onufer, J. Ziman and M. Kladivová "Unidirectional effect in domain wall propagation observed in bistable glass-coated microwire", J. Magn. Magn. Mater. **396**, (2015) 313-317

4. L. Panina and K. Mohri "Magneto-impedance effect in amorphous wires", Appl. Phys. Lett. 65, (1994) 1189-1191

5. D.P. Makhnovskiy, V. Zamorovskii and J. Summerscales "Embedded ferromagnetic microwires for monitoring tensile stress in polymeric materials", Composites A **61**, (2014) 216-223

6. A. Dzhumazoda, L.V.Panina, A.M. Adam, N.A. Yudanov, et al "Temperature Effects on the Magnetoimpedance (MI) in Glass-coated Amorphous Wires", IEEE Trans. Magn. 53, (2017) №2003205

7. V. Rodionova, M. Ilyn, M. Ipatov, V. Zhukova, N. Perov and A. Zhukov "Spectral properties of electromotive force induced by periodic magnetization reversal of arrays of coupled magnetic glass-covered microwires", J. Appl. Phys. **111**, (2012) 07E735

8. K. Chichay, V. Rodionova, V. Zhukova, S. Kaloshkin, M. Churyuknova and A. Zhukov "Investigation of the magnetostriction coefficient of amorphous ferromagnetic glass coated microwires", J. Appl. Phys. **116**, (2014) 173904

9. B. Gleich and J. Weizenecker "Tomographic imaging using the nonlinear response of magnetic particles", Nature **435**, (2005) 1214

10. P.I. Nikitin, P.M. Vetoshko, T.I. Ksenevich "New type of biosensor based on magnetic nanoparticle detection", J. Magn. Magn. Mater. **311**, (2007) 445-449

 K. Mohri, H. Honkura, L.V. Panina, T. Uchiyama "Super MI Sensor: Recent Advances of Amorphous Wire and CMOS-IC Magneto-Impedance Sensor", J. Nanoscience and Nanotechnology 12, (2012) 7491-7495

12. C. Herrero-Gómez, A.M. Aragón, M. Hernando-Rydings, P. Marín, and A. Hernando "Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire", Appl. Phys. Lett. **105**, (2014) 092405

13. J.M. Lopez-Higuera, L.R. Cobo, A.Q. Incera, A. Cobo "Fiber Optic Sensors in Structural Health Monitoring", J. Lightwave Technology **29**, (2011) 587-608

14. K. Peters "Polymer optical fiber sensors - a review", Smart Mater. Struct. 20, (2011) 013002 18

15. Займан Дж. Модели беспорядка. М.: Мир, 1982. 592 с

16. Jones, H., Rep. Prog. Phys. 36, 1425-1497, (1973)

17. Hono, K., Hiraga, K., Wang, Q., Inoue, A. & Sakurai, T., Acta Metall. Mater. 40, 2137-2147, (1992)

18. Martienssen, W. & Warlimont, H., Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data, Berlin, Heidelberg, p. 772-780, (2005)

19. Libermann, H. & Graham. C., IEEE Trans. Magn. 12, 921-923, (1976)

20. H. Chiriac. Preparation and characterization of glass covered magnetic wires, Mater. Sci. Eng., A **304–306** 166, (2001)

21. H. H. Liebermann, C. D. Graham Jr., and P. J. Flanders, Changes in curie temperature, physical dimensions, and magnetic anisotropy during annealing of amorphous magnetic alloys, IEEE Trans. on Magn. **13**, 1541-1543, (1977)

22. A.L. Greer, M.R.J. Gibbs, J.A. Leake, J.E. Evetts, Structural relaxation of transition-metalmetalloid metallic glasses, J. Non-Cryst. Solids **38–39**, 379-384, (1980)

23. M. Churyukanova, V. Zhukova, A. Talaat, S. Kaloshkin, E. Kostitcyna, E. Shuvaeva, S. Gudoshnikov, V. Sudarchikova, A. Zhukov, Correlation between thermal and magnetic properties of glass coated microwires, J. Alloys Compd. **615**, S242–S246, (2014)

24. Sui, M. L., Zhou, F., He, K. Y., Wang, R. & Cheng, L. Z. (1994), Nanostruct. Mater. 4, 743-751.

25. Ohnuma, M., Hono, K., Linderoth, S., Pedersen, J. S., Yoshizawa, Y. & Onodera, H. (2000), Acta Mater. 48, 4783-4790.

26. Miao, X. F., Wang, Y. G. & Guo, M., J. Alloy. Compd. 509, 2789-2792, (2011)

27. Baron, A., Szewieczek, D. & Nawrat, G., Electrochim. Acta 52, 5690-5695, (2007)

28. L. V. Panina, and K. Mohri, Magneto-impedance effect in amorphous wires, Appl. Phys. Lett., 65
1189, (1994) <u>https://doi.org/10.1063/1.112104</u>

29. A. Zhukov, M. Ipatov, V. Zhukova, C. García, J. Gonzalez, J.M. Blanco, Development of ultra-thin glass-coated amorphous microwires for HF magnetic sensor applications., J. Phys. Stat. Sol. A, **205** 1367–1372, (2008)

30. V. Zhukova, J. M. Blanco, M. Ipatov, M. Churyukanova, S. Taskaev & A. Zhukov, Tailoring of magnetoimpedance effect and magnetic softness of Fe-rich glass-coated microwires by stress-annealing, J. Scientific Reports 8, 3202 (2018). (https://doi.org/10.1038/s41598-018-21356-3)

31. A. Dzhumazoda, L.V. Panina, M.G. Nematov, S.A. El-Demrdash, A.A. Ukhasov, N.A. Yudanov, A.T. Morchenko, F. X. Qin, Temperature-stable magnetoimpedance (MI) of current-annealed Co-based amorphous microwires, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **474**, (2019) 374-380 (https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.10.111)

32. M. Knobel, M. Vazquez, L. Kraus, Giant magnetoimpedance in Handbook of magnetic materials (ed. Bruck, E.) **15** (2003) 497–563

33. M. H. Phan, & H. X. Peng, Giant magnetoimedance materials: Fundamentals and applications. Prog. Mater. Sci., **53** (2008) 323–420.

34. A. Zhukov, et al. Correlation of Crystalline Structure with Magnetic and Transport Properties of Glass-Coated Microwires. Crystals, **7** (2017) 41.

35. D. C. Jiles, Recent advances and future directions in magnetic materials. Acta Mater., **51** (2003) 5907–5939.

36. H. Chiriac, et al. Ultrathin Nanocrystalline Magnetic Wires. Crystals 7(2), 48 (2017).

37. Abe Y., Miyazawa K., Nakamura M., Ohashi. T. "Behavior of metal jet in the in-rotating-water spinning method". ISIJ, 27 **12** (1987) 929-935.

Ulitovski A.V., Avernin N.M. "Method of fabrication of metallic microwire". Patent No 161325 (USSR), Bulletin, 7 (1964) 14.

39. M. Vazquez, A. Zhukov, J. Magn.Magn.Mater.160 (1996) 223.3-7

40. A.Zhukov, J. Gonz!alez, J.M. Blanco, M. Vazquez, V. Larin, J.Mater.Res.15 (2000) 2107.

41. G.F. Taylor, Phys. Rev. 23 (1924) 655.

42. S. A. Gudishnikov, B. Y. Ljubimov, P. S. Pavlanov, Y. V. Prokhorova, V. S. Skomartovski, N. A. Usov, A. V. Torcunov. Influence of applied tensile stress on the magnetic behaviour of Co-rich amorphous microwires. Phy. Stat. Solidi A, 206 (4) 625-629 (2009)

43. Yu. Kabanov, A. Zhukov, V. Zhukova, J. Gonzalez. Magnetic domain structure of microwires studied by using the magneto-optical indicator film method. Appl. Phys. Lett., 87 142507:1-3 (2005)

44. R. Varga. Magnetization processes in glass-coated microwires with positive magnetostriction. Acta. Physica Slovaca, 62 5 411-518 (2012)

45. A. Chizhik, A. Zhukov, J. M. Blanco, J. Gonzalez. Magneto-optical investigation of magnetization reversal in nearly zero magnetostrictive Co-rich wire and microwire. J.Magn. Magn. Mater., 249 27-33 (2002)

46. K. Mohri, K. Bushida, M. Noda, H. Yoshida, L.V. Panina, and T.Uchiyama, "Magneto-impedance element," IEEE Trans. Magn., vol. 31, pp. 2455-2457, 199

47. M. Hauser, L. Kraus, P. Ripka, Giant magnetoimpedance sensors, IEEE Instrumentation & Measurement Magazine, 4, 28-32 (2001)

48. P. Ripka and L. Kraus, "Magnetoimpedance and magnetoinductance" in Magnetic Sensors and Magnetometers, P. Ripka, Ed. Norwood, MA: Artech House, 2001, pp. 350-358.

49. A. P. Zhukov, M. Vazquez, J. Velazquez, H. Chiriac, V. Larin. The remagnetization process in thin and ultra thin Fe-rich amorphous wires. J. Magn. Magn. Mat., 151 132-138(1995)

50. A. Zhukov, M. Vazquez, J. Velazquez, A. Hernando, V. Larin. Magnetic properties of Fe-based glass-coated microwires. J. Magn. Magn. Mat., 170 323-330 (1997)

51. A. Zhukov. Domain Wall propagation in a Fe-rich glass-coated amorphous microwire. Applied Physics Letters, 78 3106-3108 (2001)

52. R. Varga, K. Richter, A. Zhukov, V. Larin. Domain wall propagation in thin magnetic wires. IEEE Trans. Magn., 44 11 3925-3930 (2008)

53. M. Vazquez, C. Gomez-Polo, D. X. Chen. Switching mechanism and domain structure of bistable amorphous wires. IEEE Trans. Magn., 28, 5 3147-3149 (1992)

54. M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina, T. Uchiyama. Phys. Status Solidi A 208, 493 (2011)
55. M.-H. Phan, H.-X. Peng «Giant magnetoimpedance materials: fundamentals and applications»
Prog. Mater. Sci., 53 (2008), pp. 323-420

56. A.T. Morchenko, L.V. Panina, V.S. Larin, M.N. Churyukanova, M.M. Salem, H. Hashim, A.V. Trukhanov, V.V. Korovushkin, V.G. Kostishyn «Structural and magnetic transformations in amorphous ferromagnetic microwires during thermomagnetic treatment under conditions of directional crystallization», J. Alloys Compd., 698 (2017), pp. 685-691,

57. I.C. Rho, C.S. Yoon, C.K. Kim, T.Y. Byun, K.S. Hong Crystallization of amorphous alloy Co68Fe4Cr4Si13B11 Mater. Sci. Eng., 96 (2002), pp. 48-52

58. V. Larin, L. V. Panina, E.-A. Patroi, D. Patroi, V. Bashev, and N. Kutseva, Directed crystallization of glass-coated microwires, J. Phys. Status Solidi A 213, No. 2, 384 (2016).

59. M.H. Phan, H.X. Peng, Giant magnetoimpedance materials: fundamentals and applications, J. Prog. Mater. Sci. 53, 323 (2008).

60. A. Zhukova, A. Talaat, M. Ipatov, J. M. Blanco, V. Zhukova, Tailoring of magnetic properties and GMI effect of Co-rich amorphous microwires by heat treatment, J. Alloys and Compd. 615, 610 (2014).
61. O. Thiabgoh, H. Shen, T. Eggers, A. Galati, S. Jiang, J.S. Liu, Z. Li, J.F. Sun, H. Srikanth, M.H. Phan, Enhanced high-frequency magneto-impedance response of melt-extracted

Co69.25Fe4.25Si13B13.5 microwires subject to Joule annealing, J. of Science: Advanced Materials and Devices 1, 69 (2016).

62. I. Astefanoaei, D. Radu and H. Chiriac, Internal stress distribution in DC joule-heated amorphous glass-covered microwires, J. Phys. Cond. Matter, 18, 2689 (2006).

63. A. Zhukov, V. Zhukova. Magnetic properties and applications of ferromagnetic microwires with amorpheous and nanocrystalline structure. Nova Science Publishers, New York (2009)

64 R. Varga, K.L. Garcia, M. Vazques. Phys. Rev. Let. 94, 017201 (2005)

- 65. M. Ipatov, N.A. Usov, A. Zhukov, J. González. Physica B 403, 379 (2008)
- 66. L. Panina, K. Mohri. Appl. Phys. Lett. 65, 1189 (1994)
- 67. D.P. Makhnovskiy, L.V. Panina, D.J. Mapps. Phys. Rev. B 63, 144424 (2001)
- 68. V. Zhukova, A.F. Cobeno, A. Zhukov, A.R. de Arellano Lopez, S. Lopez-Pombero, J.M. Blanco,

V. Larin, J. Gonzalez "Correlation between magnetic and mechanical properties of devitrified glasscoated Fe71.8Cu1Nb3.1Si15B9.1 microwires", J. Magn. Magn. Mater., 249 (2002), pp. 79-84,

69. K. Mohri, T. Uchiyama, L.P. Shen, C.M. Cai, L.V. Panina. Sensors and Actuators 91, No 1-2, 85 (2001)

70. N. Bayri, S. Atalay. J. Alloy and Compounds 381, No 1-2, 245 (2004)

- 71. C. Appino, C. Beatrice, P. Tiberto, F. Vinai. J. Magn. Magn. Mat. 215-216, No 6, 349 (2000)
- 72. L. Kraus, Z. Frait, K.R. Pirota, H. Chiriac. J. Magn. Magn. Mat. 254-255, No 1, 399 (2003)
- 73. J. Liu, F. Qin, D. Chen, H. Shen, H. Wang, D. Xing, M.-H. Phan. J. Sun. J. Appl. Phys. 115, No 17, 17A326 (2014)
- 74. V. Zhukova, A. Talaat, M. Ipatov, A. Zhukov. IEEE Transactions on Magnetics 50, 1 (2014)
- 75. Ne'el L. J Phys Radium 1954; 15: 225-39.
- 76. Fujimori H. In: Luborsky FE, editor. Amorphous metallic alloys. London: Butterworth; 1983.

77. Herzer G. In: Buschow KHJ, editor. Handbook of magnetic materials, vol. 10. Amsterdam: Elsevier Science BV; 1997.

78. Petzold J., J. Magn. Magn. Mater. 2002; 242-245:84-9.

79. Flohrer S, Scha<sup>¨</sup>fer R, McCord J, Roth S, Schultz L, Herzer G. Acta Mater 2006;54:3253–9.

80. Ito N, Suzuki K., J. Appl. Phys. 2005;97. 10F503-10F503-3.

81. Suzuki K, Herzer G., Scr. Mater. 2012;67:548–53.

82. H. Chiriac and T.-A. Ovari, Amorphous Glass-Covered Magnetic Wires: Preparation, Properties, Applications, J. Progr. Mater. Sci. 40, 333-407 (1996).

83. A. Zhukov and V. Zhukova. Magnetic properties and applications of ferromagnetic microwires with amorphous and nanocrystalline structure. //Nova Science Publishers. 2009. V. 162, P. 11788, ISBN: 978–1- 60741 - 770–5

84. M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina, T. Uchiyama. On the state-of-the-art in magnetic microwires and expected trends for scientific and technological studies. //Phys. Status Solidi. 2011. V. 208, P. 493-501

85. L. Panina and K. Mohri. Magneto-impedance effect in amorphous wires. //Appl. Phys. Lett. 1994.V. 65, P. 1189-1191

 M. Knobel and K. R. Pirota. Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress. //J. Magn. Magn. Mater. 2002. V. 242/245, P. 33-40

87. C. Tannous, J. Gieraltowski. Giant magneto-impedance and its applications. //Journal of Materials Science: Materials in Electronics. 2004. V.15, P.125-133.

88. L. V. Panina, S. I. Sandacci, D. P. Makhnovskiy. Stress effect on magneto-impedance (MI) in amorphous wires at GHz frequencies and application to stress-tuneable microwave composite materials. //J. Appl. Phys. 2005. V.97 P. 013701-6

89. K. Mohri, T. Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina, Y. Honkura, M. Yamamoto. Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive micromagnetic sensors utilizing magnetoimpedance (MI) and stress-impedance (SI) effects. // IEEE Trans. Magn. 2002. V. 38, №-5, P. 3063-3068

 Mohri, K., Honkura, Y., Panina, L.V., Uchiyama T. Super MI Sensor: Recent Advances of Amorphous Wire and CMOS-IC Magneto-Impedance Sensor. //J. Nanoscience and Nanotechnology.
 2012. V.12. P. 7491-7495

91. Vazquez M. and Hernando A.. A soft magnetic wire for sensor applications// J. of Physics D: Applied Physics.-1999.-V.29.-No 4.-P.939-950.

92. G. F. Fernando. Fibre optic sensor systems for monitoring composite structures. //Reinf. Plast. 2005.V. 49, P. 41-49

93. K. Peters. Polymer optical fiber sensors - a review. //Smart Mater. Struct. 2011. V. 20, P. 013002-18

94. J. M. Torrents, T. O. Mason, E. J. Garboczi. Impedance spectra of fiber-reinforced cement-based composites. A modeling approach. //Cem. Concr. Research. 2000. V.30, P. 585-592 26

95. A. D. Hixson, L. Y. Woo, M. A. Campo, T. O. Mason, E. J. Garboczi. Intrinsic conductivity of short conductive fibers in composites by impedance spectroscopy. //J. Electroceramics.
2001. V. 7, P. 189-195

96. A. Peled, J. M. Torrents, Th. O. Mason, S. P. Shah, E. J. Garboczi. Electrical impedance spectra to monitor damage during tensile loading of cement composites. //ACI Maters. Journal. 2001. V. 98, P. 313-322

97. J. M. Torrents, T. O. Mason, A. Peled, S. P. Shah, E. J. Garboczi. Analysis of the impedance spectra of short conductive fiber reinforced composites. //J. Mater. Sci. 2001. V. 36, P. 4003-12

98. T. C. Hou and J. P. Lynch. Electrical impedance tomographic methods for sensing strain fields and crack damage in cementitious structures. //J. Intel. Mater. Syst. Struct. 2009. V. 20, P. 1363-1379

99. M. Kubicka, T. Mahrholz, A. Kühn, P. Wierach, M. Sinapius Magnetostrictive properties of epoxy resins modified with Terfenol-D particles for detection of internal stress in CFRP. Part 1: materials and process. // J. Mater. Sci. 2012. V. 47, P. 5752-5759

100. M. Kubicka, T. Mahrholz, A. Kühn, P. Wierach, M. Sinapius Magnetostrictive properties of epoxy resins modified with Terfenol-D particles for detection of internal stress in CFRP. Part 2: evaluation of stress detection // J. Mater. Sci. 2013. V. 48, P. 6578-6584

101. Herrero-Gomez C., Marin P., and Hernando A. Bias free magnetomechanical coupling on magnetic microwires for sensing applications// Appl. Phys. Lett. -2013.-V.- 103.-No 14 .-P. 142414.

102. S. S. P. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas. Magnetic domain-wall racetrack memory. Science, 320 190–194 (2008)

103. D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit, R. P. Cowburn. Magnetic domainwall logic. Science, 309 1688–1692 (2005)

104. R. Varga, A. Zhukov, V. Zhukova, J. M. Blanco, J. Gonzalez. Supersonic domain wall in magnetic microwires. Phys. Rev. B, 76 132406 (2007)

105. D. Atkinson, D. A. Allwood, C. C. Faulkner, G. Xiong, M. D. Cooke, R. P. Cowburn. Magnetic domain wall dynamics in a permalloy nanowire. IEEE Trans. Magn., 39 2663–2665(2003)

106. R. Varga, J. Torrejon, Y. Kostyk, K. L. Garcia, G. Infantes, G. Badini, M. Vazquez. Single-wall dynamics and power law in bistable magnetic microwires. J. Phys.: Cond. Matter., 20 445215:1-5 (2008)

107.. J. R. Wiegand. Bistable magnetic device. US Patent 3,820,090, (1974)

108. K. Mohri, B. Takeuchi, T. Fujimoto. Sensitive magnetic sensors using amorphous wiegand-type ribbons. IEEE Trans. Magn., 17 3370–3372 (1981)

109. K. Mohri, S. Takeuchi. Sensitive bistable magnetic sensors using twisted amorhous magnetostricive ribbons due to matteucci effect. J. Appl. Phys., 53 8386–8388 (1982) References 153

140

110. F. B. Humphrey, K. Mohri, J. Yamasaki, H. Kawamura, R. Malmhall, I. Ogasawara. Reentrant magnetic flux reversal in amorphous wires. In magnetic properties of amorphous metals; A. Hernando, V. Madurga, M. C. Sanchez-Trujillo, M. Vázquez, Eds.; Elsevier Science: Amsterdam, the Netherlands 110–116 (1987)

111. K. Mohri, F. B. Humphrey, K. Kawashima, K. Kimura, M. Muzutani. Large barkhausen and matteucci effects in FeCoSiB, FeCrSiB, and FeNiSiB amorphous wires. IEEE Trans. Magn., 26 1789–1791 (1990)

112. A. Zhukov, J. González, J. M. Blanco, M. Vázquez, V. Larin. Microwires coated by glass: a new family of soft and hard magnetic materials. J. Mat. Res., 15 2107–2113 (2000)

113. A. Zhukov, J. Gonzalez, J. M. Blanco, P. Aragoneses, L. Domínguez. Magnetoelastic sensor of level of the liquid based on magnetoelastic properties of Co-rich microwires. Sens. Actuat. A-Phys., 81 129–133 (2000)

114. A. Zhukov, J. M. Garcia-Beneytez, M. Vázquez. Magnetoelastic sensor for signature identification based on mechanomagnetic effect in amorphous wires. J. Phys. IV, 8 Pr2-763–Pr2- 766 (1998)

115. Knobel M., Sánchez M.L., Velázquez J., Vázquez M.. Stress dependence of the giant magne-toimpedance effect in amorphous wires // J. Phys.: Condens. Matter, 1995, v. 7, N 9, p. L115-L120.

116. Atkinson D., Squire P.T.. Experimental and phenomenological investigation of the effect of stress on magneto-impedance in amorphous alloys // IEEE Trans. Magn., 1997, v. 33, N 5, p. 3364-3366.

117. S.L. Zhang, J.F. Sun, D.W. Xing, F.X. Qin, H.X. Peng. Large GMI effect in Co-rich amor-phous wire by tensile stress // J. Magn. Magn. Mater., 2011, v. 323, N 23, p. 3018-3021.

118. Mandal K., Puerta S., Vázquez M., Hernando A., Giant magnetoimpedance in amorphous Co83.2Mn7.6Si5.8B3.3 microwires // Phys. Rev. B, 2000, v. 62, N 10, P. 6598-6602.

119. Mandal K., Puerta S., Vazquez M., Hernando A.. The frequency and stress dependence of giant magnetoimpedance in amorphous microwires // IEEE Trans. Magn.-2002.-V. 36.-No 5.-P. 3257-3259. 120. Bayri N., Atalay S. Giant stress-impedance effect in Fe71Cr7Si9B13 amorphous wires// J. Alloy and Compounds.-2004.-V.381.-No 1-2.-P.245-249.

121. Nematov Makhsudsho G., Yudanov Nicolay, Yakubtsev Rodion A., Panina Larissa V., Beklemisheva Anna V., Morchenko Alexander T., Thakur Atul "Stress Effects on Magnetic Properties of Amorphous Microwires Subjected to Current Annealing", EPJ Web of Conferences 185, (2018) 04030, https://doi.org/10.1051/epjconf/201818504030

122. M.G. Nematov, M.M. Salem, A.M. Adam, M. Ahmad, L. V. Panina, A.T. Morchenko, Effect of stress on magnetic properties of annealed glass-coated Co71Fe5B11Si10Cr3 amorphous microwires, IEEE Trans. Magn., 53, 2003106 (2017)., (https://doi.org/10.1109/TMAG.2017.2702342 )

123. М.Г. Неъматов, М.М. Салем, У. Азим, М. Ахмат, А.Т. Морченко, Н.А. Юданов, Л.В. Панина "Влияние механических напряжений и отжига на магнитную структуру и магнитоимпеданс аморфных CoFeSiBCr микропроводов", Физика твердого тела, 60, (2018) 323-328 (https://doi.org/10.21883/FTT.2018.02.45387.234)

124. M.M. Salem, M.G. Nematov, A. Uddin, L.V. Panina, M.N. Churyukanova and A. T. Marchenko. "CoFe-microwires with stress-dependent magnetostriction as embedded sensing elements" Journal of Physics: Conf. Series 903, (2017) 012007 (https://doi.org/10.1088/1742-6596/903/1/012007 )

125. García C., Zhukov A., Zhukova V., Ipatov M., J.M. Blanco and J. Gonzalez. Effect of tensile stresses on GMI of Co-rich amorphous microwires // Digests of the IEEE International Magnetics Conference. -2005.-P.1273-1274.

126. Джумьазода А., Панина Л.В., Адам А.М., Эл-Дермдаш С.А., Уддин А., Неьматов М.Г., Морченко А.Т., «Влияние температуры на магнитоимпеданс проводов после токового отжига», Курск, Физика и Технология Наноматериалов и Структур, (2017) 46-48

127. A Uddin, S.A. Evstigneeva, A. Dzhumazoda, M.M. Salem, M.G. Nematov, AM Adam, LV Panina, AT Morchenko "Temperature Effects on the Magnetization and Magnetoimpedance in Ferromagnetic Glass-Covered microwires", Journal of Physics: Conference Series, 917, (2017) 082011 (https://doi.org/10.1088/1742-6596/917/8/082011

128. Неъматов М.Г., Панина Л.В., Джумъазода А., Юданов Н.А., Морченко, А.Т., Джураев М.А., Магнитная анизотропия и сверхвысокочувствительный стресс-магнитоимпеданс в микропроводах с положительной магнитострикцией, Физика твердого тела, 2019, том 61, вып. 8 стр. 1463-1469 (<u>http://doi.org/10.21883/FTT.2019.08.47970.389</u>)

129. Zhao Y., Hao H., Zhang Y., Preparation and giant magneto-impedance behavior of Co-based amorphous wires, J. Intermetallics, 42, 62 (2013).

130. Zhukov A, Zhukova V, Blanco J. M. and Gonzalez J, Recent research on magnetic properties of glass-coated microwires, J. Magn. Magn. Mater. 294, 182 (2005).

131. A. Amirabadizadeh, R. Mardani, M. Ghanaatshoar, The effect of current frequency and magnetic field direction in alternative current-field annealing on the GMI and magnetic properties of Co-based wires, J. of Alloys and Compd. 661, 501 (2015).

142

132. P. Tiberto, Marco Coïsson, F. Vinai, S. N. Kane, Effect of annealing on high-frequency magnetoimpedance in Co83.2Mn7.6Si5.9B3.3 glass-coated microwires, IEEE Trans. on Magn. 38(5), 3093 (2002).

133. Dong-Ming Chen, Da-Wei Xing, Fa-Xiang Qin, Jing-Shun Liu, Huan Wang, Xiao-Dong Wang and Jian-Fei Sun, Correlation of magnetic domains, microstructure and GMI effect of Joule-annealed melt-extracted Co68.15Fe4.35Si12.25B13.75Nb1Cu0.5 microwires for double functional sensors, J. Phys. Status Solidi A 210, No. 11, 2515 (2013).

134. Zhukov A., Talaat A., Ipatov M. & Zhukova V., Tailoring the high-frequency giant magnetoimpedance effect of amorphous Co-rich microwires, J. IEEE Magn. Lett. 6, 2500104 (2015).

135. D.P. Makhnovskiy, L.V. Panina, Experimental demonstration of tunable scattering spectra at microwave frequencies in composite media containing CoFeCrSiB glass-coated amorphous ferromagnetic wires and comparison with theory, J. Phys. Rev. B, 74, 064205 (2006).

136. M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov and J. Gonzalez, Current controlled switching of impedance in magnetic conductor with tilted anisotropy easy axis and its applications, J. Scientific Reports 6, 36180 (2016).

137. Hu J.-M., Li Z., Chen L.-Q. & Nan C.-W., Design of a voltage-controlled magnetic random-access memory based on anisotropic magnetoresistance in a single magnetic layer, J. Adv. Mater. 24, 2869 (2012).

138. Hu J.-M., Li Z., Chen L.-Q. & Nan C.-W., High-density magnetoresistive random access memory operating at ultralow voltage at room temperature, J. Nat. Commun. 2, 553 (2011).

139. Cullity, B.D. Introduction to Magnetic Materials; Addison-Wesley: Boston, MA, USA, 1972.

140. Chikazumi, S.; Charap, S.H. Physics of Magnetism; John Wiley: Hoboken, NJ, USA, 1964.

141. Jiles, D.C.; Lo, C.C.H. The role of new materials in the development of magnetic sensors and actuators. Sens. Actuators A Phys. 2003, 106, 3–7.

142. Alloca, J.A.; Stuart, A. Transducers: Theory and Applications; Prentice-Hall: Upper Saddle River, NJ, USA, 1984

143. Usher, M.J. Sensors and Transducers; Macmillan Publishers: London, UK, 1985.

144. Ripka, P.; Závěta, K. Chapter 3—Magnetic Sensors: Principles and Applications. Handb. Magn. Mater. 2009, 18, 347–420.

145. Harada, K.; Sasada, I.; Kawajiri, T.; Inoue, A. A new torque transducer using stress sensitive amorphous ribbons. IEEE Trans. Magn. 1982, 18, 1767–1772.

143

146. Andreescu, R.; Spellman, B.; Furlani, E.P. Analysis of a non-contact magnetoelastic torque transducer. J. Magn. Magn. Mater. 2008, 320, 1827–1833.

147. Morris, A.S.; Langari, R. Mass, Force and Torque Measurement. In Measurement and Instrumentation: Theory and Application. Academic Press: Waltham, MA, USA; San Diego, CA, USA; London, UK, 2012; pp. 477–496.

148. Pina, E.; Burgos, E.; Prados, C.; González, J.M.; Hernando, A.; Iglesias, M.C.; Poch, J.; Franco, C. Magnetoelastic sensor as a probe for muscular activity: An in vivo experiment. Sens. Actuators A Phys. 2001, 91, 99–102.

149. Meydan, T.; Overshott, K.J. Amorphous force transducers in AC applications J. Appl. Phys. 1982, 53, 8383–8385.

150. Salach, J.; Bieńkowski, A.; Szewczyk, R. The ring-shaped magnetoelastic torque sensors utilizing soft amorphous magnetic materials. J. Magn. Magn. Mater. 2007, 316, e607–e609. Sensors 2015, 15 28364

151. Mohri, K.; Sudoh, E. Sensitive force transducers using a single amorphous core multivibrator bridge. IEEE Trans. Magn. 1979, 15, 1806–1808.

152. Zhang, X.; Chang, M.; Mao, C.; Lu, D.; Kamagara, A. Intrinsic magnetic field sensitivities of sensor head housing for all-fiber optic current sensors. Opt. Commun. 2014, 329, 173–179.

153. Chen, F.; Jiang, Y.; Gao, H.; Jiang, L. A high-finesse fiber optic Fabry-Perot interferometer based magnetic-field sensor. Opt. Lasers Eng. 2015, 71, 62–65.

154. Hatafuku, H.; Sarudate, C.; Konno, A. Estimation of Residual Stresses in Magnetic Metals by Using Ultrasonic Method. IEEE Trans. Magn. 2002, 38, 3308–3312.

155. V. S. Larin, A. V. Torcunov, A. Zhukov, J. Gonzalez, M. Vazquez, L. Panina. Preparation and properties of glass-coated microwires. J. Magnetism and Magnetic materials, 249 39-45 (2002).,

156. A. Zhukov, J. Gonzalez, M. Vazquez, V. Larin, A. Torcunov. Nanocrystalline and amorphous magnetic microwires. In: H. S. Nalwa Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, Vol. 6, 365-387 (2004)

157. H. Chiriac, T.A. Ovari. Progress in Materials Science. 40, 333 (1996)

158. (Nematov et al., 2017)(Salem et al., 2017)

159. M. Knobel, M. V´azquez, L. Kraus. Handbook of Magnetic Materials. V. 15, Elsevier Science, Amsterdam (2003). Chap. 5. 497 p.,

160. Y. Zhao, H. Hao, Y. Zhang. J. Intermet. 42, 62 (2013).

161. A. Zhukov, V. Zhukova, J.M. Blanco, J. Gonzalez. J. Magn. Magn. Mater. 294, 182 (2005).
162. L.V. Panina, K. Mohri. J. Appl. Phys. Lett. 65, 1189 (1994).8–10

163. J. Liu, F.X. Qin, D. Chen, H. Shen, H, Wang, D. Xing, M.H. Phan, J. Sun. J. Appl. Phys. **115**, 17A326 (2014).

164. A. Amirabadizadeh, R. Mardani, M. Ghanaatshoar. J. Alloys Compd. 661, 501 (2015)

165. P. Tiberto, Marco Co"isson, F. Vinai, S.N. Kane. IEEE Trans. Magn. 38, 5, 3093 (2002).

166. M.G. Nematov, M.M. Salem, A.M. Adam, M. Ahmad, L.V. Panina, A.T. Morchenko. IEEE Trans. Magn. 53, 2003106 (2017)

167. патенте RU2035705C1: СПОСОБ ЗИНГЕРА А.М. ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ.

168. K. Narita, J. Yamasaki, H. Fukunaga. *Measurements of saturation magnetostriction of a thin amorphous ribbon by means of small-angle-magnetization-rotation*. IEEE Trans. Magn., 16 435-439 (1980)

169. A. Siemko, H. Lachowicz. On indirect measurements of magnetostriction in low magnetostrictive metallic glasses. IEEE Trans. Magn., 23 2563-2365 (1987)

170. S. Gudoshnikov, M. Churyukanova, S. Kaloshkin, A. Zhukov, V. Zhukova, N. A. Usov. Investigation of the properties of Co-rich amorphous ferromagnetic microwires by means of small angle magnetization rotation method. J. of Magn. Magn. Mats, 387 53–57 (2015)

171. S. Chikazumi. *Physics of magnetism*. Robert E. Krieger publishing, New York (1978)

172. R. C. O'Handley. *Modern Magnetic Materials Principles and Applications*. ISBN-13: 978-0471155669 (1999)

173. T. Kitoh, K. Mohri, and T. Uchiyama, Asymmetrical magneto-impedance effect in twisted amorphous wires for sensitive magnetic sensors, IEEE Trans. Magn. 31, 3137 (1995).

174. Agilent Network Analyzer Basics. Agilent Technologies Online PDF source: http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5965-7917E.pdf

175. S. Lan, L. Shen. *Microwave components based on magnetic wires*. School of Information Science, Computer and Electrical Engineering, Halmstad University, Technical report, IDE1057, November (2010)

176. D. de Cos, A. Garcia-Arribas, J. M. Barandiaran. *Analysis of magnetoimpedance measurmenst at thigh frwquency using a microstrip transmission line*. Sensors and Actuators A, 115 368-375 (2004)

177. A. Zhukov, A. Talaat, M. Ipatov, V. Zhukova. *Tailoring the High-Frequency Giant Magnetoimpedance Effect of Amorphous Co-Rich Microwires*. Magnetics Letters IEEE, 6 1-4 (2015)

178. Antonov, A.S., Borisov, V.T., Borisov, O.V., Prokoshin, A.F. and Usov, N.A. Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **33**, 1161–1168 (2000).

179. Zhukov, A., Churyukanova, M., Kaloshkin, S., Sudarchikova, V., Gudoshnikov, S., Ipatov, M., Talaat, A., Blanco, J.M., Zhukova, V. Magnetostriction of Co–Fe-based Amorphous Soft Magnetic Microwires. *J. Electr. Mater.* **45**(1), 226-234 (2016).

180. Miyazaki, T., Takahash, M. Magnetic annealing effect of amorphous (Fe<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>)<sub>77</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>13</sub> alloys. *Japanese J. of Applied Physics.* **17**, 1755 (1978).

181. Kostitsyna, E.V., Gudoshnikov, S.A., Popova, A.V., Petrzhik, M.I., Tarasov, V.P.,

Usov, N.A., Ignatov, A.S. Mechanical properties and internal quenching stresses in Co-rich amorphous ferromagnetic microwires. *J. Alloys Compound*. **707**, 199e204 (2017).

182. Kraus, L., Knobel, M., Kane, S.N. Influence of Joule heating on magnetostriction and giant magnetoimpedance effect in a glass covered CoFeSiB microwire, *J. Appl. Phys.* 85, 5435-5437 (1999).
183. H. Szymczak. J. Magn. Magn. Mat. 67, *No* 2, 227 (1987)

184. J.M. Barandiarán, A. Hernando, V. Madurga, O.V. Nielsen, M. Vazquez, and M. Vazquez-Lopez. Phys. Rev. B **35**, 5066 (1987)

185 G. Herzer, S. Flohrer, C. Polak. IEEE Trans. Magn. 46, No 2, 341 (2010)

186. Pirota, K.R., Kraus, L., Chiriac, H. and Knobel, M. Magnetic properties and giant magnetoimpedance in a CoFeSiB glass-covered microwire, *J. Magn. Magn. Mater.* **221**, 1243–1247 (2000).

187. Corte-León, P., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J.M., González, J., Zhukov, A. Optimization of GMI effect and magnetic properties of Co-rich microwires by Joule heating. *IEEE Trans. on Magn.* 55, 2000404 (2019).

188. Sarkar, P. *et al.* Soft ferromagnetic amorphous microwires for GMI sensing cores. *J. Magn. Magn. Mater.* **474**, 107-110 (2019).