

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС»

АЛАМ САЕД АЛИ ДЖУНАИД

Влияние механических напряжений и температуры на высокочастотный
магнитоимпеданс (МИ) в микропроводах из сплавов на основе Co.

1.3.8. Физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
Д. физ.-мат. н. Панина Лариса Владимировна

Москва, 2022

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы:

Ферромагнитные микро и нано провода широко исследуются [1,2], что связано с рядом практически важных физических эффектов, которые в них обнаружены, одним из которых является магнитоимпеданс (МИ) [3,4]. На основе МИ эффекта разработаны миниатюрные сенсорные элементы для детектирования сверхмалых магнитных полей [5,6]. Также, было предложено использовать МИ микропровода как сенсорные компоненты функциональных материалов [7-9]. В микропроводах на основе Co , имеющих хорошо определенную циркулярную анизотропию, изменение импеданса при воздействии слабых магнитных полей достигает 600%, что позволило достичь разрешения по полю до $1 \text{ пТ/Гц}^{1/2}$. Такой уровень детектирования магнитного поля достаточен для применений в био-медицине, например, для магнитокардиографии [10]. В зависимости от геометрии, состава, внутренней структуры (аморфная или нанокристаллическая) микропровода могут иметь значительную чувствительность процессов намагничивания к воздействию других внешних факторов, таких как механические напряжения и температура [11,12], что приводит к широкой возможности управления с помощью этих факторов высокочастотной магнитной динамикой и МИ.

Исследования подтверждают, что импеданс в магнитомягких микропроводах показывает значительные изменения под воздействием внешнего поля и на ГГц частотах [13,14], что представляет огромный интерес для усовершенствования МИ сенсоров [15], а также для разработки новых встраиваемых беспроводных сенсорных элементов [16-19]. Так, в недавней работе [20] отмечается изменение импеданса до 60% в $\text{Co}_{68.7}\text{Fe}_4\text{Si}_{11}\text{B}_{13}\text{Ni}_1\text{Mo}_{2.3}$ аморфных микропроводах при воздействии магнитного поля 2.5 Э при частоте 7 ГГц.

На микроволновых частотах ферромагнитный микропровод конечной длины представляет собой электрический диполь. Его взаимодействие с микроволновым излучением определяется поверхностным импедансом и, следовательно, может контролироваться путем изменения магнитных свойств. Следовательно, на ГГц частотах возможно воздействовать на электрический момент с помощью изменения в магнитной структуре, что может быть охарактеризовано как динамический магнитоэлектрический эффект [21,22]. Это дает новое направление в развитии магнитоэлектрических материалов, в которых возможно воздействовать на электрическую поляризацию с помощью изменения магнитного момента. Использование ферромагнитных микропроводов, обнаруживающих МИ эффект на ГГц частотах, позволит формировать композитные материалы, в которых эффективная диэлектрическая проницаемость зависит от магнитной структуры микропроводов, то есть может изменяться под действием внешних факторов, влияющих на МИ.

Для развития данного направления необходимо разработать прецизионные методики высокочастотных измерений импеданса микропровода при воздействии различных факторов. Кроме сенсорных приложений импедансные спектры могут быть использованы для определения поверхностного импеданса, с помощью которого возможно моделирование электродинамических параметров различных функциональных композитных материалов.

Цель работы:

Общая цель работы заключается в исследовании микроволнового импеданса в ферромагнитных микропроводах в присутствии внешних воздействий (магнитного поля, механических напряжений и температуры).

Основные задачи:

В работе ставились следующие **конкретные задачи:**

1. Разработка прецизионных методов измерения импеданса аморфных микропроводов в ГГц-ой области частот.
2. Исследование влияния механических напряжений на магнитоимпедансные характеристики микропроводов; установление механизмов изменения импеданса при изменении магнитной структуры и определение условий получения высокой чувствительности импеданса к воздействию механических напряжений в области частот 0.1-2 ГГц.
3. Исследование поведения магнитоимпеданса вблизи температуры Кюри. Определение особенностей температурного поведения магнитоимпеданса в микропроводах с различной анизотропией. Определение частотной области значительного изменения импеданса при подходе к T_c .

Объекты исследования:

В работе исследовались МИ образцов микропровода в аморфном или частично кристаллическом состоянии, произведенные методом Тейлора- Улитовского в стеклянной оболочке и любезно предоставленные компанией MIFI ltd, Кишинев. Рассматривались сплавы с высокой температурой Кюри (T_c) (более 300 °С) и низкой T_c (<80 °С). К первой группе относятся составы $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ и $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$. Сплавы второй группы- $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ ($T_c = 48$ °С) и $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ ($T_c = 61$ °С). Общий диаметр варьировался в пределах 25 – 45 μm , и диаметр металлической жилы- 14 – 35 μm .

Научная новизна:

Исследования в области эффекта магнитоимпеданса привели к разработке миниатюрных сенсоров слабого магнитного поля, операционная частота которых лежит в МГц

области частот. Между тем представляет интерес увеличить операционную частоту как для увеличения чувствительности и быстродействия МИ сенсоров, так и для разработки инновационных беспроводных сенсорных элементов. Это требует прецизионных исследований поведения МИ на повышенных частотах- до нескольких ГГц. Хотя были предложены некоторые методы измерения импеданса единичного ферромагнитного микропровода на ГГц частотах [23], но они не позволяли определить абсолютную величину импеданса. Также, важно было измерить импеданс при воздействии различных факторов, что требует использования специальных ячеек. Нами предложена специальная процедура калибровки микрополосковых линий для определения импедансных спектров, которая может быть использована для измерений в присутствии внешних напряжений и при наличии температурной камеры.

Большое значение имеет достижение значительной чувствительности импеданса по отношению к механическому напряжению, в частности, без использования дополнительного поля смещения. В традиционных МИ материалах с циркулярной анизотропией это не представлялось возможным. На основе анализа механизмов зависимости импеданса ферромагнитного проводника от магнитной структуры, магнитной анизотропии и внешнего магнитного поля была впервые достигнута высокая чувствительность импеданса к внешним растягивающим напряжениям без использования дополнительного поля смещения на повышенных частотах. Например, в частично кристаллических микропроводах, подвергнутых токовому отжигу, за счет усиления магнитоупругой анизотропии наблюдалось увеличение импеданса на 300% под действием механических напряжений 450 МПа на частоте 2 ГГц в нулевом поле.

Большой интерес представляют исследования МИ при температурах близких к температуре Кюри, поскольку при этом резко изменяются магнитные параметры: намагниченность насыщения, магнитная анизотропия, магнитострикция. Соответственно, можно ожидать значительного изменения импеданса вблизи T_c . Впервые были получены МИ характеристики в зависимости от температуры при подходе к T_c на ГГц частотах для микропроводов с анизотропией двух типов- аксиальной и циркулярной.

Практическая ценность работы:

Результаты диссертационной работы могут найти применение для разработки высокочувствительных миниатюрных магнитных датчиков, а также датчиков механических напряжений и температуры. На основе полученных результатов могут быть разработаны нестандартные концепции встраиваемых сенсорных элементов, основанных на динамическом магнитоэлектрическом эффекте, для внедрения в различные среды для мониторинга их

внутреннего состояния. В случае композитных материалов это необходимо для ранней диагностики начала деградиационных процессов. Такие сенсорные элементы могут также использоваться в медицине, например, в имплантатах, для анализа причин отторжения или ослабления. При этом возможности известных методов контроля существенно отстают от требований надежности и безопасности эксплуатации. В первую очередь это связано с двумя факторами: низкой чувствительностью используемых измерительных методов и недостаточным пространственным разрешением. Сенсорные элементы на основе микронных ферромагнитных проводов могут быть установлены внутри и на поверхности материалов и конструкций, и производить сканирование ряда физических параметров, таких как локальные температура, механические напряжения и микродефекты за счет соответствующего изменения высокочастотного импеданса. В конфигурации магнито-дипольной поляризации с использованием МИ эффекта (в зависимости от механических напряжений или температуры) не требуется использование электрических соединений, что позволяет осуществить беспроводное сканирование.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Адаптированная SOLT калибровка с использованием разработанных микрополосковых ячеек позволяет проводить прецизионные измерения импедансных спектров изолированных ферромагнитных микропроводов при воздействии магнитного поля, механических напряжений и температуры.
2. На основе исследования высокочастотного магнитоимпеданса аморфных и частично кристаллизованных микропроводов из сплавов на основе кобальта, определены основные механизмы достижения значительного изменения импеданса под действием механических напряжений, которые связаны с переориентацией статического магнитного момента и сдвигом частоты ферромагнитного резонанса.
3. Максимальная чувствительность импеданса к механическим напряжениям (более 60% на 100 МПа) на ГГц частотах достигается в частично кристаллических микропроводах, подвергнутых токовому отжигу, за счет усиления магнитной анизотропии, обусловленной магнитоупругими взаимодействиями.
4. Магнитоимпедансные характеристики аморфных микропроводов значительно изменяются (до 78% на частотах 0,1- 1,5 ГГц) при изменении температуры вблизи температуры Кюри, T_c , причем в случае осевой анизотропии значительное уменьшение импеданса при подходе к T_c наблюдается вне зависимости от воздействия магнитного поля, тогда как в проводах с циркулярной анизотропией изменение импеданса более значительно в присутствии внешнего поля.

Достоверность результатов работы:

Результаты получены с использованием современного измерительного и аналитического оборудования. Микроволновые измерения выполнены с использованием векторного анализатора цепей (модель Hewlett-Packard 8753E). Автоматизация измерений была выполнена с использованием программного пакета Agilent/Keysight VEE. Были также разработаны микроволновые РСВ ячейки с использованием стандартных материалов, свойства которых остаются стабильными до температур порядка 150 °С (максимальные температуры в данной работе не превышали 70 °С). Для исследования структурных характеристик использовали ДСК (DSC 204F1, Netzsch Instrumentation), XRD (D8 ADVANCE ESO: излучение CuK_α, λ = 0,1540 нм). Для нагрева образца микропровода в лаборатории (НИТУ «МИСиС») была разработана термоизолированная камера, производящая равномерный нагрев и управляемая переключателем.

Результаты работы опубликованы в журналах с высоким импакт фактором, в том числе входящих в Q1. Результаты докладывались на международных и российских конференциях в области научного исследования данной работы.

Личный вклад автора:

Автор выполнил критический анализ литературы по теме диссертационной работы, принимал участие в обсуждении постановок задач, выполнил значительный объем экспериментальных исследований (подготовка образцов, выполнение отжига током, измерение петель гистерезиса, микроволновые измерения), принимал участие в разработке теоретических моделей, формировании научных положений и выводов, обработке и обобщении полученных результатов, написании публикаций.

Апробация работы:

Результаты работы представлялись на следующих российских и международных конференциях:

1. EastMag 2022, 22-26 августа 2022 г., Казань.
2. World Nano 2021, 19-21 апреля 2021 г., Орландо, США | Виртуальное мероприятие.
3. International Magnetic Online Conference Intermag-21, 26-30 апреля 2021 г., Лион, Франция.
4. Joint European Magnetic Symposia (JEMS 2019), август 2019 года, Уппсала, Швеция.
5. The III International Baltic Conference on Magnetism (IBCM), 18-22 августа 2019 г., г. Светлогорск, Россия.

6. The 18th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW-2019), 21 - 22 августа, 2019 г., г. Светлогорск (Калининградская область, Россия).

Публикации:

По результатам исследований данной диссертационной работы за период 2019-2022 гг. опубликовано 4 научных статьи в научных зарубежных журналах. Все публикации включены в базу данных WOS/SCOPUS.

Структура и объем диссертации:

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы и списка публикаций. Вся работа изложена на 99 страницах, содержит 39 рисунков, 1 таблицу и 107 литературных ссылок.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отражена актуальность темы, определены основные задачи и цель работы.

В первой главе представлен литературный обзор по теме аморфных микропроводов из сплавов на основе Co, которые имеют очень хорошие магнитомягкие свойства из-за отсутствия магнокристаллической анизотропии и малой константы магнитострикции [23-27]. Рассматриваются такие вопросы как технология производства, магнитные свойства и магнитоимпеданс. Основное внимание уделяется микропроводам в стеклянном покрытии, получаемым с помощью метода Тейлора-Улитовского (детали даны в [28]).

Во второй главе представлена информация об исследуемых образцах и методах модификации их магнитных свойств с помощью термообработки. В работе использовался метод отжига постоянным током для модификации магнитной структуры аморфных микропроводов. Для исследования использовались микропровода из нескольких сплавов на основе Co. Для анализа структурно-фазовых свойств образцов использовали дифференциальную сканирующую калориметрию (ДСК).

Рассмотрены основные методы измерения кривых намагничивания и магнитоимпедансных характеристик микропроводов. Для исследования статических магнитных свойств магнитомягких образцов использовался индукционный метод измерения петли гистерезиса, а для образцов с повышенной коэрцитивностью использовался вибромагнитометр (МВ-07 с модернизированной системой регистрации). Микроволновые измерения импеданса проводились с помощью векторного анализатора цепей. Для измерения температурной зависимости МИ была разработана специальная температурная камера, которая схематично представлена на Рисунке 1. Эта камера позволяла измерять МИ в

диапазоне температур от комнатной до 100 °С. Для измерения теплового воздействия на образец при измерении импеданса катушку Гельмгольца помещали внутрь термоизолированной камеры, производящей равномерный нагрев и управляемой переключателем. Для измерения температуры вблизи образца микропровода устанавливали термопару. По той же методике измеряли тепловое влияние на статические магнитные свойства образцов, но вместо катушки Гельмгольца внутри нагревательной камеры использовали миниатюрный намагничивающий соленоид.

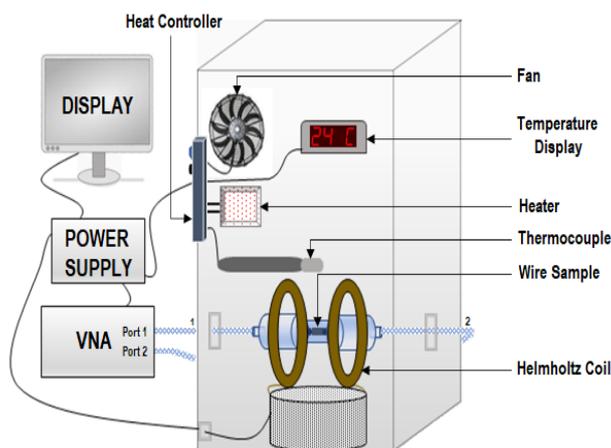


Рисунок 1 - Схематическое изображение измерительного комплекса с температурной камерой.

В третьей главе обсуждается высокочастотная калибровка, разработанная для измерения высокочастотного магнитоимпеданса вплоть до гигагерцового диапазона. Проблема связана с тем, что в реальных экспериментах используются специализированные ячейки, которые невозможно калибровать с использованием стандартных методов. Поэтому необходимо адаптировать известные методы калибровки для собственных наборов ячеек. В современных анализаторах более удобным подходом является загрузка файла S1P (для SHORT, OPEN, LOAD) или S2P (для THRU), а не шаблонов для каждого эталона калибровки. Методика калибровки и программное приложение, описанные в данной работе, предназначены для использования специальных ячеек с файлами S1P/S2P в качестве эталонов калибровки.

В принципе, можно надежно измерить файлы S1P для коаксиальных разъемов SHORT, OPEN, LOAD; и файлы S2P для адаптера THRU. Соединения SHORT и OPEN можно просто выполнить с помощью коаксиальных соединений, а выводы LOAD и THRU можно изготовить для разъемов SMA и K-типа. Со стандартами, применяемыми к печатным платам, все сложнее. В этой ситуации мы не можем напрямую оценить их файлы S1P и S2P. Однако из-за их небольшого размера можно ожидать, что они будут «почти идеальными» до приблизительно

нескольких ГГц, как показывают исследования. «Идеально» означает, что $S(11, \text{Open}) = 1$, $S(11, \text{Short}) = -1$, $S(11, \text{Load}) = 0$ для любого диапазона частот. Поскольку сигнальные полосы будут связаны напрямую для THRU, $S21 = S12 = 1$, $S11 = 0$ и $S22 = 0$.

На Рисунке 2 показан пример дисперсии импеданса аморфного микропровода, измеренной с помощью модифицированной калибровки SOLT (идеальный калибровочный комплект пользователя, созданный на VNA).

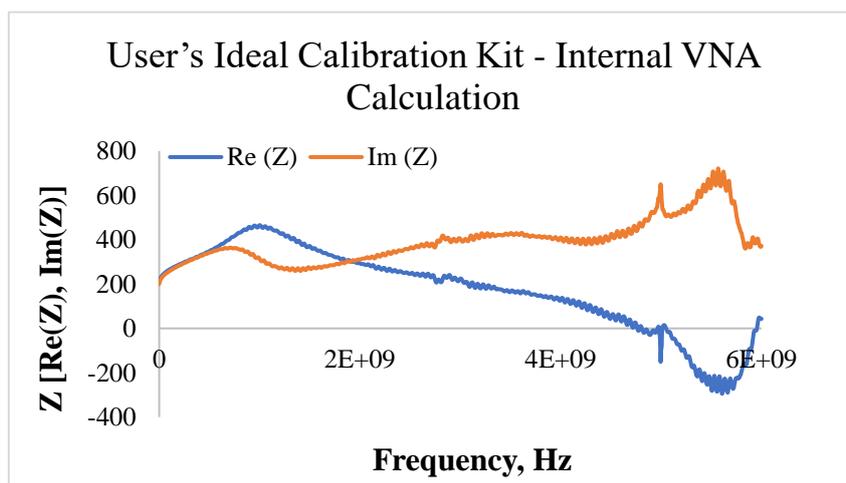


Рисунок 2 - Импедансные спектры аморфного $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d=25$ мкм, $D=35$ мкм) микропровода, полученные с помощью идеального калибровочного набора пользователя, созданного на VNA.

Из приведенного выше рисунка видно, что действительная часть импеданса с ростом частоты начинает уменьшаться, становясь отрицательной, а мнимая часть растет. Это нефизическое поведение вызвано временной задержкой, которая может зависеть от свойств материала провода или его покрытия. Было установлено, что образцы провода с почти одинаковым диаметром металлического сердечника могут демонстрировать совершенно разные времена задержки. Для устранения этого эффекта была применена дополнительная настройка с помощью созданной программы «DelayTimeCalculator.exe», описанной в данной работе.

Спектры импеданса после фазовой компенсации показаны на Рисунке 3. Резонанс, наблюдаемый на частоте около 5 ГГц, представляет собой паразитный электрический резонанс, связанный с открытыми выводами на калибровочной ячейке печатной платы. Его нельзя убрать, и нужна какая-то плавная интерполяция в этом диапазоне частот.

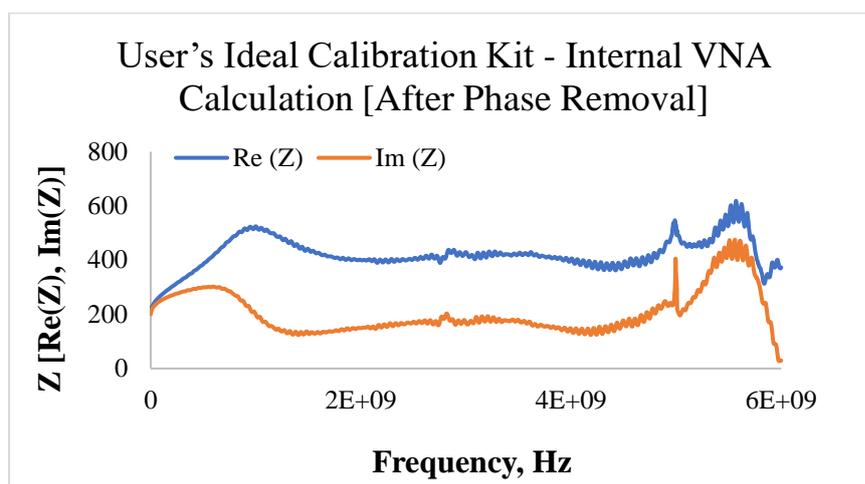


Рисунок 3 - Импедансные спектры, представленные на рисунке 2, после фазовой компенсации.

В четвертой главе приведены экспериментальные данные по статическим магнитным свойствам и импедансным характеристикам исследуемых образцов. Представлены результаты по влиянию отжига электрическим током на петли гистерезиса и, соответственно, на МИ характеристики при воздействии механических напряжений и температуры (для микропроводов с низкой температурой Кюри, T_c).

Исследования были разделены на две части: i) исследование высокочастотного импеданса при воздействии механических напряжений (стресс-МИ) для применения в датчиках механических напряжений, ii) исследование МИ вблизи температуры Кюри (T_c) для разработки датчиков температуры. Для первого цикла исследований использовались три типа образцов (в дальнейшем обозначены № 1-3), для второго - два типа (№ 4-5).

В первом разделе данной работы было проведено исследование проводов двух составов на основе Co ($\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ and $\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$) с очень близким относительным содержанием Co/Fe: 14.2 и 15,6 соответственно. Образцы проводов первого состава ($\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$) имели поперечные размеры: общий диаметр - $D=30$ мкм и $D=43$ мкм и диаметр металлической жилы- $d=25$ мкм и $d=35$ мкм, обозначаемые как образцы 1 и 2, соответственно. Образец 1 с меньшим диаметром был полностью аморфным, в то время как образец 2 имел частично кристаллизованную структуру, что было определено с помощью ДСК (дифференциальной сканирующей калориметрии). Образец провода второго состава ($\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$) с общим диаметром $D=26$ мкм и диаметром металлической жилы $d=14$ мкм (обозначается как Образец 3) производился в аморфном состоянии.

Образцы 1 и 2 имели прямоугольные петли гистерезиса, как показано на рисунках 5(а), (б), что связано с осевой легкой анизотропией. Интересно отметить, что для данных составов

аморфных сплавов магнитострикция должна быть отрицательна, то есть вклад магнитоупругих взаимодействий в магнитную анизотропию должен был бы приводить к циркулярной легкой анизотропии. Поэтому ожидалось, что все образцы будут иметь наклонные петли гистерезиса. Однако только образцы 3 показали ожидаемую петлю гистерезиса в исходном состоянии, как показано на рисунке 5(с).

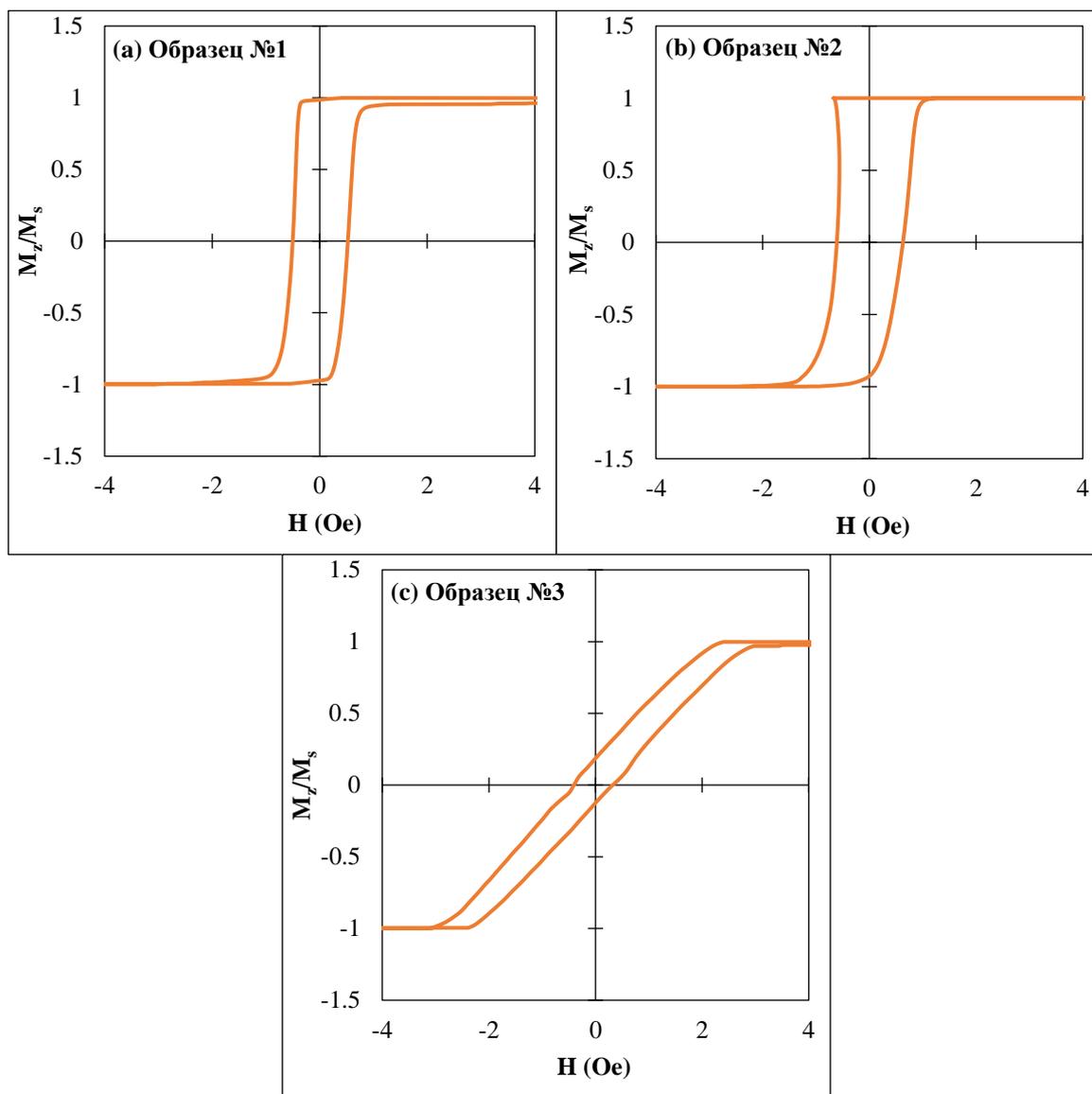


Рисунок 5 - Петли гистерезиса в магнитном поле вдоль оси провода (до токового отжига) при комнатной температуре для образцов состава: **(а)** $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$), **(b)** $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=35/43 \mu\text{m}$), and **(с)** $\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$ ($d/D=14/26 \mu\text{m}$). M_s – намагниченность насыщения, M_z – намагниченность вдоль направления магнитного поля.

Во всех случаях токовый отжиг использовался для модификации магнитострикции и анизотропии. Результаты изменения петель гистерезиса для образцов, подвергнутых токовому отжигу с различными значениями силы тока $I_{\text{ан}}$, показаны на рисунке 6. При отжиге с силой

тока, приводящей к нагреву выше температуры Кюри, не происходит формирование наведенной анизотропии, но при этом увеличивается магнитострикция, что усиливает осевую легкую анизотропию.

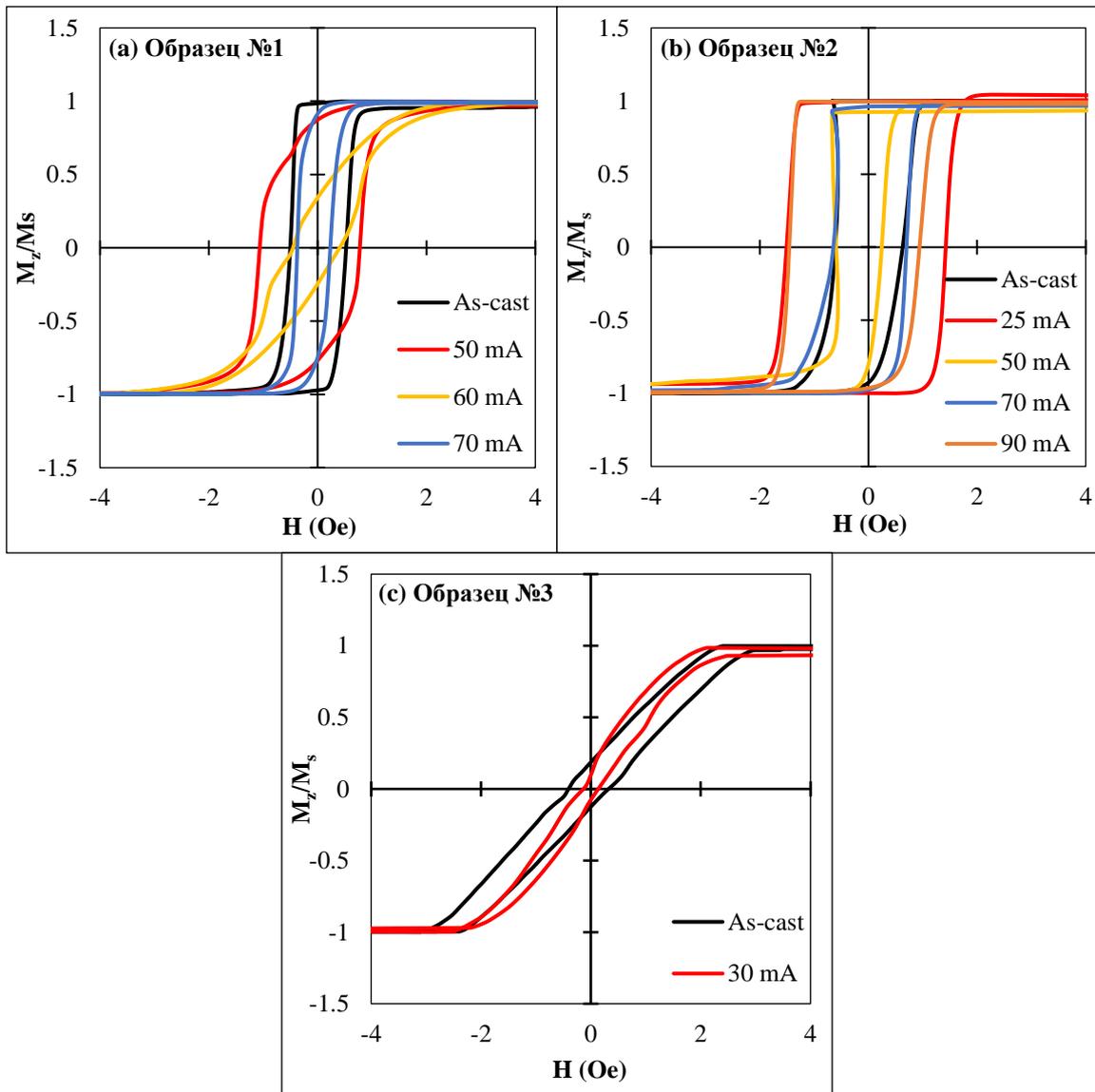


Рисунок 6 - Петли гистерезиса в магнитном поле вдоль оси провода при комнатной температуре для образцов, подвергнутых токовому отжигу, для различных составов и геометрии: **(а)** $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$), **(б)** $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=35/43 \mu\text{m}$), и **(в)** $\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$ ($d/D=14/26 \mu\text{m}$). M_s – намагниченность насыщения, M_z – намагниченность вдоль направления магнитного поля.

Далее исследовалась зависимость импеданса в высокочастотной области (до 2 ГГц) от магнитного поля для всех образцов. МИ показывает единичный пик в нулевом поле на относительно низких частотах (< 100 МГц) в случае аксиальной анизотропии, что и следовало ожидать (рисунок 7а, образец №1 до отжига). Чувствительность импеданса по отношению к внешнему полю значительно ниже, чем для материалов с поперечной (циркулярной

анизотропией). С увеличением частоты появлялись два симметричных пика, а поле в максимуме увеличивалось с увеличением частоты из-за увеличения частоты ферромагнитного резонанса. Также было замечено, что в случае аксиальной анизотропии чувствительность импеданса по полю выше для более высоких частот. Аналогичные импедансные характеристики наблюдались для образца №2, который также имел легкую аксиальную анизотропию. Таким образом, такое поведение предполагает, что в случае осевой анизотропии изменение значения анизотропии может сильно влиять на импеданс на повышенных частотах. Однако после отжига с оптимальным током образец №1 приобретал индуцированную циркулярную анизотропию и положительную магнитострикцию, что приводило к изменению формы кривых МИ – наблюдаются два пика даже при низких частотах (рисунок 7b).

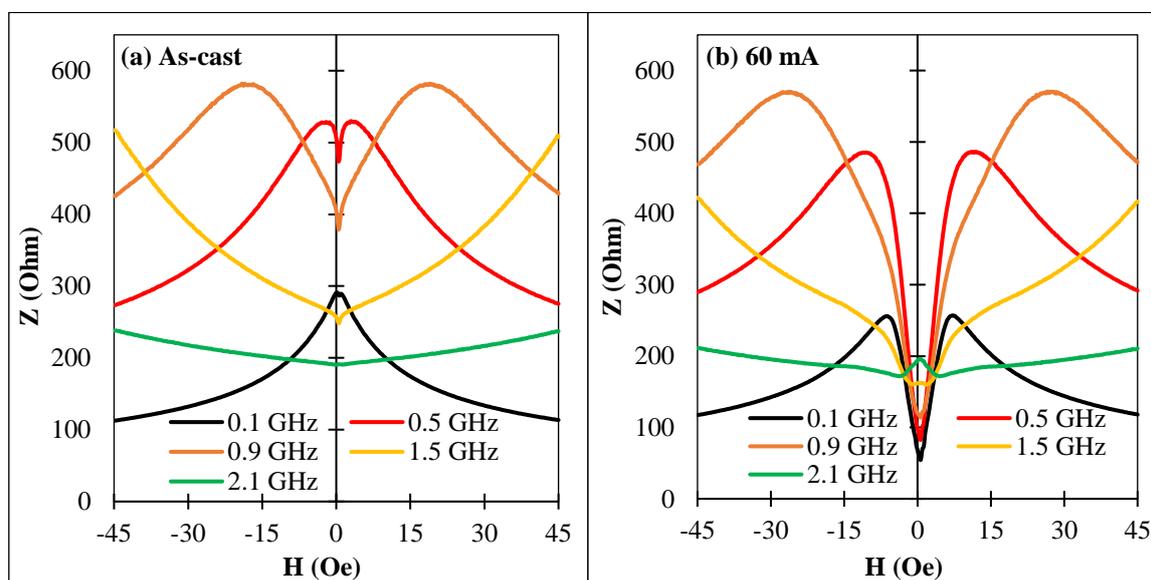


Рисунок 7 - МИ характеристики (в зависимости от магнитного поля) для образца состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$) (образец № 1) до отжига (а) и после отжига ($I_{\text{an}} = 60 \text{ mA}$ в течении 30 minutes) (b) для различных частот. Z соответствует амплитуде импеданса.

Образец 3 изначально имел циркулярную легкую ось, поэтому МИ характеристики имели 2 пика, как показано на рисунке 8(a). При увеличении частоты на импедансных кривых наблюдается излом (два различных градиента увеличения импеданса), что обусловлено влиянием дисперсии магнитной проницаемости. В этом случае большое изменение импеданса из-за переориентации намагниченности наблюдалось вплоть до частот ~ 2 ГГц, и соответствующие значения чувствительности составляли 42%/Э на частоте 1,5 ГГц и 26,6%/Э на частоте 2,1 ГГц. В этом случае отжиг током приводил к сочетанию наведенной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции, что формировало спиральный тип легкой анизотропии. Изменение магнитострикции после отжига было связано со структурной релаксацией и изменением атомной координации [29-30]. Изменение импеданса в малых

полях из-за переориентации намагниченности в этом случае было меньше (по сравнению с исходным образцом, имеющим циркулярную анизотропию) и быстро уменьшалось с увеличением частоты, как видно из рисунка 8(b).

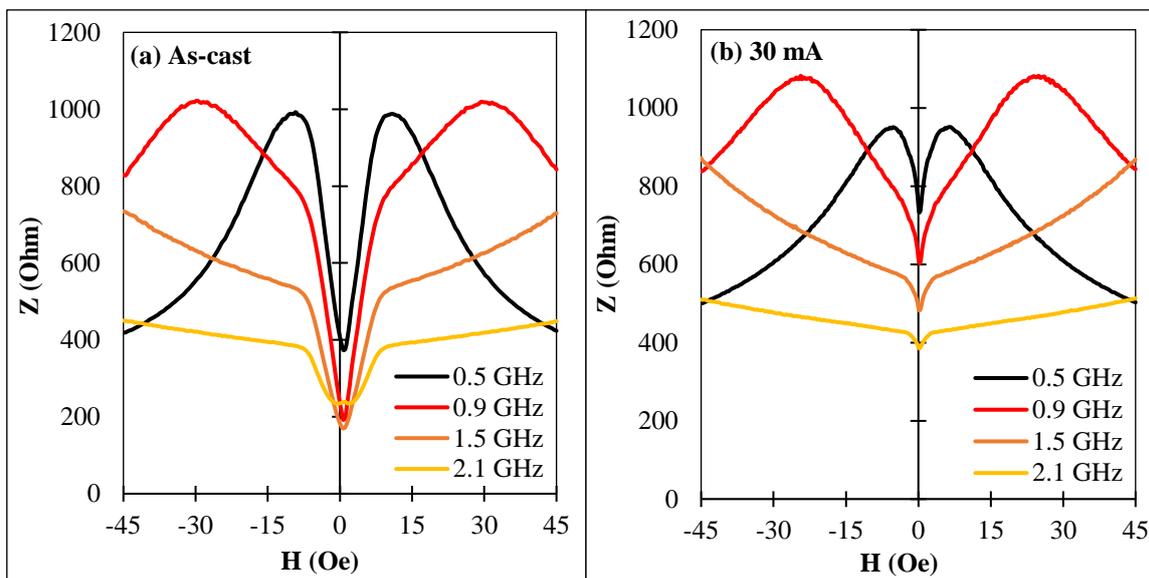


Рисунок 8 - Импеданс в зависимости от магнитного поля при различных частотах для микропровода состава $\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$ ($d/D=14/26$ мкм, образец № 3): до токового отжига (a) и после токового отжига ($I_{\text{ан}} = 30$ мА, время отжига - 30 минут) (b). Z соответствует амплитуде импеданса.

Предварительный анализ поведения МИ в системах с различной анизотропией был проведен с целью исследования влияния механических напряжений на импеданс. Для аморфных проводов, в которых реализуются следующие комбинации: осевая анизотропии и отрицательная магнитострикции (образец № 1, до отжига), циркулярная анизотропия и положительная магнитострикция (образец № 1, после отжига) растягивающее напряжение будет влиять на значение импеданса даже при нулевом магнитном поле, поскольку его действие должно изменять направление намагниченности. Соответствующие результаты приведены на рисунке 9.

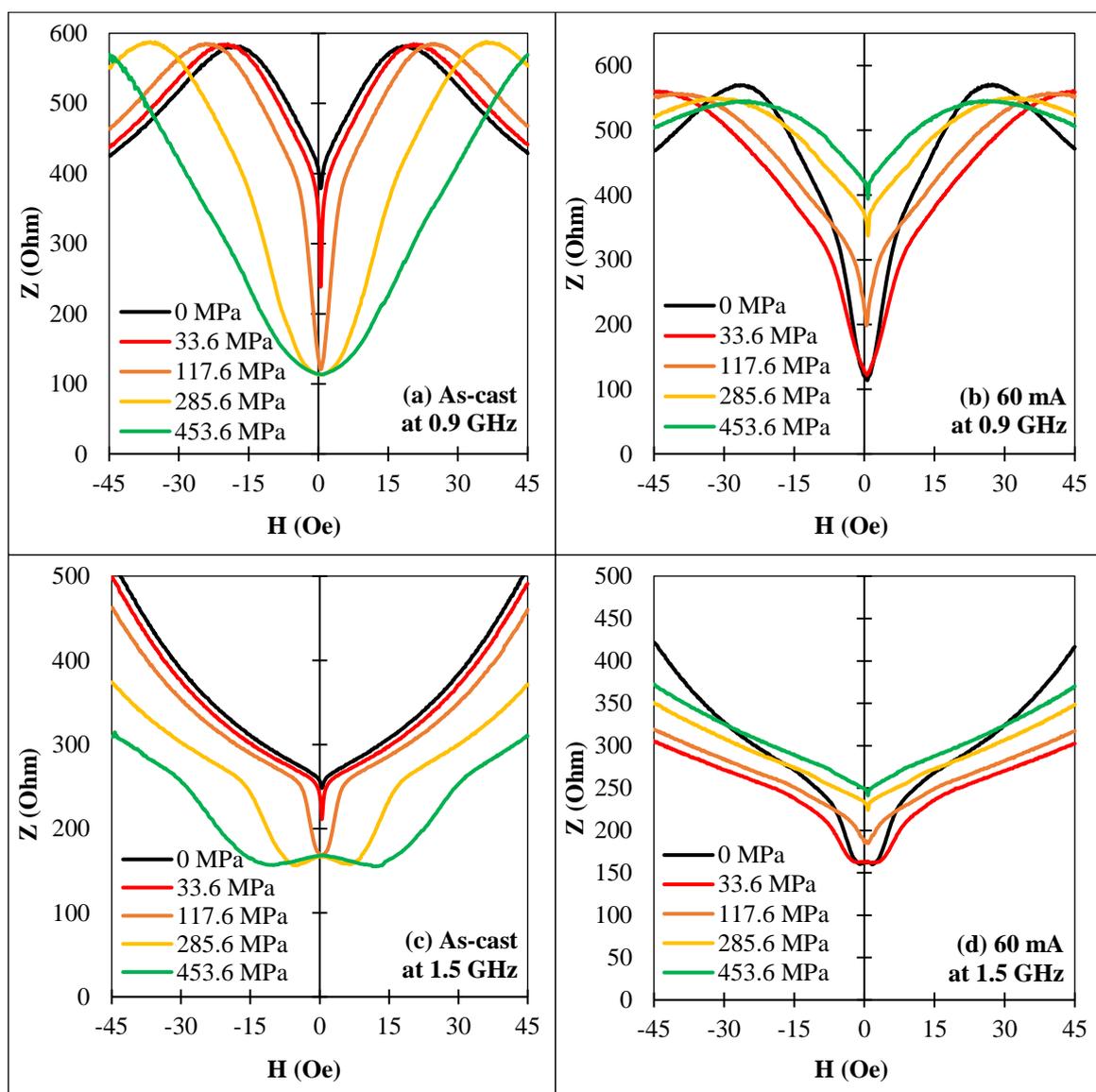


Рисунок 9 - Влияние растягивающего напряжения на МИ для проводов состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$, образец № 1) для различных частот: до отжига - (a,c), после отжига ($I_{\text{ан}} = 60 \text{ mA}$ в течении 30 минут) - (b,d). Z соответствует амплитуде импеданса.

Наиболее сильное изменение импеданса, вызванное воздействием растягивающего напряжения, наблюдалось для отожженного током провода, который имел сочетание наведенной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции. Значительный стресс-МИ эффект сохранялся до 1 ГГц, как показано на рисунке 10. Для диапазона 300 МПа импеданс увеличился почти в четыре раза на частоте 0,5 ГГц, а на частоте 1,5 ГГц изменение импеданса сохранялось на уровне 60%. Однако при дальнейшем увеличении частоты чувствительность изменения импеданса резко падает.

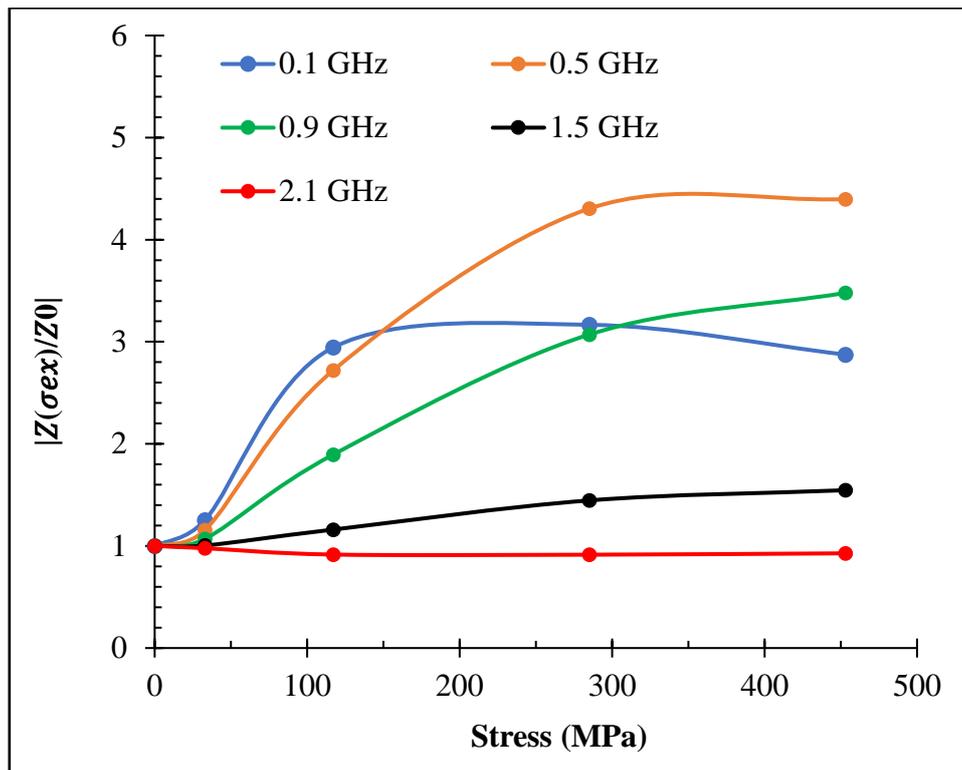


Рисунок 10 - Зависимость импеданса от механических напряжений для нулевого поля $Z(H = 0)$ для проводов состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$, образец № 1) после токового отжига ($I_{\text{ан}} = 60 \text{ mA}$ в течении 30 минут) для различных частот. $|Z(\sigma_{ex})/Z_0| = |Z(H = 0, \sigma_{ex})/Z(H = 0, \sigma_{ex} = 0)|$. σ_{ex} – внешние растягивающие напряжение.

На рисунке 11 приводится сравнение поведения импеданса в нулевом поле под действием напряжения для образца №2 после различных условий отжига. Было замечено, что с увеличением тока отжига чувствительность импеданса к напряжению снижалась на более низких частотах, но увеличивалась на более высоких частотах. Так, для провода, отожженного током 90 мА, на частоте 2,1 ГГц импеданс увеличился примерно на 300 % при приложении напряжения 450 МПа.

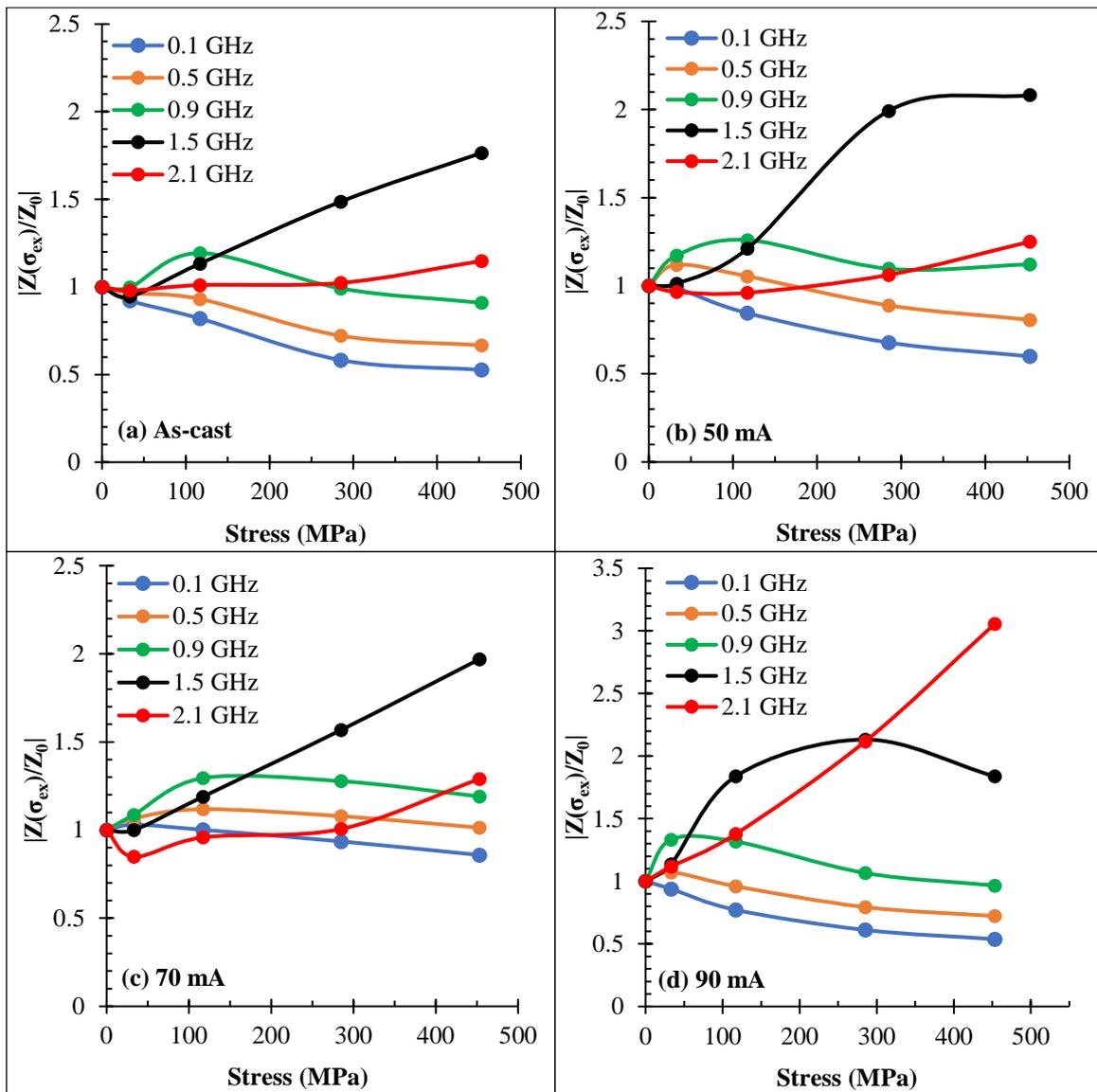


Рисунок 11 - Зависимость импеданса от растягивающих напряжений при нулевом поле Z ($H = 0$) для микропроводов состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=35/43 \mu\text{m}$, образец № 2) до отжига (a) и после отжига (в течении 30 мин): $I_{\text{an}} = 50 \text{ mA}$ (b), 70 mA (c), и 90 mA (d) для различных частот. $|Z(\sigma_{ex})/Z_0| = |Z(H = 0, \sigma_{ex})/Z(H = 0, \sigma_{ex} = 0)|$. σ_{ex} – приложенные напряжения.

В случае образца с циркулярной анизотропией и отрицательной магнитострикцией воздействие растягивающего напряжения приводит к увеличению циркулярной анизотропии, что приводит к уширению импедансных графиков, как показано на рисунке 12.

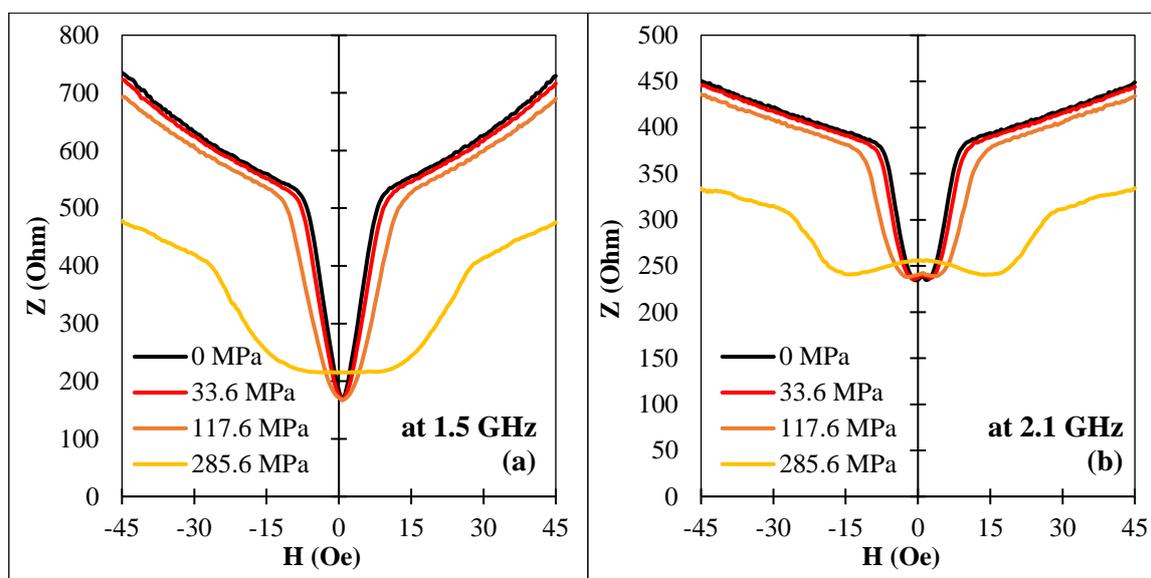


Рисунок 12 - Влияние растягивающего напряжения на МИ для $\text{Co}_{66.6}\text{Fe}_{4.28}\text{B}_{11.51}\text{Si}_{14.48}\text{Ni}_{1.44}\text{Mo}_{1.69}$ провода ($d/D=14/26 \mu\text{m}$, образец № 3) при различных частотах: (a) 1,5 ГГц and (b) 2,1 ГГц. Z соответствует амплитуде импеданса.

В этом случае для достижения значительных изменений импеданса требуются более высокие значения напряжения и дополнительные магнитные поля.

Следующая серия исследований посвящена изучению поведения импеданса вблизи температуры Кюри (T_c). Рассматривались микропровода составов: $\text{Co}_{27.4}\text{Fe}_5\text{B}_{12.26}\text{Si}_{12.26}\text{Ni}_{43.08}$ ($T_c = 48 \text{ }^\circ\text{C}$) и $\text{Co}_{64.82}\text{Fe}_{3.9}\text{B}_{10.2}\text{Si}_{12}\text{Cr}_9\text{Mo}_{0.08}$ ($T_c = 61 \text{ }^\circ\text{C}$), которые имели следующие размеры: общий диаметр $D=37 \mu\text{m}$ и $D=29 \mu\text{m}$ и диаметр металлической жилы $d=31 \mu\text{m}$ и $d=17 \mu\text{m}$, соответственно. В дальнейшем обозначаются как образцы № 4 и № 5. Поведение петель гистерезиса в образце № 4 до и после токового отжига ($I_{\text{ан}}=25 \text{ mA}$ в течение 30 минут) представлено на рисунке 13 для различных температур вплоть до температуры Кюри.

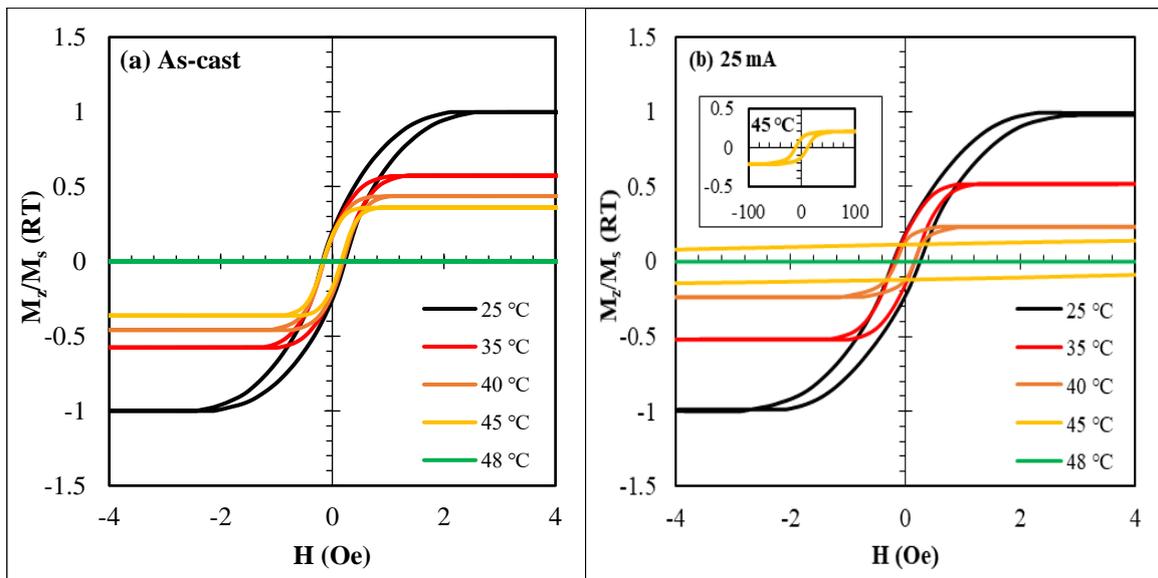


Рисунок 13 - Петли гистерезиса в магнитном поле вдоль оси провода для образца № 4 при различных температурах ($\text{Co}_{27.4}\text{Fe}_5\text{B}_{12.26}\text{Si}_{12.26}\text{Ni}_{43.08}$; $d/D=31/37 \mu\text{m}$). (a)-до отжига, (b)- после отжига ($I_{\text{an}} = 25\text{mA}$ в течении 30 минут). Температура Кюри для этого состава $T_c = 48 \text{ }^\circ\text{C}$. M_s - намагниченность насыщения, M_z – проекция намагниченности вдоль оси.

Рисунок 13(a) показывает, что форма петли гистерезиса почти не изменяется вплоть до T_c . Такое поведение важно для сенсорных приложений. Отжиг не приводит к изменению характера перемангничивания (рисунок 13 b), так как в этом случае температура отжига выше температуры Кюри и не происходит формирование наведенной анизотропии. Отжиг частично снимает внутренние напряжения, но изменения в анизотропии происходят только при температурах, близких к T_c .

В силу циркулярной анизотропии МИ характеристики имеют форму с двумя пиками при полях, равных полю анизотропии. С увеличением температуры величина пиков уменьшается, и вся кривая спускается вниз. На рисунке 14 представлены температурные зависимости импеданса для различных частот для образца №4 в присутствии поля порядка поля анизотропии (H_k). На частоте 0.5 ГГц вблизи T_c , импеданс уменьшается приблизительно на 78% и 70% для образца до отжига и после отжига, соответственно. То есть в данном случае отжиг не приводит к более чувствительному температурному поведению импеданса на низких частотах. Однако, при увеличении частоты температурные изменения импеданса оказываются более существенными для провода после токового отжига – порядка 28% на частоте 2,1 ГГц, тогда как эти изменения незначительны для провода в исходном состоянии.

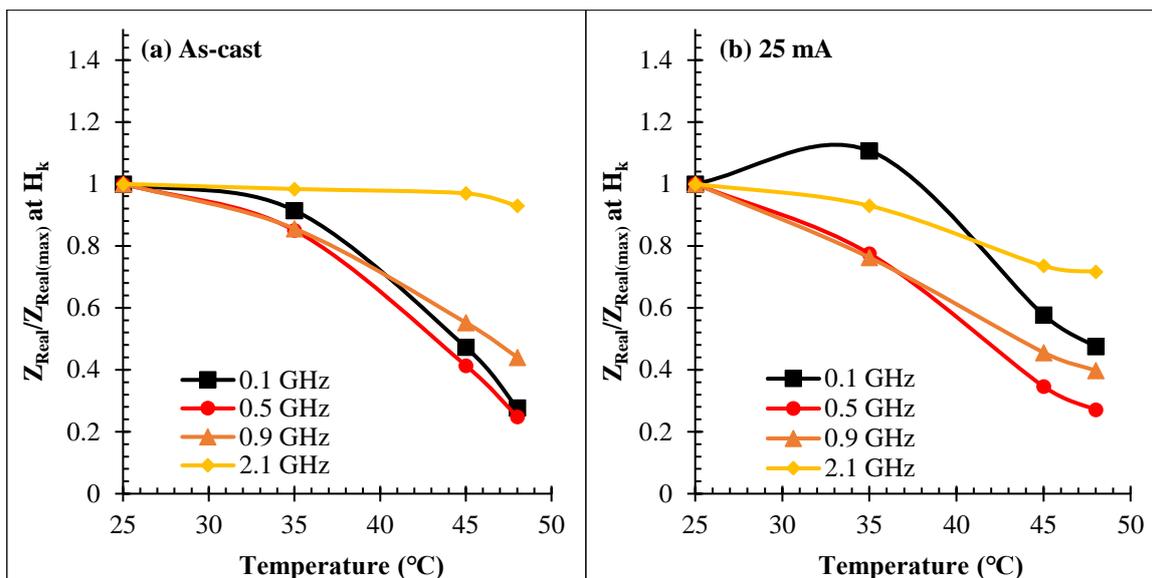


Рисунок 14 - Температурные зависимости МИ на различных частотах в присутствии поля, порядка поля анизотропии (H_k), для провода состава $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ ($d/D=31/37 \mu m$), образец № 4. **(a)**- до отжига, **(b)**- после отжига ($I_{an} = 25mA$, 30 минут), Z_{Real} соответствует реальной части импеданса, $Z_{Real(max)}$ – значение этой величины, наблюдаемое при комнатной температуре и внешнем поле, равном полю анизотропии (~ 4 Э при комнатной температуре и низких частотах).

Рисунок 15 показывает кривые гистерезиса для образца №5 состава $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$. Для него характерна осевая анизотропия и почти прямоугольные петли гистерезиса. В этом случае также не происходит изменения форм петель гистерезиса при подходе к температуре Кюри.

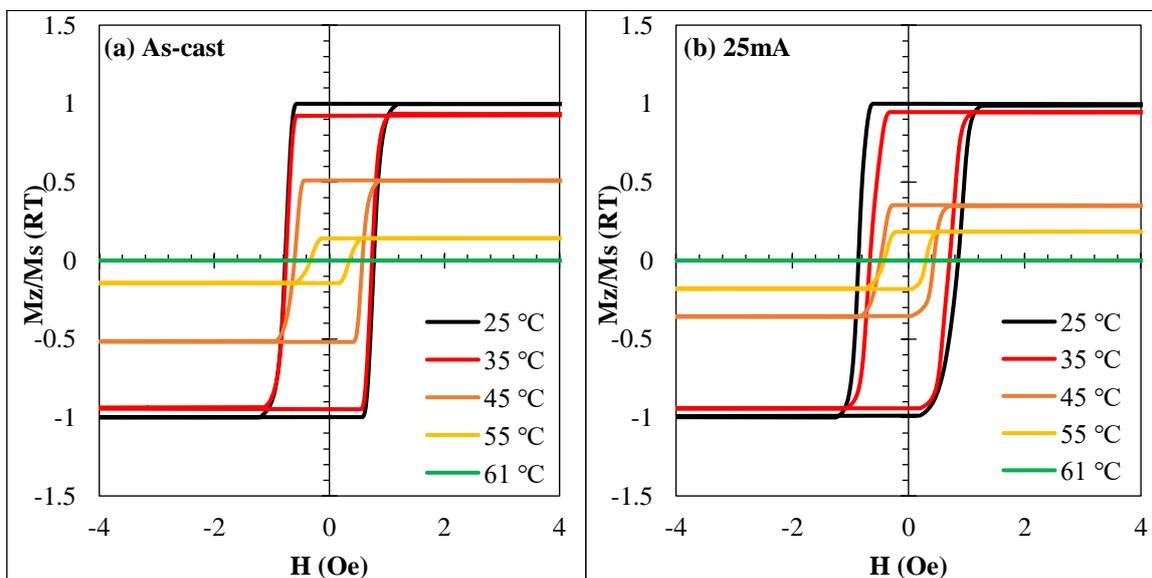


Рисунок 15 - Кривые гистерезиса для образца № 5 ($\text{Co}_{64.82}\text{Fe}_{3.9}\text{B}_{10.2}\text{Si}_{12}\text{Cr}_9\text{Mo}_{0.08}$, $d/D=17/29$ μm) для различных температур. ($T_c = 61$ °C) (a)- до отжига, (b)- после отжига ($I_{\text{an}} = 25\text{mA}$, 30 минут).

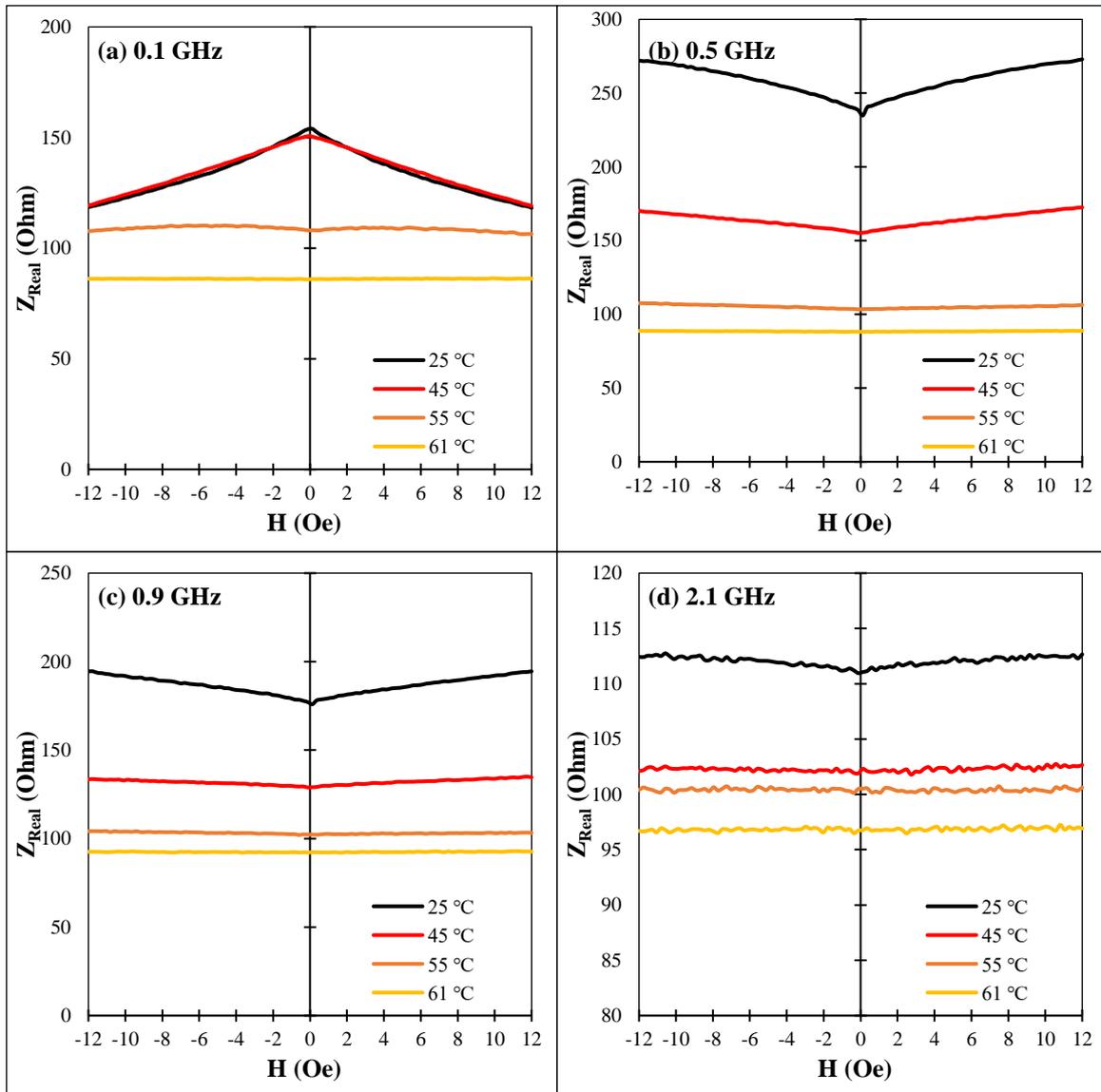


Рисунок 16 - МИ характеристики для образца № 5 до отжига для различных температур. Z_{Real} соответствует реальной части импеданса.

На Рисунке 16 представлена серия МИ характеристик для образца №5 до отжига при различных температурах. Осевая анизотропия приводит к слабой зависимости импеданса от поля для всех температур, однако зависимость импеданса от температуры ярко выражена. В данном случае присутствие дополнительного поля смещения не требуется для реализации значительной зависимости импеданса от температуры.

При увеличении частоты (до 2 ГГц), сохраняется значительное уменьшение импеданса при приближении к T_c , хотя чувствительность падает и составляет около 67% и 13%, соответственно на частотах 0,1 ГГц и 2.1 Гц.

ВЫВОДЫ

- I. Разработана специализированная SOLT-калибровка с микрополосковыми ячейками для измерения импеданса микропроводов в ГГц области частот с учетом эффектов запаздывания. Модифицированный метод калибровки SOLT со специально разработанными полосковыми ячейками на печатной плате может позволить проводить индивидуальные и точные измерения импеданса в микроволновом диапазоне, что весьма полезно для разработки различных дистанционных датчиков и сенсорных материалов, работающих в микроволновом диапазоне.
- II. Для реализации различных комбинаций легкой анизотропии и магнитострикции успешно применялся токовый отжиг аморфных и частично кристаллических проводов. Например, в микропроводах состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ ($d/D=25/35 \mu\text{m}$, образец № 1), подвергнутых токовому отжигу ($I_{\text{ан}} = 60 \text{ mA}$ в течении 30 минут), сочетание наведенной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции формировало спиральный тип легкой анизотропии.
- III. Исследованы два механизма достижения значительного МИ на ГГц частотах: (i) за счет переориентации статической намагниченности под действием внешних факторов (магнитного поля, механических напряжений); (ii) за счет дисперсии магнитной проницаемости, зависящей от анизотропии, магнитного поля и температуры. В первом случае чувствительность импеданса к внешним факторам уменьшается с увеличением частоты, тогда как второй механизм обуславливает увеличение чувствительности при повышенных частотах.
- IV. Проведено исследование влияния механических напряжений на высокочастотный магнитоимпеданс (стресс-МИ) в аморфных и частично кристаллических микропроводах из сплавов на основе Co с различной анизотропией и магнитострикцией. Были продемонстрированы оба механизма большой чувствительности МИ к механическим напряжениям на ГГц частотах (до 60 % на 100 МПа).
- V. Особый интерес для сенсорных приложений может представлять стресс-МИ в частично кристаллических микропроводах, подвергнутых токовому отжигу (90 mA), что приводит к увеличению магнитной анизотропии за счет магнитоупругих взаимодействий. В этом случае на частоте 2 ГГц наблюдалось увеличение импеданса

на 300% под действием механических напряжений 450 МПа в отсутствие магнитного поля.

- VI. Для достижения значительной температурной зависимости МИ были выбраны составы сплавов с повышенным содержанием Ni и Cr, обеспечивающие относительно низкие температуры Кюри ($T_c \sim 50-60^\circ\text{C}$), что может быть важно для приложений. Добавление Ni в аморфный сплав позволяет не только снизить T_c , но и уменьшить магнитострикцию, которая становится отрицательной. Это приводит к циркулярной легкой анизотропии. Добавление Cr в аморфные сплавы быстро снижает T_c и увеличивает магнитострикцию до положительных значений, что приводит к осевой легкой анизотропии. Таким образом, выбранные образцы микропроводов составов $\text{Co}_{27,4}\text{Fe}_5\text{B}_{12,26}\text{Si}_{12,26}\text{Ni}_{43,08}$ ($T_c = 48^\circ\text{C}$) и $\text{Co}_{64,82}\text{Fe}_{3,9}\text{B}_{10,2}\text{Si}_{12}\text{Cr}_9\text{Mo}_{0,08}$ ($T_c = 61^\circ\text{C}$) позволили исследовать поведение МИ вблизи температуры Кюри для различных типов анизотропии.
- VII. Было продемонстрировано, что магнитоимпедансные характеристики аморфных микропроводов существенно изменяются при изменении температуры вблизи температуры Кюри, что обусловлено соответствующим поведением намагниченности насыщения и магнитострикции. Соответственно относительное изменение импеданса $\Delta Z/Z$ зависело от типа анизотропии, постоянного магнитного поля и частоты.
- VIII. Для микропроводов состава $\text{Co}_{27,4}\text{Fe}_5\text{B}_{12,26}\text{Si}_{12,26}\text{Ni}_{43,08}$ с циркулярной легкой анизотропией наибольшее изменение импеданса вблизи T_c происходит при воздействии постоянного поля порядка поля анизотропии. Это может быть полезно для приложений, в которых поле смещения обеспечивает дополнительные функции. В случае микропроводов состава $\text{Co}_{64,82}\text{Fe}_{3,9}\text{B}_{10,2}\text{Si}_{12}\text{Cr}_9\text{Mo}_{0,08}$ с аксиальной легкой анизотропией изменение импеданса вблизи T_c практически не зависит от присутствия внешнего магнитного поля. Это представляет интерес для использования микропроводов в качестве встроенных сенсорных элементов в естественной среде, когда поле смещения отсутствует. Вблизи T_c в обоих случаях изменения импеданса с температурой могут достигать 40-70% в диапазоне частот 0,1- 1,5 ГГц.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Chiriac, H., Lupu, N., Stoian, G., Ababei, G., Corodeanu, S., & Óvári, T. A., Ultrathin nanocrystalline magnetic wires // *Crystals*, 7(2) (2017) 48.
- [2] Vazquez, M., *Magnetic Nano- and Microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications* // second Ed., Woodhead Publ. Elsevier: Cambridge, UK (2020).

- [3] Larin, V. S., Torcunov, A. V., Zhukov, A., Gonzalez, J., Vazquez, M., & Panina, L., Preparation and properties of glass-coated microwires // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 249(1-2) (2002) 39-45.
- [4] Volchkov, S. O., Pasyukova, A. A., Derevyanko, M. S., Bukreev, D. A., Kozlov, N. V., Svalov, A. V., & Semirov, A. V., Magnetoimpedance of CoFeCrSiB ribbon-based sensitive element with FeNi covering: Experiment and modeling // *Sensors*, 21(20) (2021) 6728.
- [5] Uchiyama, T., Mohri, K., Honkura, Y., & Panina, L. V., Recent advances of pico-Tesla resolution magneto-impedance sensor based on amorphous wire CMOS IC MI sensor // *IEEE Transactions on magnetics*, 48(11) (2012) 3833-3839.
- [6] Zhukova, V., Corte-Leon, P., Ipatov, M., Blanco, J. M., Gonzalez-Legarreta, L., & Zhukov, A., Development of magnetic microwires for magnetic sensor applications // *Sensors*, 19(21) (2019) 4767.
- [7] Vázquez, M., Chiriac, H., Zhukov, A., Panina, L., & Uchiyama, T., *Phys. Status Solidi Appl. // Mater. Sci*, 208 (2011) 493.
- [8] Qin, F., & Peng, H. X., Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials // *Progress in Materials Science*, 58(2) (2013) 183-259.
- [9] Allue, A., Corte-León, P., Gondra, K., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J. M., Gonzalez, J., Churyukanova, M., Taskaev, S., & Zhukov, A., Smart composites with embedded magnetic microwire inclusions allowing non-contact stresses and temperature monitoring // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 120 (2019) 12-20.
- [10] Uchiyama, T., & Takiya, T., Development of precise off-diagonal magnetoimpedance gradiometer for magnetocardiography // *AIP Advances*, 7(5) (2017) 056644.
- [11] Óvári, T. A., Rotărescu, C., Ațițoiaie, A., Corodeanu, S., Lupu, N., & Chiriac, H., Magnetic anisotropy in rapidly quenched amorphous glass-coated nanowires // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 410 (2016) 100-104.
- [12] Zhukova, V., Blanco, J. M., Ipatov, M., Churyukanova, M., Taskaev, S., & Zhukov, A., Tailoring of magnetoimpedance effect and magnetic softness of Fe-rich glass-coated microwires by stress-annealing // *Scientific Reports*, 8(1) (2018) 1-14.
- [13] Popov, V. V., Berzhansky, V. N., Gomonay, H. V., & Qin, F. X., Understanding of double-curvature shaped magnetoimpedance profiles in Joule-annealed and tensioned microwires at 8–12 GHz // *Journal of Applied Physics*, 117(17) (2015) 17A322.
- [14] Zhao, Y., Wang, Y., Estevez, D., Qin, F., Wang, H., Zheng, X., Makhnovskiy, D., & Peng, H., Novel broadband measurement technique on PCB cells for the field-and stress-dependent impedance in ferromagnetic wires // *Measurement Science and Technology*, 31(2) (2019) 025901.

- [15] Honkura, Y., & Honkura, S., The development of ASIC type GSR sensor driven by GHz pulse current // *Sensors*, 20(4) (2020) 1023.
- [16] Panina, L. V., Yudanov, N. A., Morchenko, A. T., Kostishyn, V. G., Makhnovskiy, D. P., Off-diagonal magnetoimpedance in amorphous microwires for low-field magnetic sensors // *Physica status solidi (a)*, 213(2) (2016) 341-349.
- [17] Moya, A., Archilla, D., Navarro, E., Hernando, A., & Marín, P., Scattering of microwaves by a passive array antenna based on amorphous ferromagnetic microwires for wireless sensors with biomedical applications // *Sensors*, 19(14) (2019) 3060.
- [18] Herrero-Gómez, C., Aragón, A. M., Hernando-Rydings, M., Marín, P., Hernando, A., Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire // *Applied physics letters*, 105(9) (2014) 092405.
- [19] Aragón, A. M., Hernando-Rydings, M., Hernando, A., & Marín, P., Liquid pressure wireless sensor based on magnetostrictive microwires for applications in cardiovascular localized diagnostic // *AIP Advances*, 5(8) (2015) 087132.
- [20] Zhao, Y. J., Zheng, X. F., Qin, F. X., Estevez, D., Luo, Y., Wang, H., & Peng, H. X., A self-sensing microwire/epoxy composite optimized by dual interfaces and periodical structural integrity // *Composites Part B: Engineering*, 182 (2020) 107606.
- [21] López-Domínguez, V., García, M. A., Marín, P., & Hernando, A., Measurement of the magnetic permeability of amorphous magnetic microwires by using their antenna resonance. Review of Scientific Instruments, 88(12) (2017) 124704.
- [22] Panina, L. V., Makhnovskiy, D. P., Beklemisheva, A. V., Salem, M., & Yudanov, N. A., Functional magnetoelectric composites with magnetostrictive microwires // *SN Applied Sciences*, 1(3) (2019) 1-8.
- [23] Kilinc, M., Garcia, C., Eginligil, M., Wang, J., & Huang, W., De-embedding zero-field signal in high-frequency magneto-impedance measurements of soft ferromagnetic materials // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 484 (2019) 424-429.
- [24] Jiles, D. C., Recent advances and future directions in magnetic materials // *Acta materialia*, 51(19) (2003) 5907-5939.
- [25] Durand, J., Magnetic properties of metallic glasses // In *Glassy Metal II*, Springer, Berlin, Heidelberg, (1983) 343-385.
- [26] Gonzalez, J., & Zhukov, A., Amorphous magnetic materials for sensors. *ChemInform*, 40(30).
- [27] Herzer, G. (2011). Amorphous and nanocrystalline materials // *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, (2009) 149-156.
- [28] Taylor, G. F., A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses // *Physical Review*, 23(5) (1924) 655.

[29] Thiabgoh, O., Shen, H., Eggers, T., Galati, A., Jiang, S., Liu, J. S., Li, Z., Sun, J. F., Srikanth, H., & Phan, M. H., Enhanced high-frequency magneto-impedance response of melt-extracted Co_{69.25}Fe_{4.25}Si₁₃B_{13.5} microwires subject to Joule annealing // *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 1(1) (2016) 69-74.

[30] Vázquez, M., González, J., & Hernando, A., Induced magnetic anisotropy and change of the magnetostriction by current annealing in Co-based amorphous alloys // *Journal of magnetism and magnetic materials*, 53(4) (1986) 323-329.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЕ

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ и входящих в базу данных WOS/Scopus

1. Panina, L., Dzhumazoda, A., Nematov, M., **Alam, J.**, Trukhanov, A., Yudanov, N., Morchenko, A., Rodionova, V., & Zhukov, A., Soft magnetic amorphous microwires for stress and temperature sensory applications // *Sensors*, 19(23) (2019) 5089.

2. **Alam, J.**, Bran, C., Chiriac, H., Lupu, N., Óvári, T. A., Panina, L. V., Rodionova V., Varga, R., Vazquez, M., Zhukov, A., Cylindrical micro and nanowires: Fabrication, properties and applications // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 513 (2020) 167074.

3. **Alam, J.**, Nematov, M., Yudanov, N., Podgornaya, S., & Panina, L., High-Frequency Magnetoimpedance (MI) and Stress-MI in Amorphous Microwires with Different Anisotropies // *Nanomaterials*, 11(5) (2021) 1208.

4. Nematov, M. G., Kolesnikova, V., Evstigneeva, S. A., **Alam, J.**, Yudanov, N. A., Samokhvalov, A. A., Andreev, N., Podgornaya, S. V., Soldatov, I., Schaefer, R., Rodionova, V., & Panina, L. V., Excellent soft magnetic properties in Co-based amorphous alloys after heat treatment at temperatures near the crystallization onset // *Journal of Alloys and Compounds*, 890, (2022)161740.

Тезисы конференции Eastmag 2022

Alam, J., Zedan, A., Mosharov, D., Nematov, M. G., Yudanov, N.A., Panina, L. V., Kostishin, V. G., High frequency magnetoimpedance (MI) in amorphous microwires with different anisotropy near the Curie temperature // In Book of Abstracts of VIII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism», 2 (2022) 188.