eman ta zabal zazu
Universidad del País Vasco
Euskal Herriko Unibertsitatea
ikerbasque
Basque Foundation for Science

The University of the Basque Country
Faculty of Chemistry
Department of Material Physics
Magnetism Research Group

Формирование магнитомягких свойств и ГМИ эффект магнитомягкого микропровода

Жуков А. [1,2],
[1]*Dpto. Fisica de Materiales, Fac. Quimicas, UPV/EHU, 20009 San Sebastian, Spain*
[2]*IKERBASQUE, Basque Foundation for Science, 48011 Bilbao, Spain*
(М. Ипатов, В.Жукова, А Талаат ...)

XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС–15) , г. Екатеринбург, Россия 13 ноября 2014

Фин. Поддержка: Spanish MINECO under MAT2013-47231-C2-1-P,
Мин. Образования РФ 14.587.21.010, EU, FP7 (EM-safety project)

Содержание

-Введение.

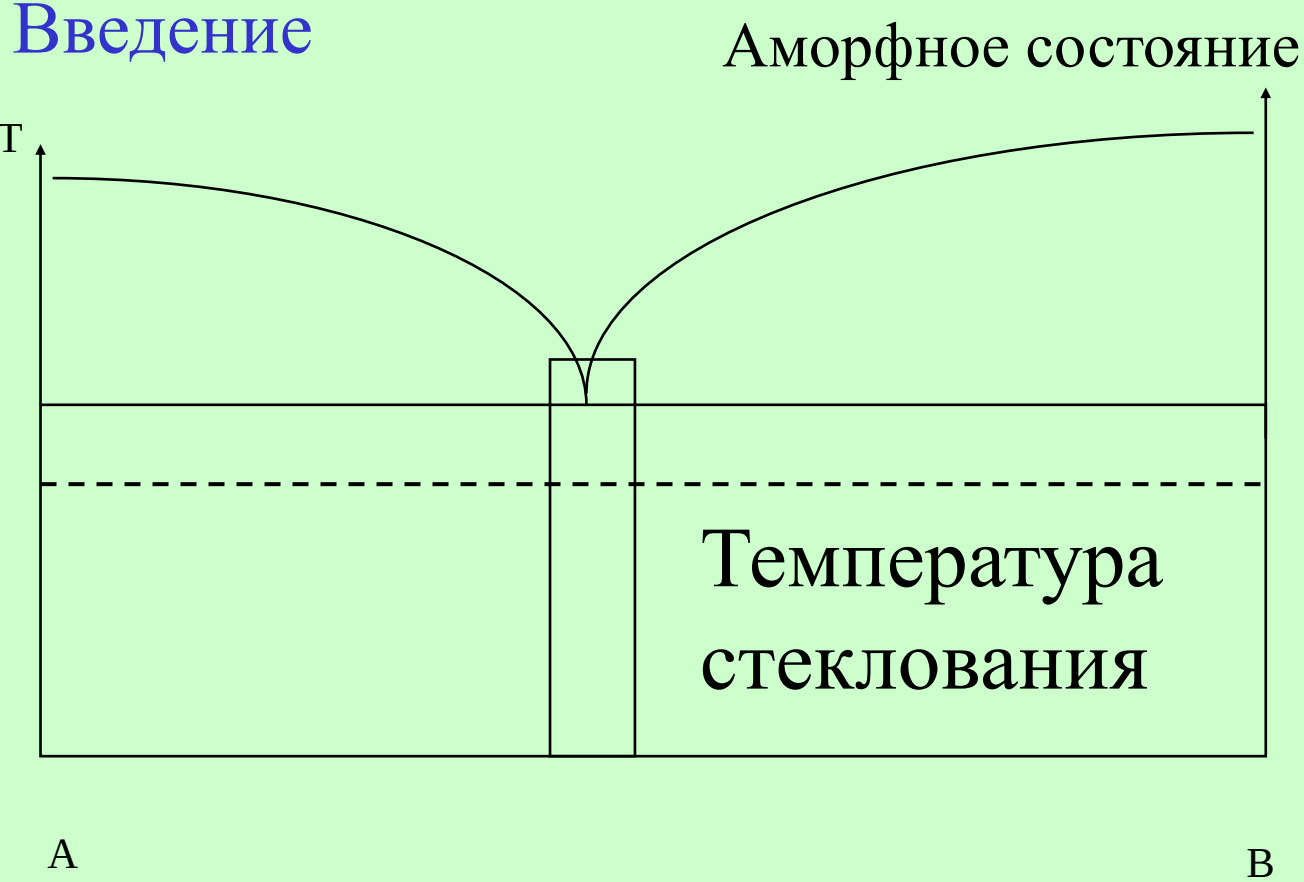
- Методы и образцы

- Исследования аморфных микропроводов, их магнитных свойств и эффекта ГМИ, зависимость этих свойств от различных видов технологической обработки.

-Способы управления магнитными свойствами и магнитоимпеданса микропровода. Внутренние напряжения, наведенная анизотропия, преходный слой и нанокристаллизация.

- Выводы и заключение

Введение



Развитие современных отраслей промышленности тесно связано с получением новых магнитных материалов.

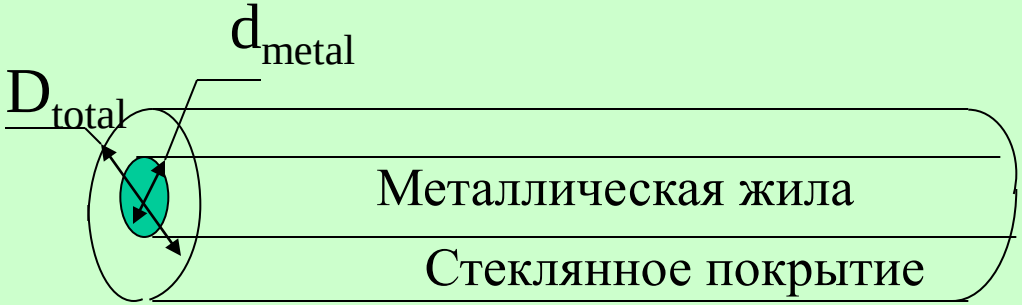
Быстрая закалка расплава- получение аморфных, нанокристаллических и метастабильных материалов

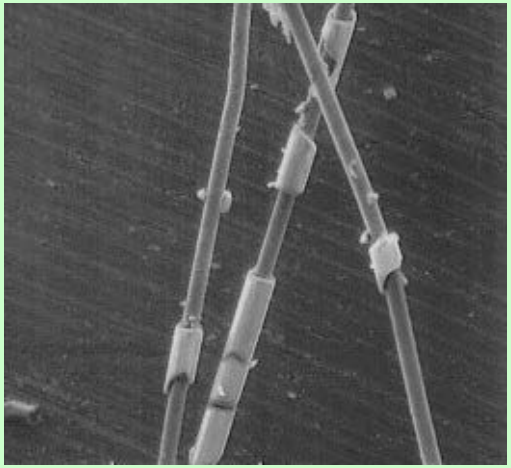
Быстрая закалка расплава приводит к получению твёрдых тел со структурой подобной жидкому – металлических стёкол.
Отсутствие дефектов –высокие магнито-мягкие свойства и эффект ГМИ .

Для аморфных материалов магнитокристаллическая анизотропия является пренебрежимо малой

Получение микропровода

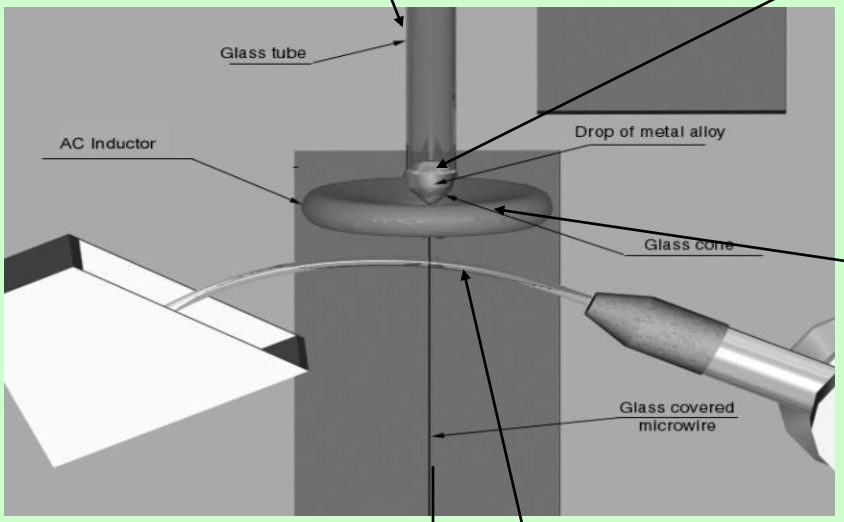
- Составы на основе Co, Ni , Fe и Cu





стеклянная ампула

расплав



ВЧ индуктор

типичные размеры:
Общий диаметр 3-40 мкм
Диаметр металлической жилы 1-30 мкм
Толщина стеклянного покрытия 1-10 мкм
Длина - от 100 м до 10 км на 1 катушке

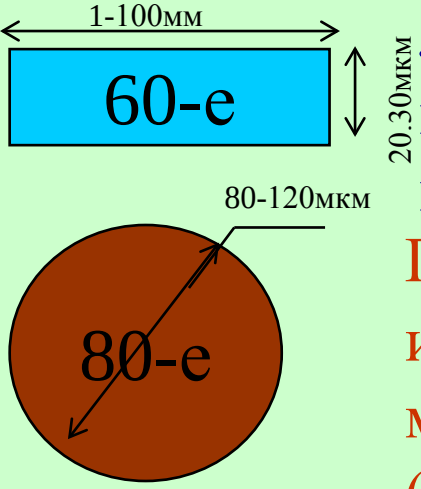
охлаждающая жидкость

приёмная катушка

Метод был известен в СССР с 60-х годов, но не был применён к магнитным материалам

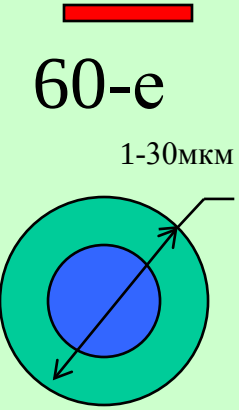
Сравнение микропровода с другими аморфными магнитными материалами

Годы



Ленты, поперечное сечение, $\Phi \geq 4 \cdot 10^4$ мкм^2, быстрый и дешёвый процесс получения, высокие магнито-мягкие свойства, слишком велики для микросенсоров

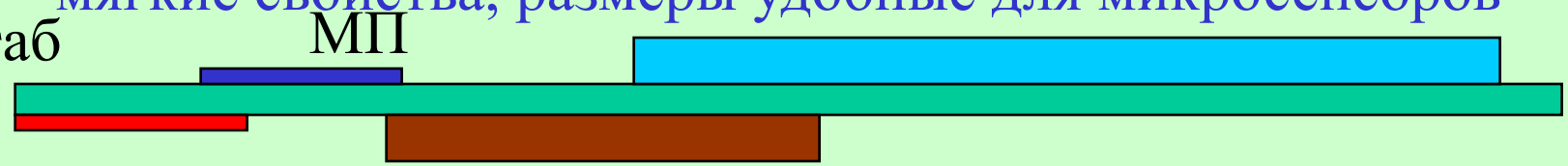
Провода, поперечное сечение $\Phi \geq 2 \cdot 10^3$ мкм^2, быстрый и дешёвый процесс получения, высокие магнито-мягкие свойства, слишком велики для микросенсоров (критическая длина для бистабильности около 7 см)



Тонкие плёнки, поперечное сечение $0.1 \leq \Phi \leq 10^2$ мкм^2, медленный и дорогостоящий процесс получения, магнито-мягкие свойства хуже, хорошее сочетание с процессом получения интегральных схем, влияние подложки

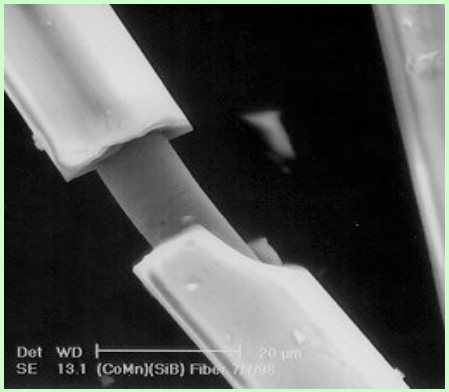
микропровод, поперечное сечение $4 \leq \Phi \leq 2 \cdot 10^3$ мкм^2, быстрый и дешёвый процесс получения, высокие магнито-мягкие свойства, размеры удобные для микросенсоров

Масштаб



Введение

Свойства интересные с точки зрения фундаментальной науки и применений:



-Тонкие диаметры (влияние размагничивающего фактора мало) и разнообразная и идеально Цилиндрическая геометрия (диаметры от ~1 - 50 мкм)
- Возможность использования широкого спектра составов
-Высокие механические и коррозионные свойства

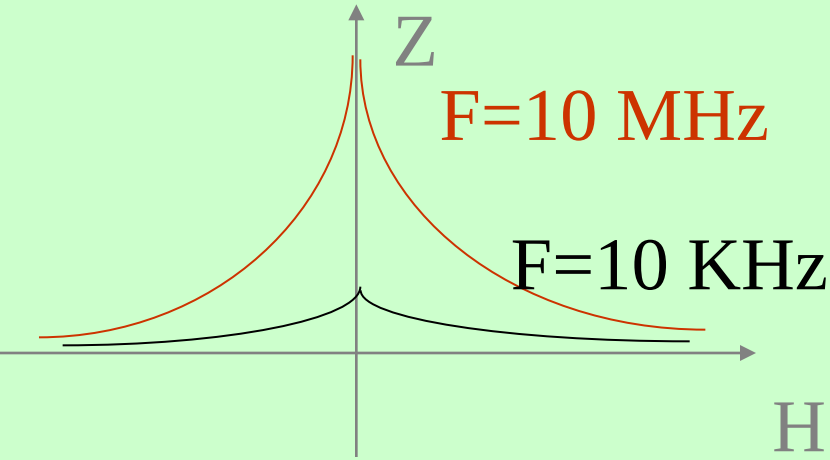
Со второй половины 80-х годов известен аморфный провод (Ф≈120 мкм) с рядом уникальных магнитных свойств.

Для применений в микросенсорах интересны провода с пониженной размерностью.

Магнитомягкие свойства и эффект ГМИ представляют интерес для микросенсоров

Цель настоящей работы : исследование особенностей формирования магнитных свойств, магнито-импеданса, и их взаимосвязи с магнито-упругой анизотропией и структурными свойствами в аморфных, и нанокристаллических микропроводов.

Эффект гигантского магнито-импеданса (ГМИ)



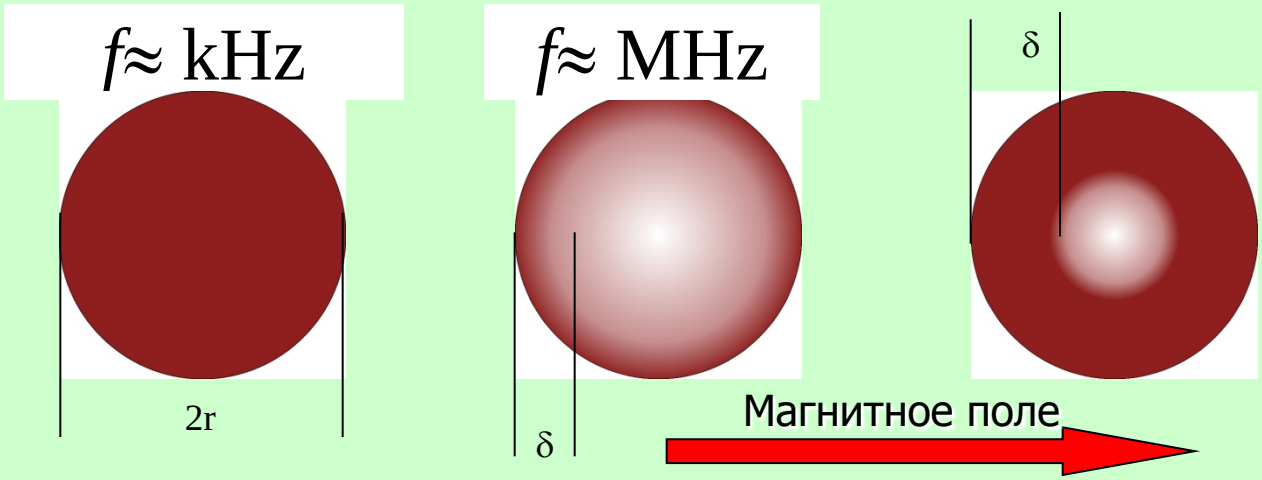
Новый эффект открытий в 1994!

- Скин эффект магнитного проводника

Частота АС тока

$\mu_\phi \Downarrow \rightarrow \delta \Uparrow$

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \mu_\phi f}}$$



$\mu_\phi(H,f)$

$\delta < r$

(при достаточно высокой f)

Z(H)

2014 год - 4 приглашенных доклада по этой теме только нашей группы

Определение и основные характеристики ГМИ эффекта

Отношение ГМИ [1,2]:

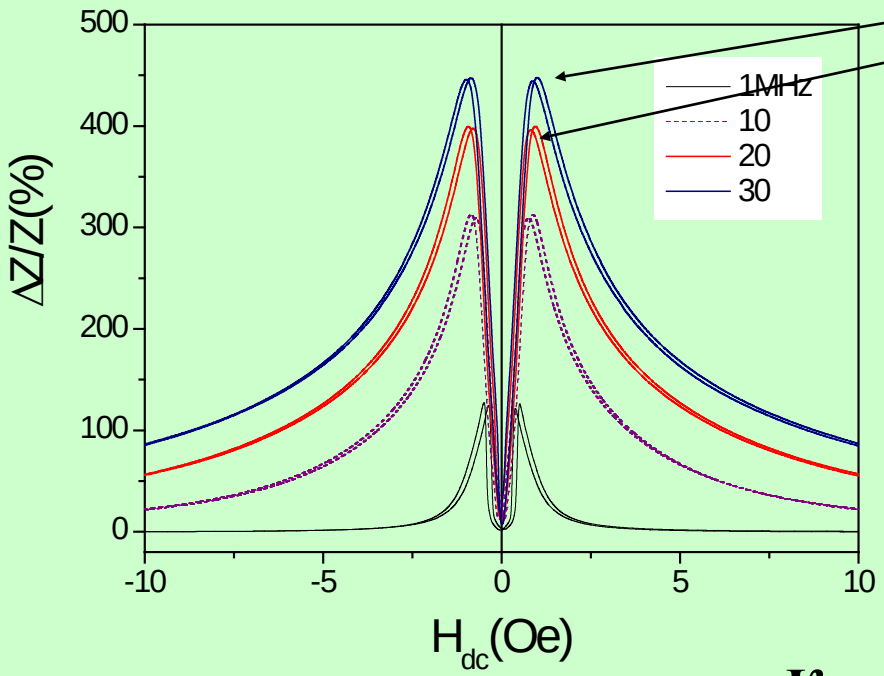
$$\Delta Z / Z = \left\{ \left| Z\left(H_{ex}\right) \right| - \left| Z\left(H_{\max}\right) \right| \right\} / \left| Z\left(H_{\max}\right) \right| \qquad (1)$$

Где Z модуль импеданса и H_{max} - максимальное приложенное поле

[1] R. S. Beach, A. E. Berkowitz, *Appl.Phys.Lett.*, **64**, 3652 (1994).

[2] L. V. Panina, K. Mohri, *Appl.Phys. Lett.*, **65**, 1185 (1994).

Типичные кривые ГМИ



Максимум (если он наблюдается) соответствует полю магнитной анизотпроии [2]

До определенной частоты, f, Отношение ГМИ растет с f

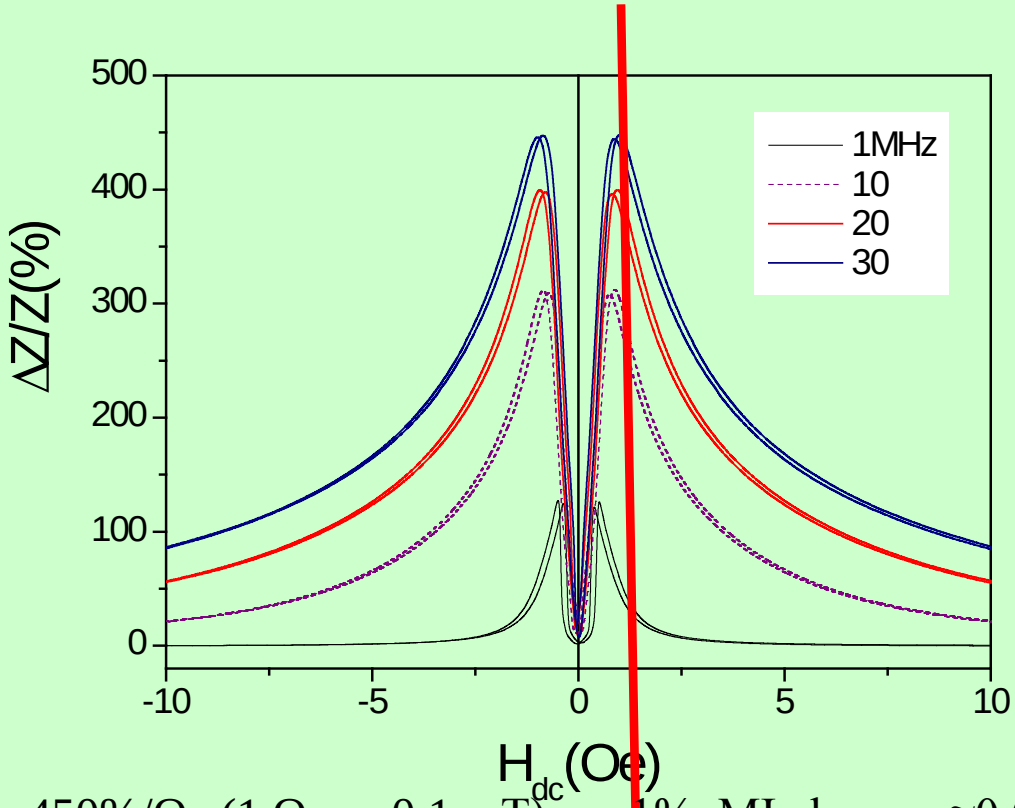
Высокий ГМИ –высокая проницаемость

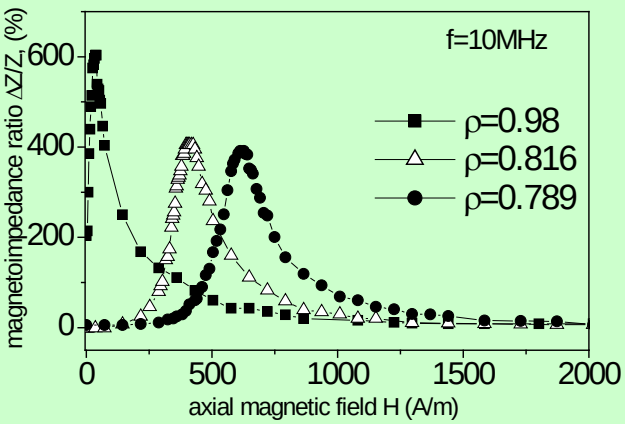
Корреляция ГМИ и петель гистерезиса

В чем интерес к эффекту ГМИ?

Зависимость отношения ГМИ от магнитного поля

$$\Delta Z/Z = [Z(H) - Z(Hmax)] / Z(Hmax)$$





V. Zhukova, A. Chizhik, A. Zhukov, A. Torcunov, V. Larin and J. Gonzalez, IEEE Trans. Magn. 38, 5, partI, (2002) 3090-3092

450%/Oe (1 Oe = 0,1 mT) 1% MI change ≈0,0002 mT

- Высокая чувствительность к магнитному полю (до 1000% или 50-500 %/Oe)
- Высокая чувствительность к приложенным напряжениям (до 300%)

Сравнение различных датчиков магнитного поля

Comparison of magnetic sensors

Sensor	Head length	Resolution	Response speed	Power consumption
Hall sensor	10–100 μm	0.5 Oe/±1 kOe	1 MHz	10 mW
MR sensor	10–100 μm	0.1 Oe/±100 Oe	1 MHz	10 mW
GMR sensor	10–100 μm	0.01 Oe/±20 Oe	1 MHz	10 mW
Fluxgate	10–20 mm	1 μOe/±3 Oe	5 kHz	1 W
MI sensor	1–2 mm	1 μOe/±3 Oe	1 MHz	10 mW
SI sensor	1–2 mm	0.1 Gal/30 Gal	10 kHz	5 mW

ELSEVIER Journal of Magnetism and Magnetic Materials 249 (2002) 351–356
www.elsevier.com/loc

Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive micro-magnetic sensors (MI sensor and SI sensor) for intelligent measurements and controls

K. Mohri[a,*], T. Uchiyama[a], L.P. Shen[a], C.M. Cai[a], L.V. Panina[b]

Источник

Высокое разрешение и быстродействие!

источник

IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 38, NO. 5, SEPTEMBER 2002 3063

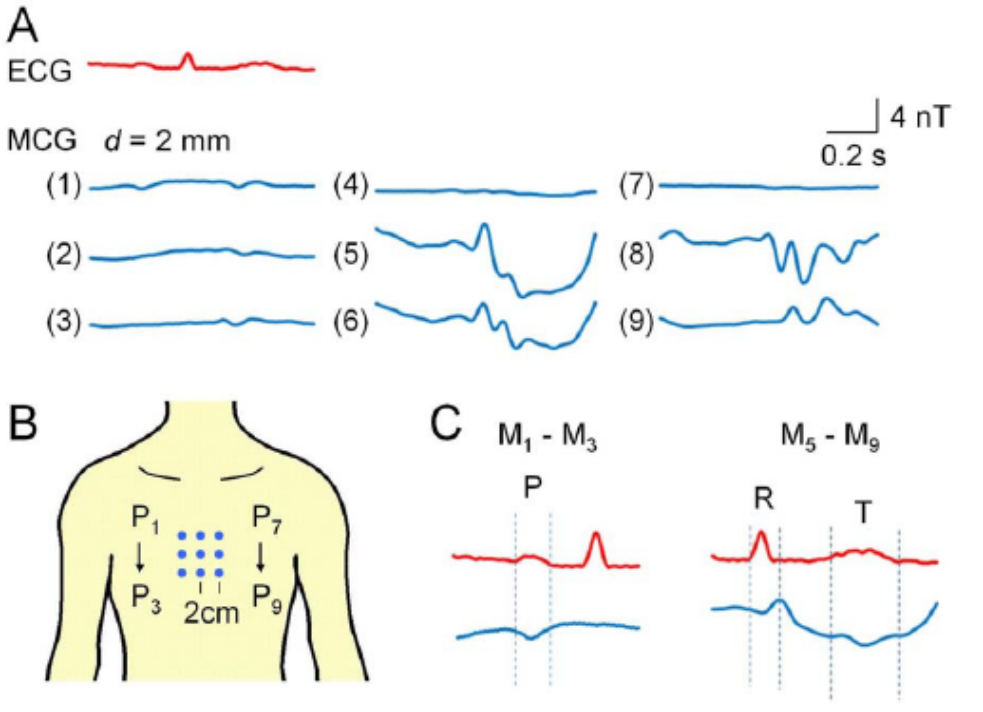
Amorphous Wire and CMOS IC-Based Sensitive Micromagnetic Sensors Utilizing Magnetoimpedance (MI) and Stress-Impedance (SI) Effects

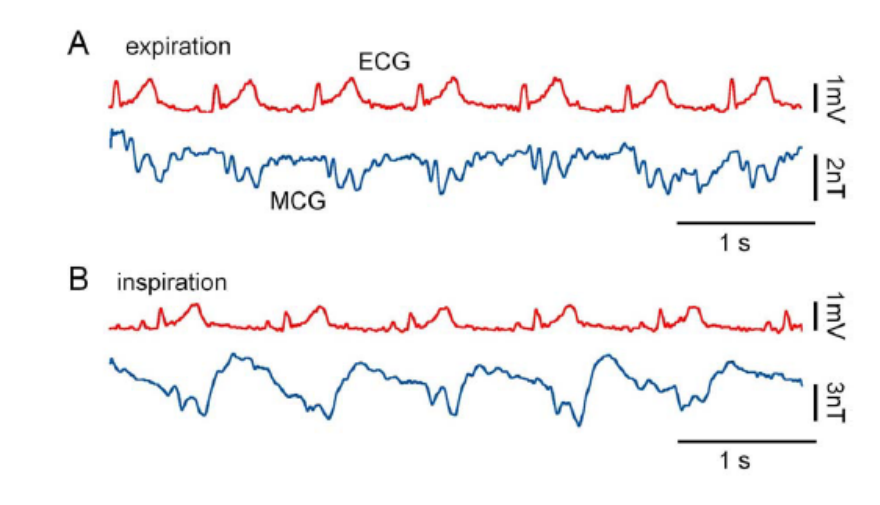
Kaneo Mohri, *Fellow, IEEE*, Tsuyoshi Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina, Yoshinobu Honkura, and Michiharu Yamamoto

TABLE I
COMPARISON OF MAGNETIC SENSORS

Sensor	Head length	Resolution	Response speed	Power consumption
Hall sensor	10~100 μm	0.5 Oe /± 1 kOe	1 MHz	10 mW
MR sensor	10~100 μm	0.1 Oe /± 100 Oe	1 MHz	10 mW
GMR sensor	10~100 μm	0.01 Oe /± 20 Oe	1 MHz	10 mW
Fluxgate	10~20 mm	1 μOe /± 3 Oe	5 kHz	1 W
MI sensor	1~2 mm	1 μOe /± 3 Oe	1 MHz	10 mW
SI sensor	1~2 mm	0.1 Gal / 30 Gal	10 kHz	5 mW

Перспективы применения ГМИ датчиков магнитного поля





OPEN ACCESS Freely available online

PLoS one

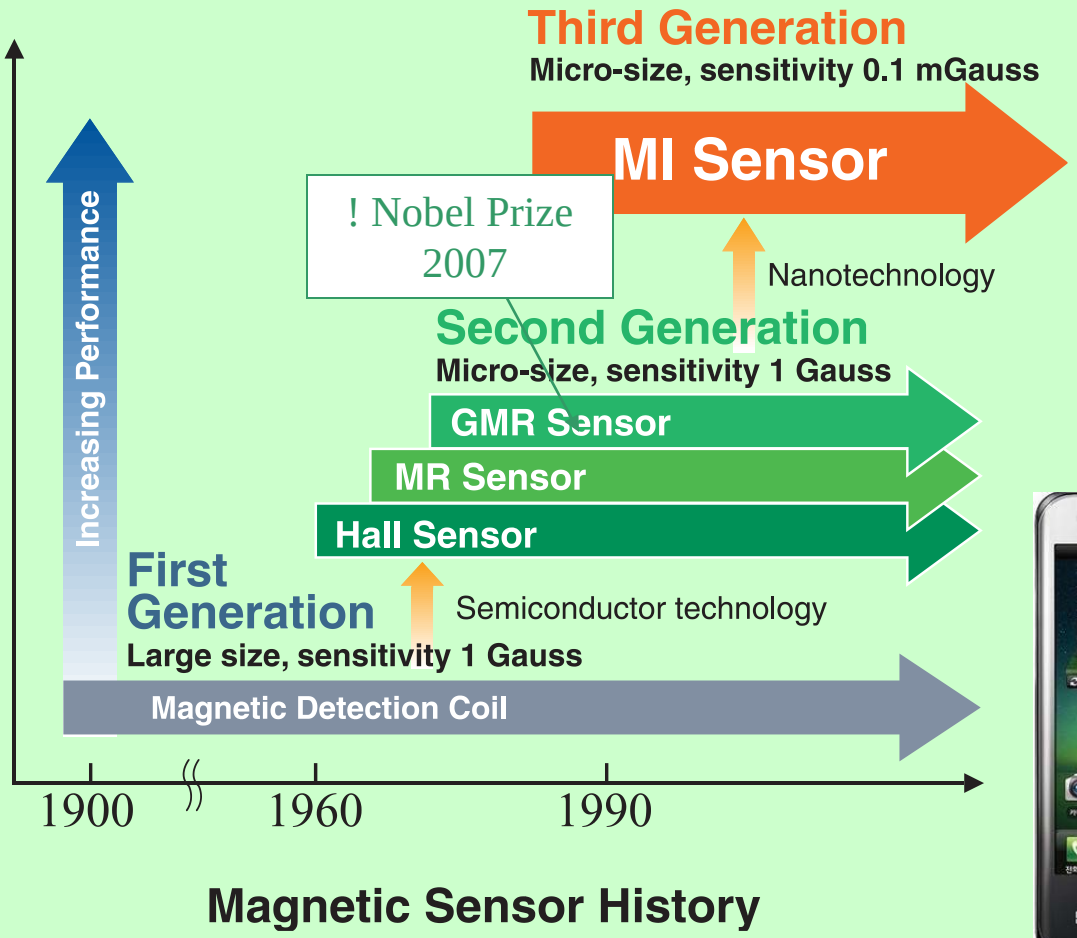
Pulse-Driven Magnetoimpedance Sensor Detection of Cardiac Magnetic Activity

Shinsuke Nakayama[1], Kenta Sawamura[1], Kaneo Mohri[2], Tsuyoshi Uchiyama[2]*

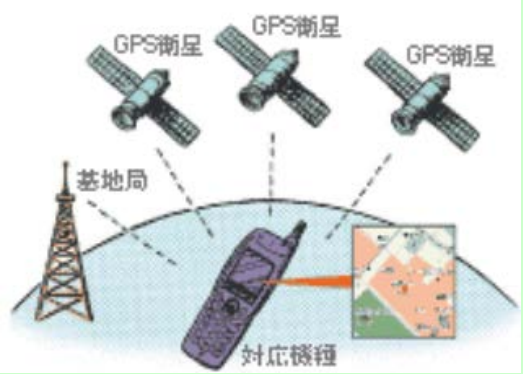
1 Department of Cell Physiology, Nagoya University Graduate School of Medicine, Nagoya, Japan, **2** Department of Electronics, Nagoya University of Graduate School of Engineering, Nagoya, Japan

Введение

применение аморфного провода с ГМИ в сенсорах



На основе микропровода с 2010



Промышленное производство в Смартфонах

Source: Aichi Micro Intelligent Corporation

Тенденции: уменьшение размеров, повышение частоты

Образцы:

Микропровод

Аморфный → $\lambda > 0$, $\lambda < 0$, $\lambda \approx 0$

Нанокристаллический Fe-Cu-Nb-Si-B и $Fe_{79}Hf_7B_{12}Si_2$

Amorphous Wire 20 µm

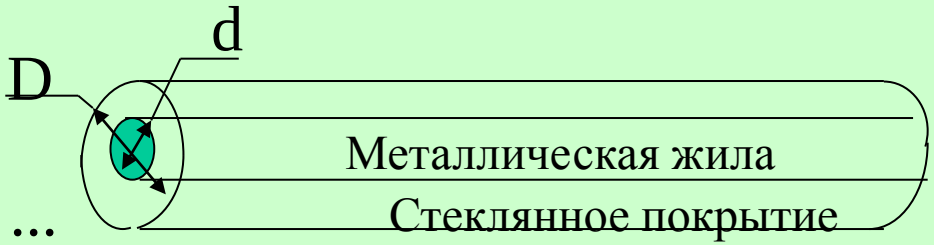
Human Hair 150 µm

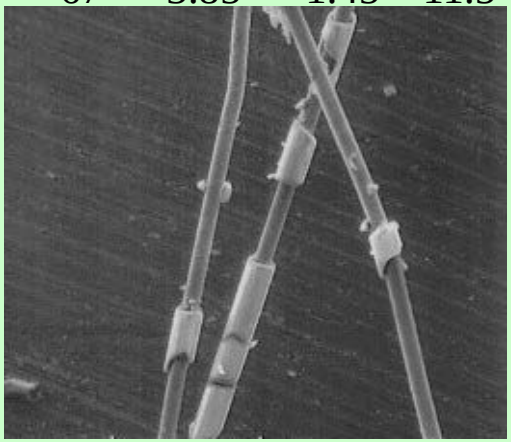
На основе Fe, Co

$Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$,

$Co_{69-x}Mn_{6+x}Si_{10}B_{15}$ ($0 \le x \le 1$),

$Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.7}$ ...





Метод был известен в СССР с 60-х годов, но не был применён к магнитным материалам

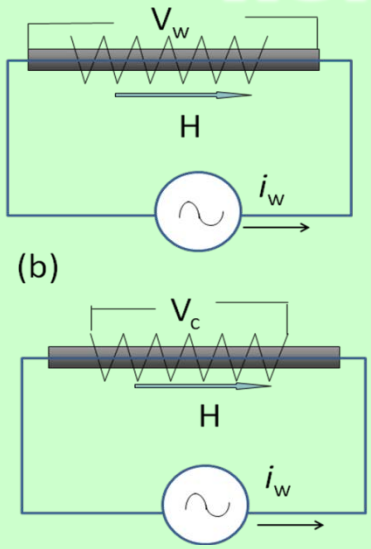
Методика эксперимента

Измерения ГМИ

При низких частотах измерения схожи с электросопротивлением

отношение ΔZ/Z:

$\Delta Z/Z = [(Z(H) - Z(H_{max})] / Z(H_{max})$



$$Z_{zz} \propto Z = \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} Z_0$$

$V_w = \xi_{zz} i_w$

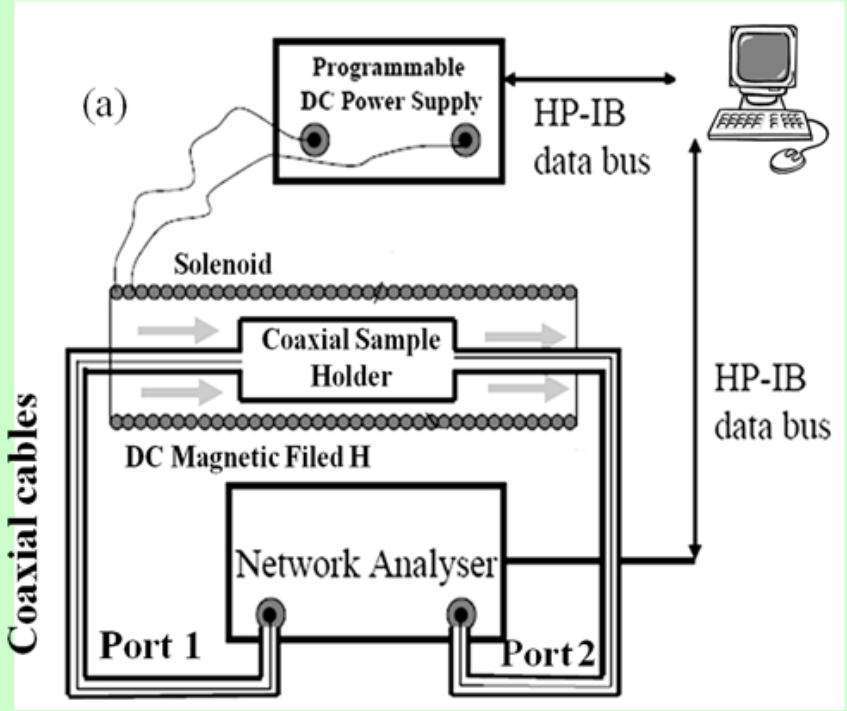
$$i_Z \rightarrow h_\varphi \rightarrow [\hat{\mu}]$$

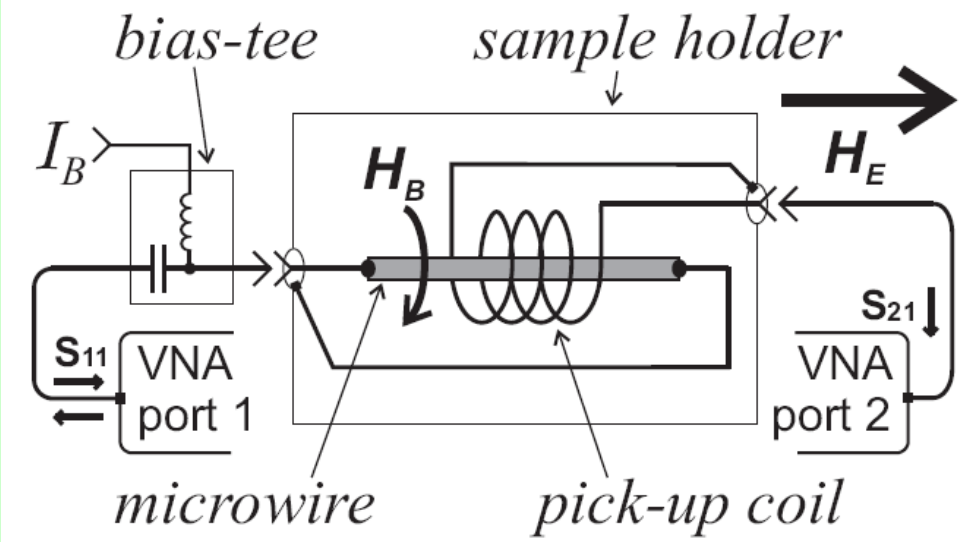
$$[1]: m_\varphi, m_r$$

$$[2]: m_Z \rightarrow V_C$$

$V_c = \xi_{\phi z} i_w$

$$Z_{\varphi z} \propto V_c = S_{21}$$

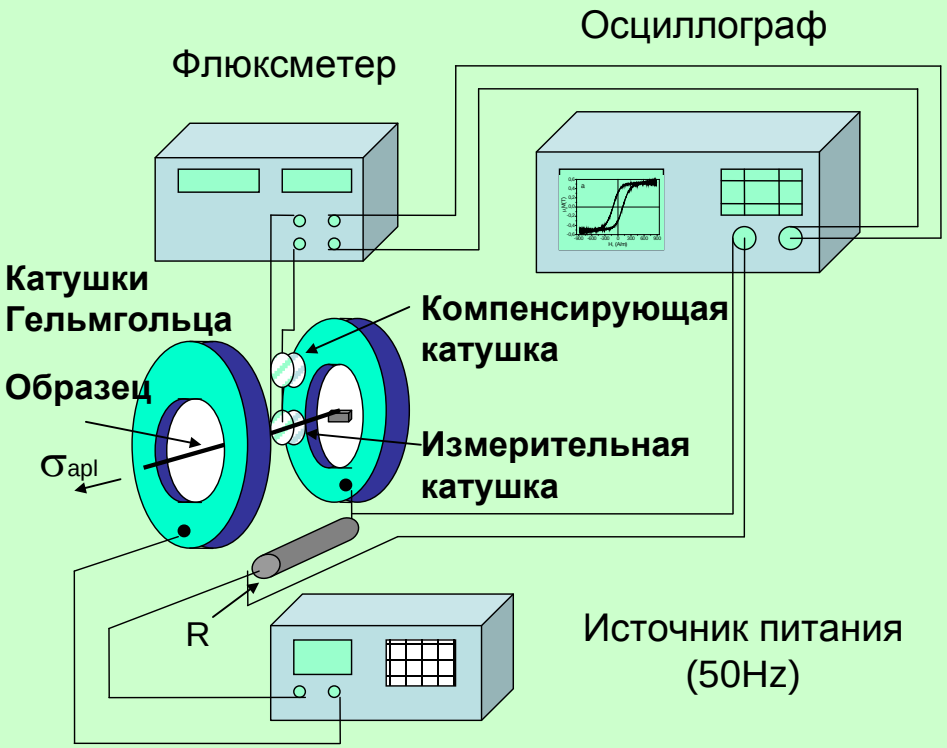




Для высоких чатот используется Network Analyzer HP8753 с чатотным интервалом 10МГц -3ГГц.

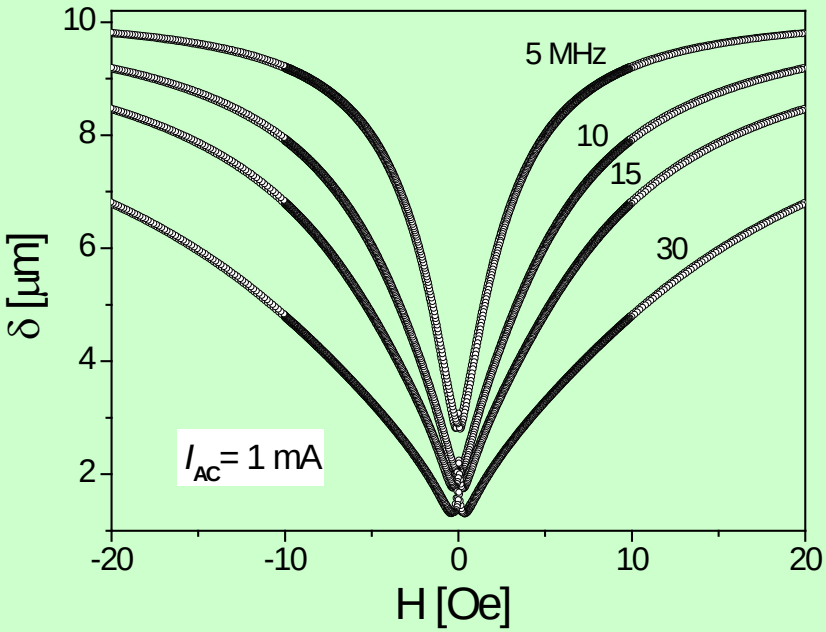
Методика эксперимента

Установка для измерения петель гистерезиса индукционным методом

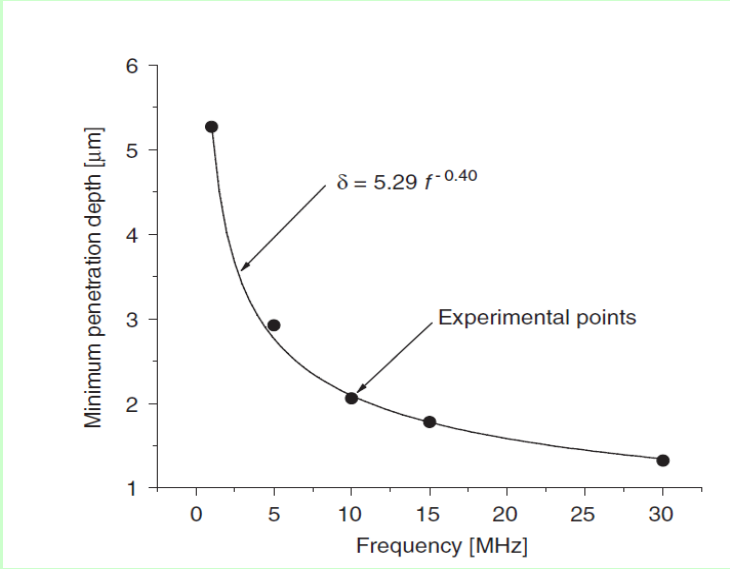


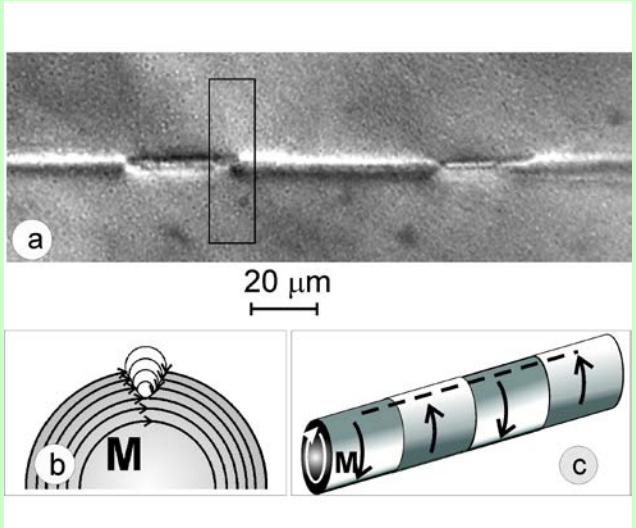
Зависимость глубины скин слоя от частоты

$Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}Mo_{1.7}Si_{14.5}B_{11.5}$ микропровод диаметром 22.4 μm



ГМИ – эффект связанный с повехностью. Тонкий поверхностный слой вовлечен в ГМИ





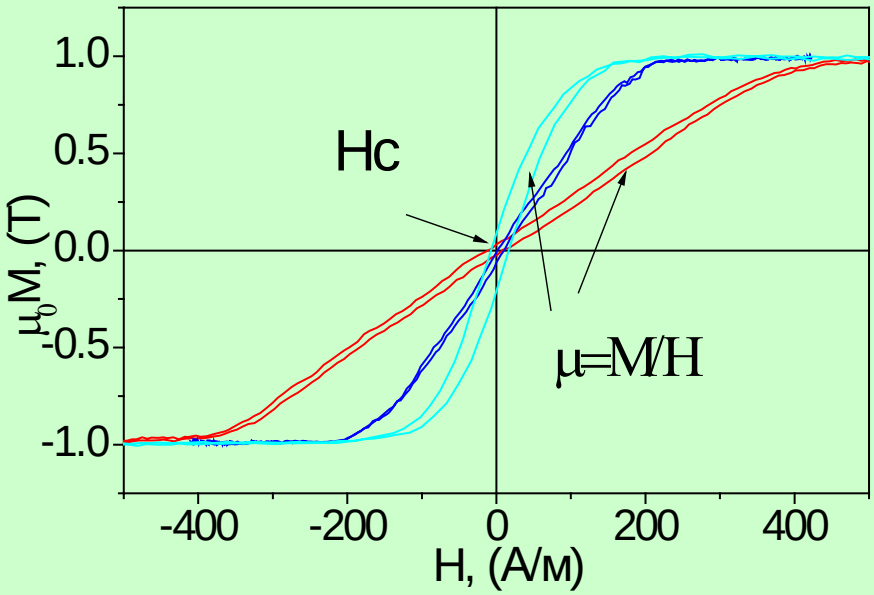
H. Lachowicz, M. Kuzminski, K.L. García, A. Zhukov and M. Vázquez, A. Krzyzevski, “Influence of Alternative circular magnetic field strength on magnetoimpedance of glass-coated micro-wires”, J. Magn. Magn. Mater. 300 (2006), e88-e-92

Формулировка проблемы

Для достижения высокого эффекта ГМИ требуется значительная зависимость магнтной проницаемости от магнитного поля μ(H)

$$\delta = (\pi\ \sigma\ \mu\phi\ f)^{-1/2}$$

Классификация магнитных материалов: Магнитомягкие материалы, те которые легко намагничиваются в слабых полях. Т. е. Для этих материалов характерна низкая коэрцитивная сила и высокая проницаемость.



Повышение ГМИ = рост магнитной проницаемости

Формулировка проблемы

В аморфных материалах нет дефектов характерных для кристаллических материалов (дислокаций, точечных дефектов...)

H. Kronmüller (1981) вклады в коэрцитивную силу:

Флуктуации локальной анизотрропии (10^{-3}–1 me), $H_c(i)$

Кластеры и хим. неоднородности(< 1 me), $H_c(SO)$

Поверхностные неоднородности (< 5 Me), $H_c(surf)$

Локальные структрурные дефекты (0.1-10 me), $H_c(rel)$

Пиннинг доменных границ на дефектах в магнитострикционных сплавах (10-100 Me), $H_c(s)$

$$H_c(total)=[\, H_c(s)^2 + H_c(surf)^2 + H_c(SO)^2 + H_c(i)^2 \,]^{1/2} + H_c(rel)$$

или

$$H_c(total)= H_c(s) + H_c(surf) + H_c(SO) + H_c(i) + H_c(rel)$$

Дефекты (поверхность)

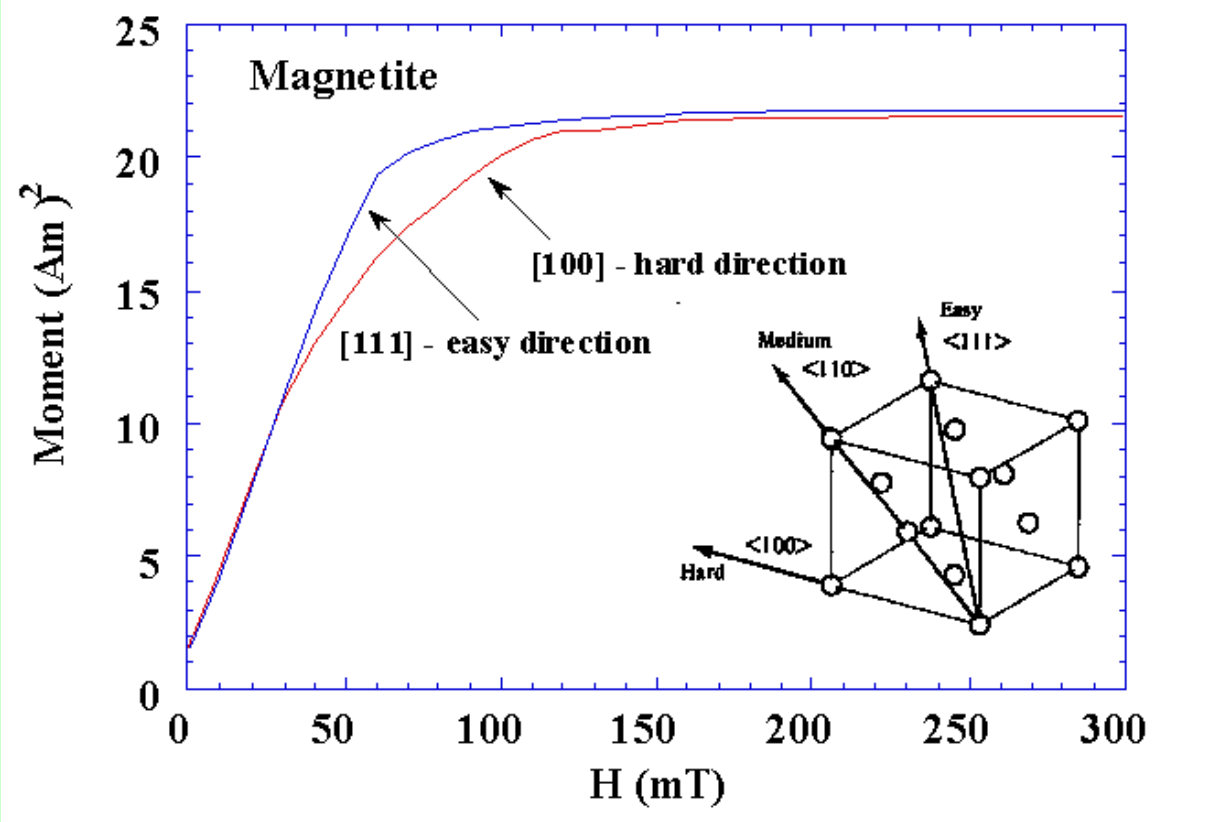
Магнитострикция

Анизотропия (напряжения)

Кластеры и хим. Неоднородности

Магнитная анизотропия

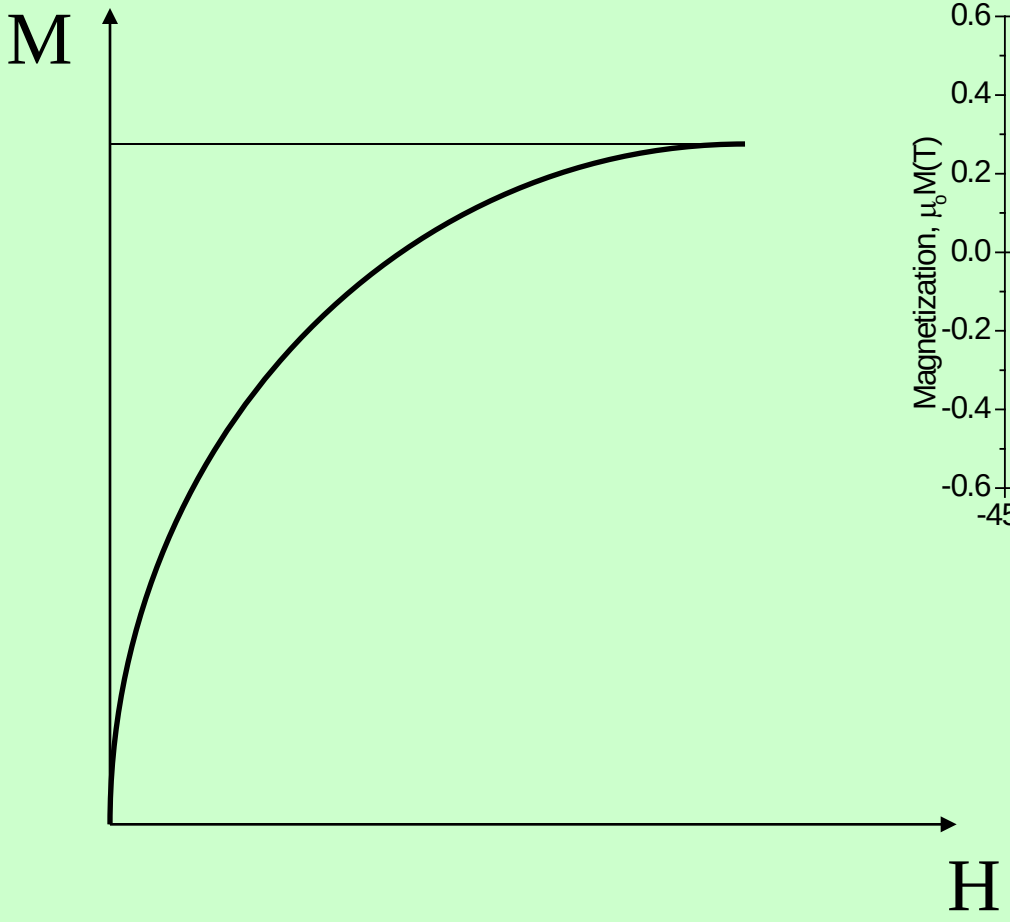
- **Магнитокристаллическая анизотропия**
- Может быть обнаружена при измерении кривыз намагничивания вдоль разных кристаллографических направлений. В приведенном примере насыщение достигается в разных полях.

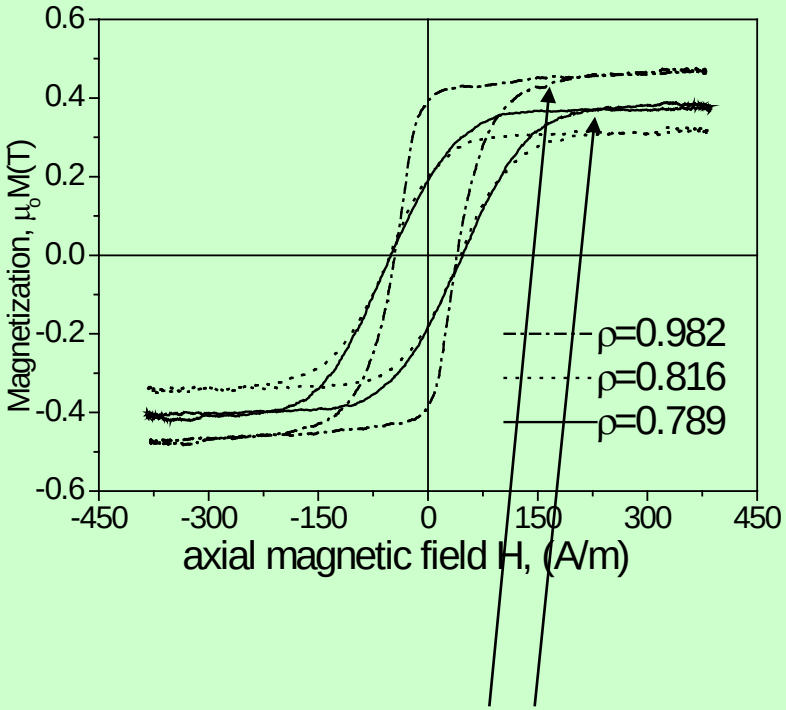


Магнитная анизотропия

В отсутствии магнитокристаллической анизотропии другие виды магнитной анизотрпоии сановятся важными:

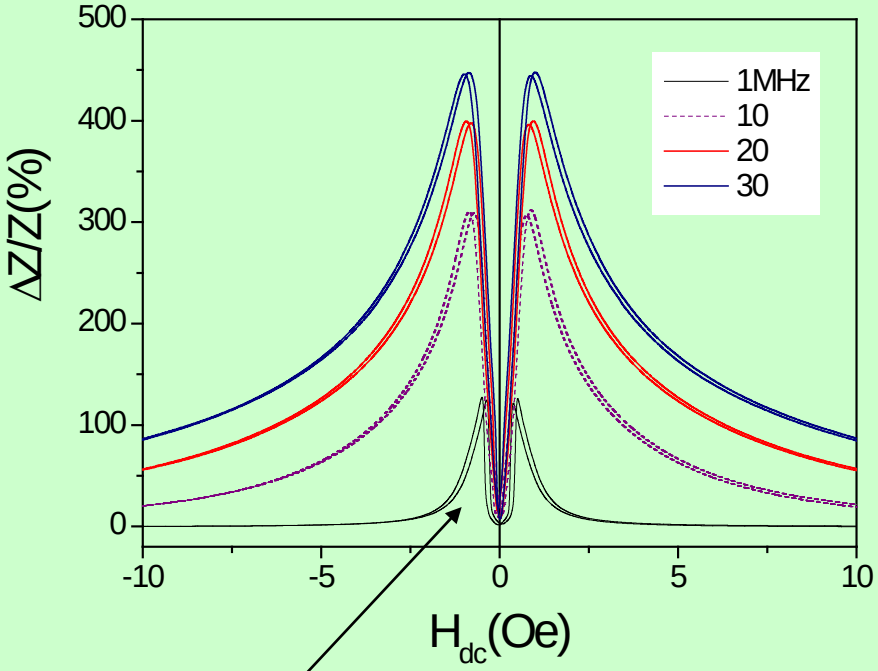
1. Магнитупругая (связанная с внутренними напряжениями, магнитострикцией)
2. Наведенная (напряжениями, отжигом под напряжениями или в магнитном поле)

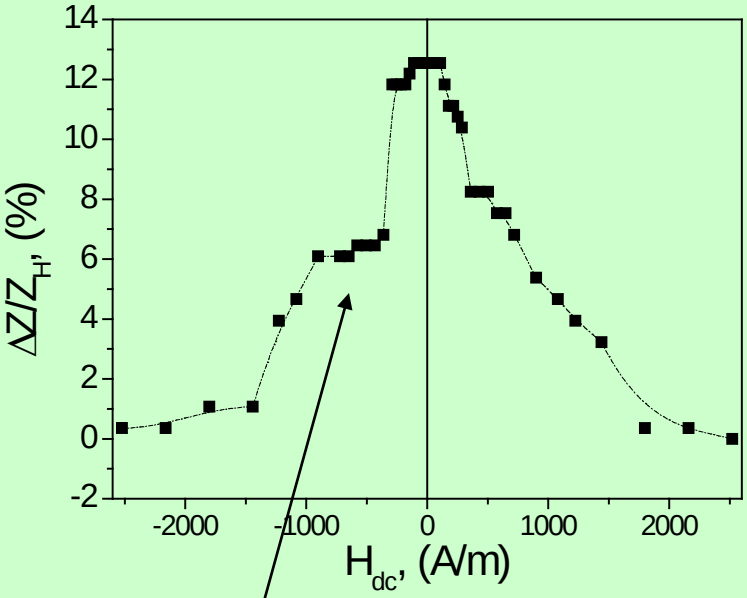




Hk- поле магнитной анизотропии

ГМИ и магнитная анизотропия

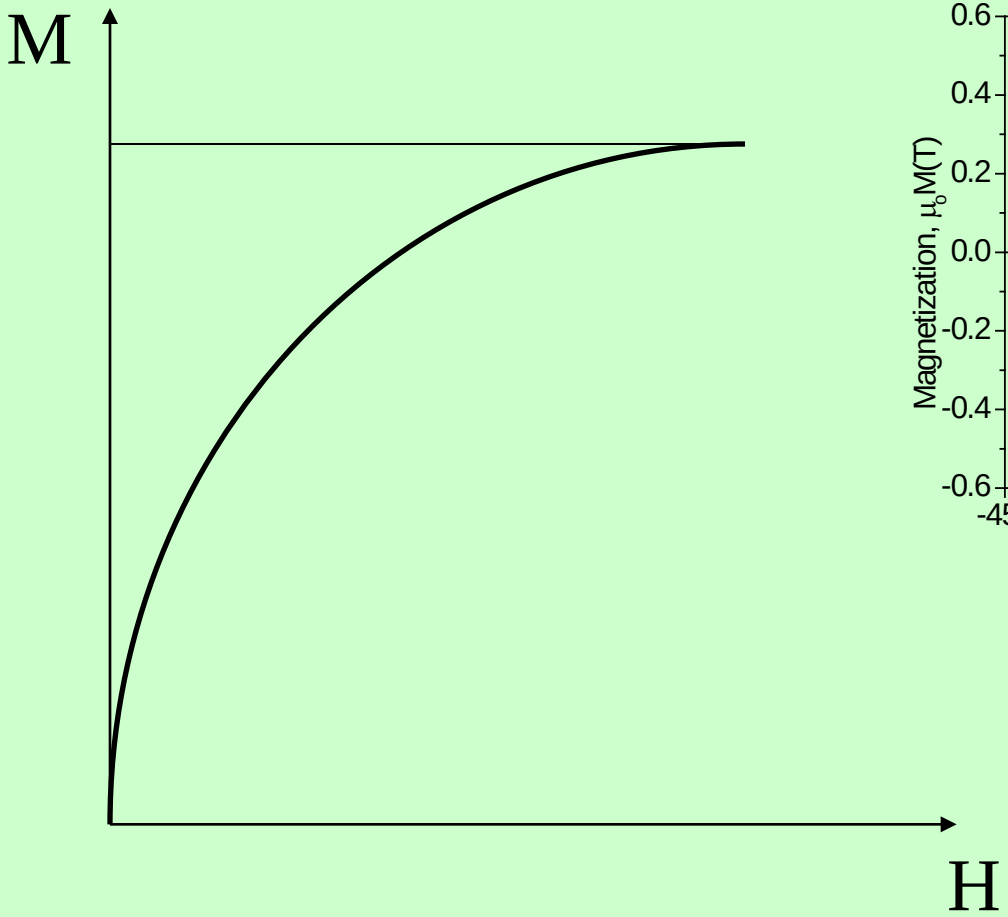


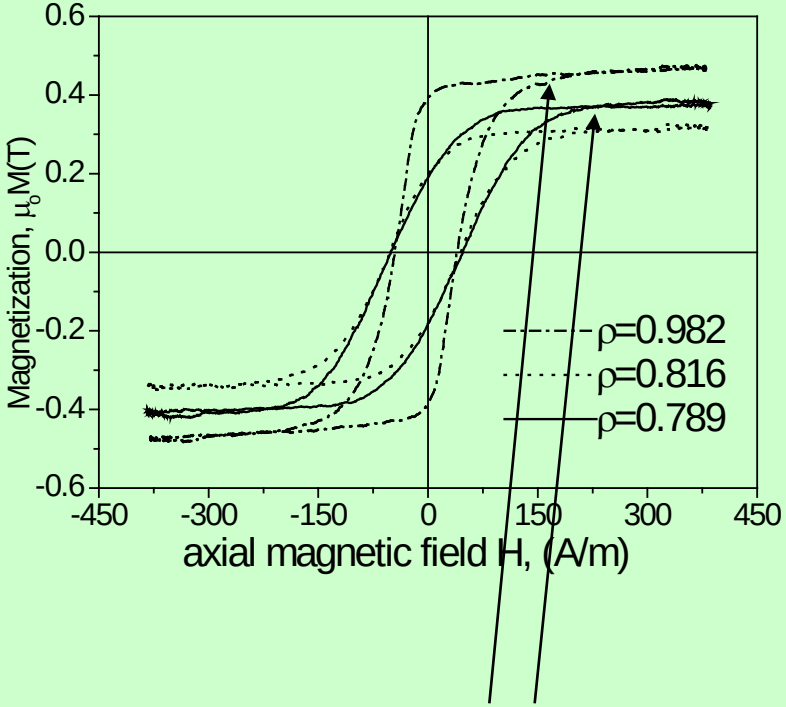


Поперечная (циркулярная) магнитная анизотропия

Продольная (аксиальная) магнитная анизотропия

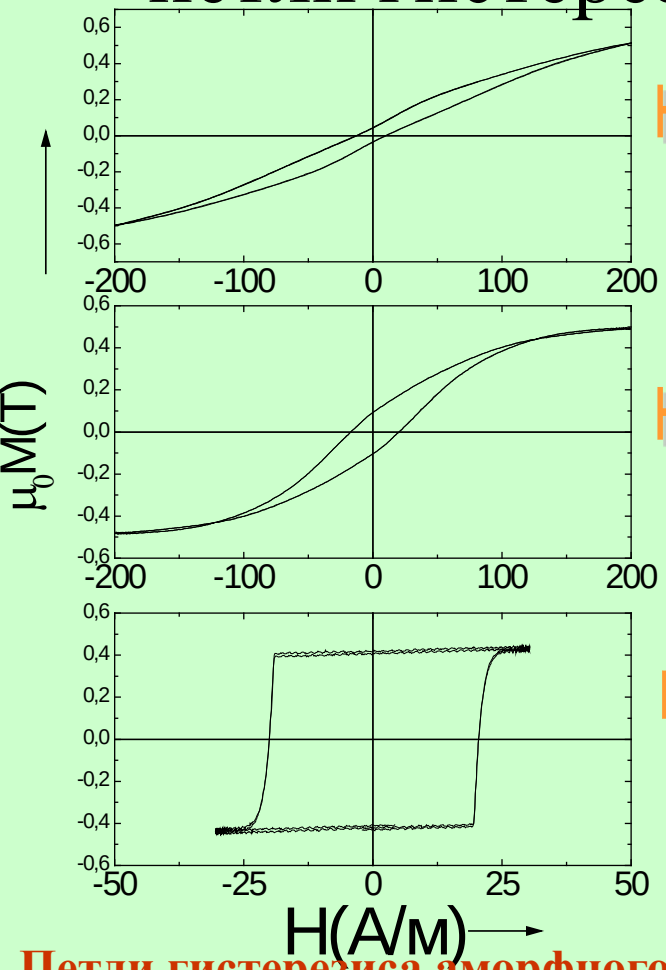
Magnetic Anisotropy





Hk- magnetic Anisotropy field

Влияние состава ферромагнитной жилы на характер петли гистерезиса аморфного микропровода



на основе Co

$\lambda < 0$

на основе Co

$\lambda = 0$

на основе Fe

$\lambda > 0$

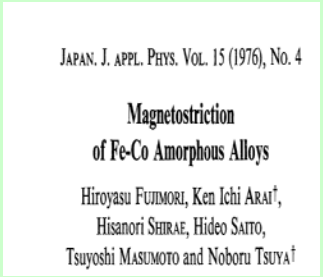
Важное значение приобретает

магнитоупругая энергия

$K_{му} \approx 3/2\ \lambda_s \sigma_i,$

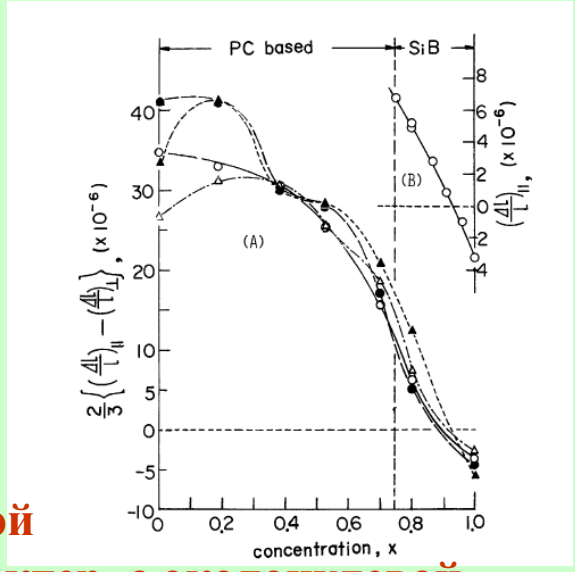
λ_s – f (хим. состав)

σ_i – f (параметры получения – разные коэфф. термического расширения металла и стекла)


JAPAN. J. APPL. PHYS. VOL. 15 (1976), NO. 4

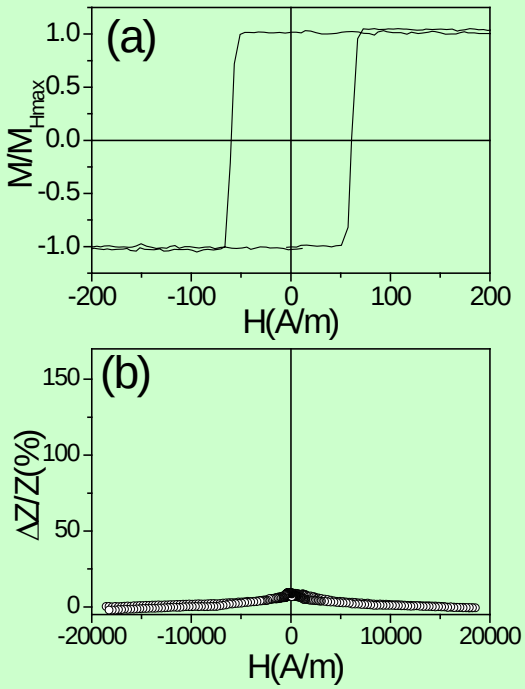
Magnetostriction of Fe-Co Amorphous Alloys

Hiroyasu FUJIMORI, Ken Ichi ARAI†, Hisanori SHIRAE, Hideo SAITO, Tsuyoshi MASUMOTO and Noboru TSUYA†

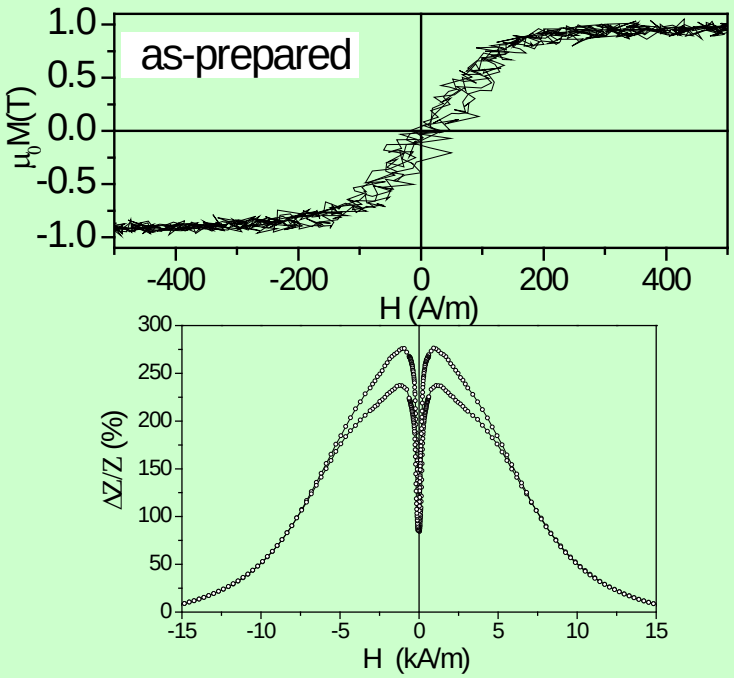


Петли гистерезиса аморфного микропровода с положительной магнитострикцией проявляют магнитно-бистабильный характер, с околонулевой магнитострикцией - высокие магнитно-мягкие свойства, тогда как аморфный микропровод с отрицательной магнитострикцией демонстрирует пологую петлю гистерезиса.

Магнитострикция



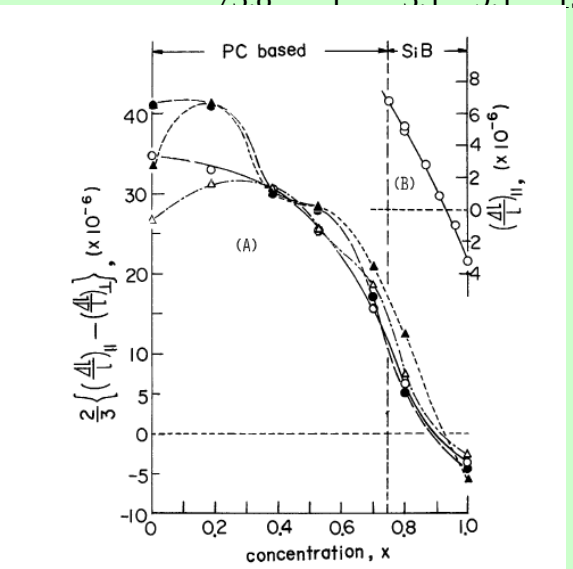
$\lambda > 0$



$\lambda = 0$

$Fe_{73.8}Cu_1Nb_{3.1}B_{9.1}Si_{13}$ microwire

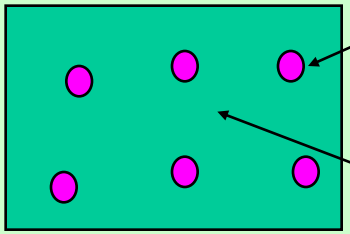
$Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ microwire



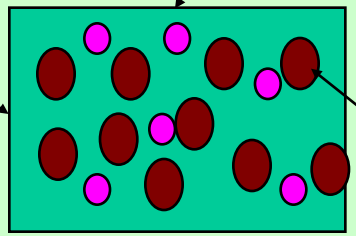
Меняя хим. состав можно варьировать ГМИ эффект. Максимальный ГМИ эффект в составе с $\lambda = 0$

Нанокристаллизация. Способ улучшения магнитомягких свойств

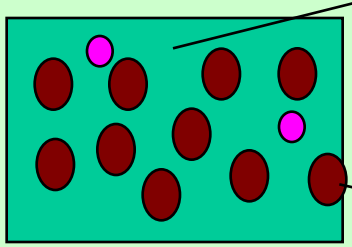
Эволюция структуры при отжиге



Tann<Tx



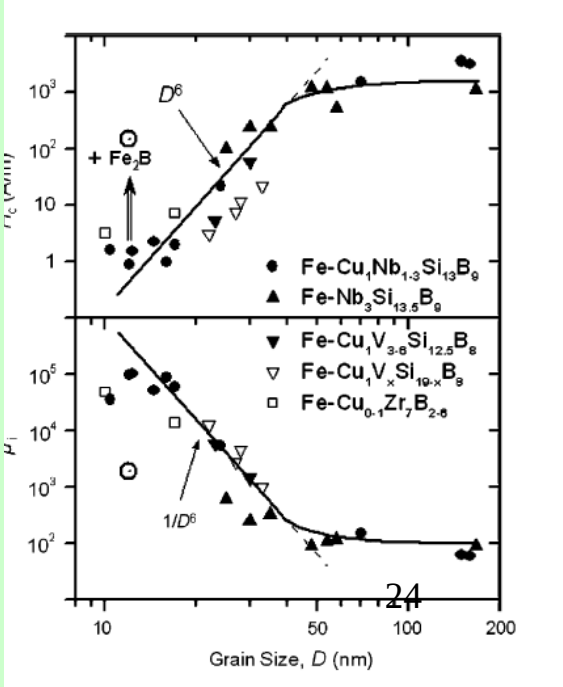
1. λ_s Аморфная матрица с $\lambda_s>0$



$$\lambda_{s,eff} = V_{cr}\,\lambda_{s,cr} + (1 - V_{cr})\,\lambda_{s,am}$$

Нанокристаллы с $\lambda_s<0$

2. Размер зерен



G. Herzer / J. Magn. Magn. Mater. 294 (2005) 99–106

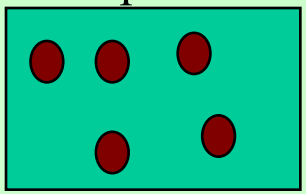
Влияние нанокристаллизации микропровода $Fe_{71.8}Cu_1Nb_{3.1}Si_{15}B_{9.1}$ на H_c

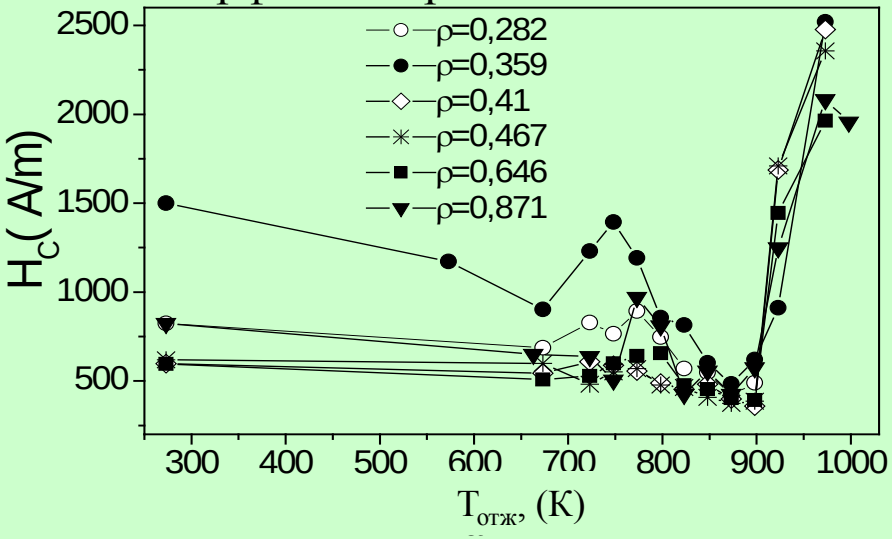
Добавление Cu и Nb приводит к выделению нанокристаллитов после отжига:

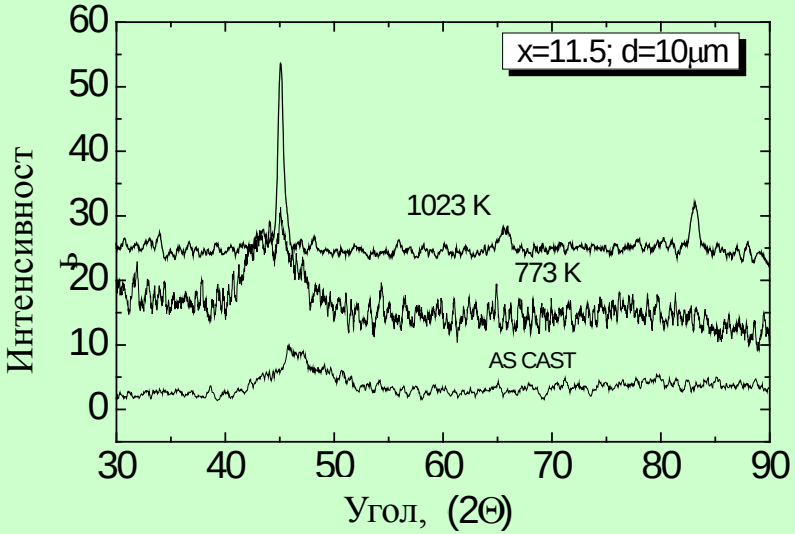
-Высокая концентрация мелких зерен

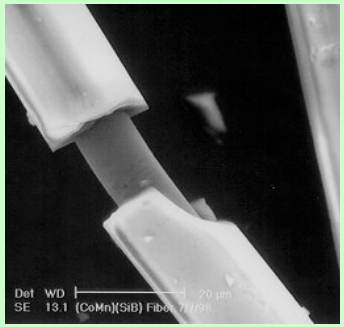
-Малый размер 10-20 нм

-Аморфная матрица





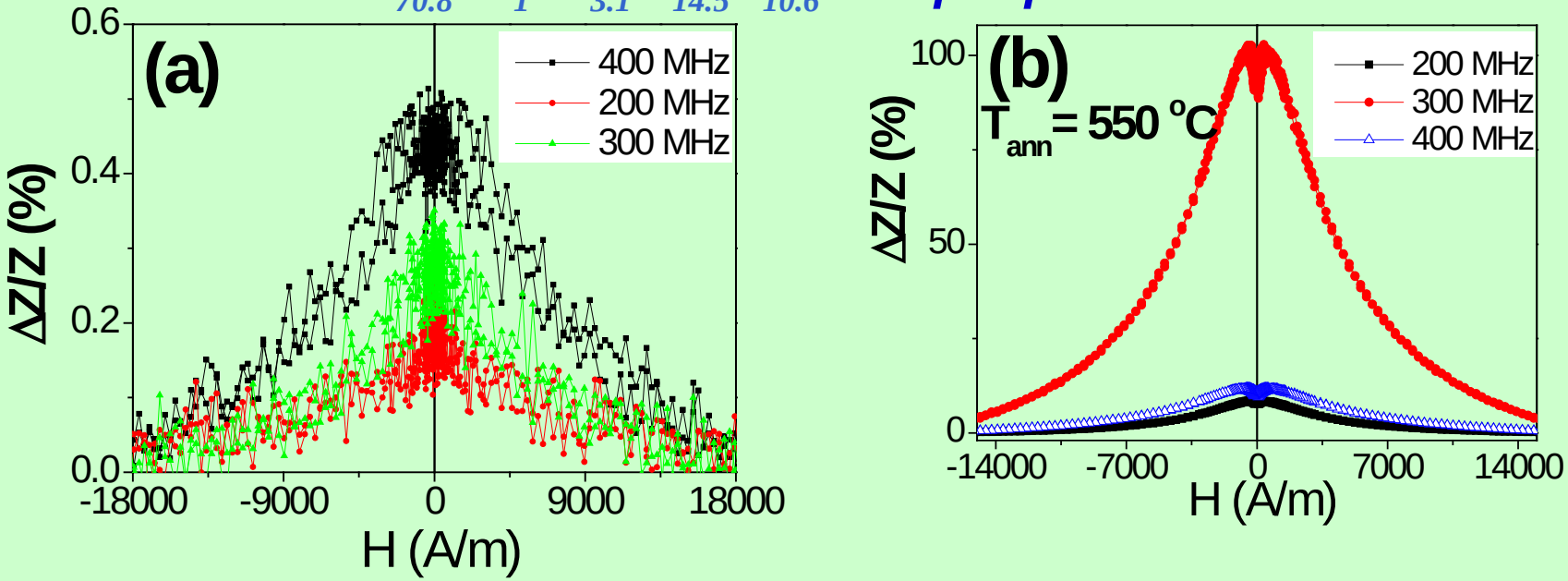




ρ=*d/D*; *d* – диаметр металлической жилы и *D –общий диаметр*

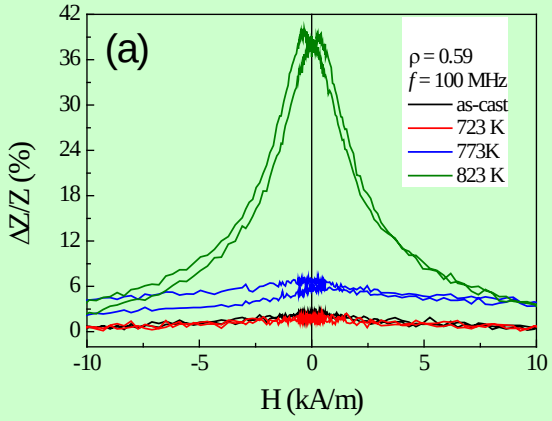
Влияние нанокристаллизации микропровода $Fe_{71.8}Cu_1Nb_{3.1}Si_{15}B_{9.1}$ на ГМИ

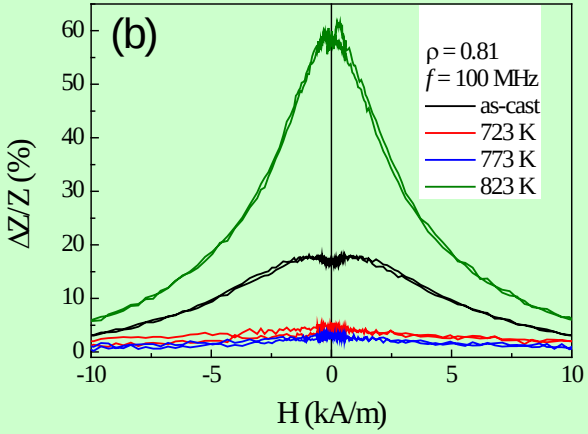
ΔZ/Z (H) зависимости в аморфном и нанокристаллическом $Fe_{70.8}Cu_1Nb_{3.1}Si_{14.5}B_{10.6}$ микропроводе

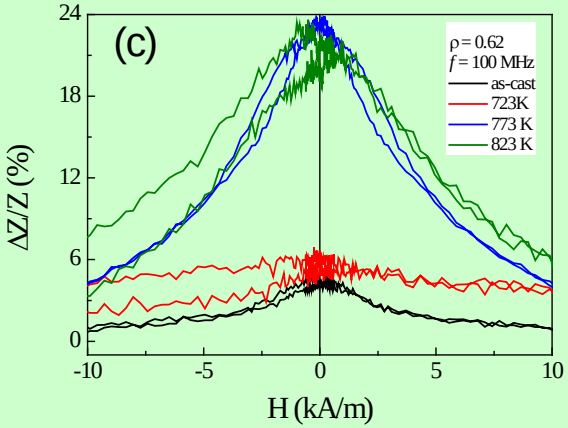


ΔZ/Z (H) в исходном (a), и отожженном при 550°C (b) $Fe_{70.8}Cu_1Nb_{3.1}Si_{14.5}B_{10.6}$ микропроводе с ρ = 0.65.

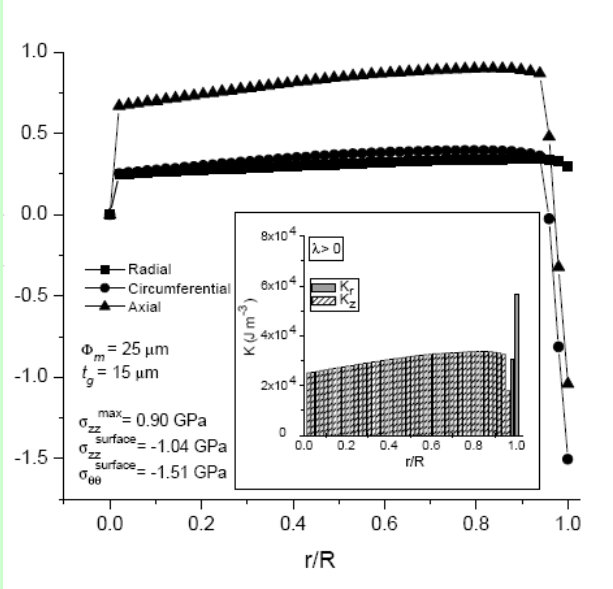
Влияние нанокристаллизации микропровода $Fe_{70.8}Cu_1Nb_{3.1}Si_{14.5}B_{10.6}$ на ГМИ







Внутренние напряжения



магнитоупругая энергия

$$K_{му} \approx 3/2\ \lambda_s \sigma_i,$$

λ_s – f (хим. состав)

σ_i – f (параметры получения – разные коэфф. термического расширения металла и стекла)

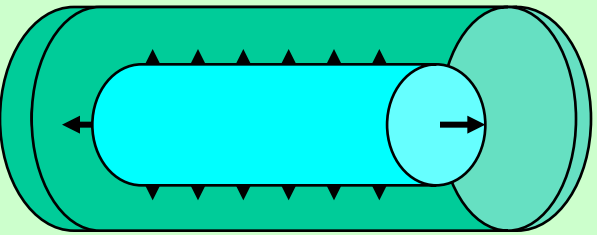
$\sigma_\phi=\sigma_r=P=\varepsilon Ek\Delta/(k/3+1)\Delta+4/3$ (1);

$\sigma_z = P(k+1)\Delta+2/(k\Delta+1)\approx 3\sigma_r$ (2)

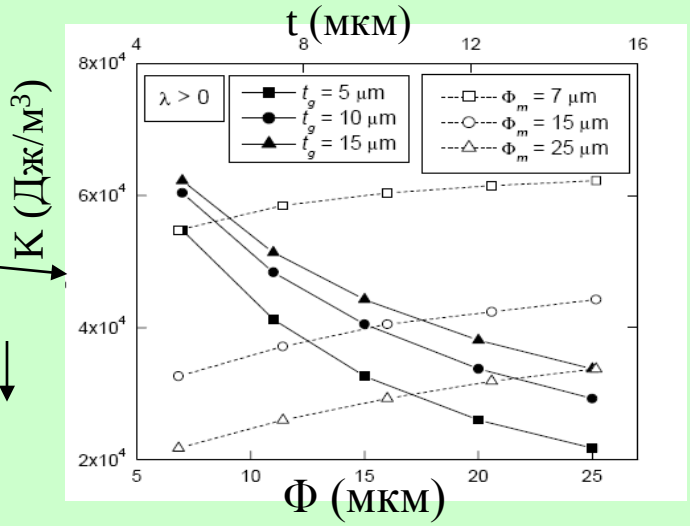
где σ_ϕ, σ_r и σ_z - напряжения, E_m, E_g– модули Юнга, $\Delta=(1-\rho^2)/\rho^2$, $k = E_g/E_m$, $\varepsilon = (\alpha_m-\alpha_g)(T_m-T_{room})$, α_1, α_2 – коэффициенты термического расширения и T_m,T_{room} – температурры плавления.

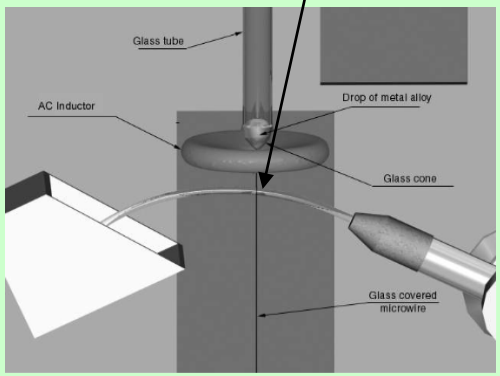
Напряжения возникают при одновременном затвердевании сплава и стекла

$\sigma=f(\rho)$, $\rho = d/D$



T↓



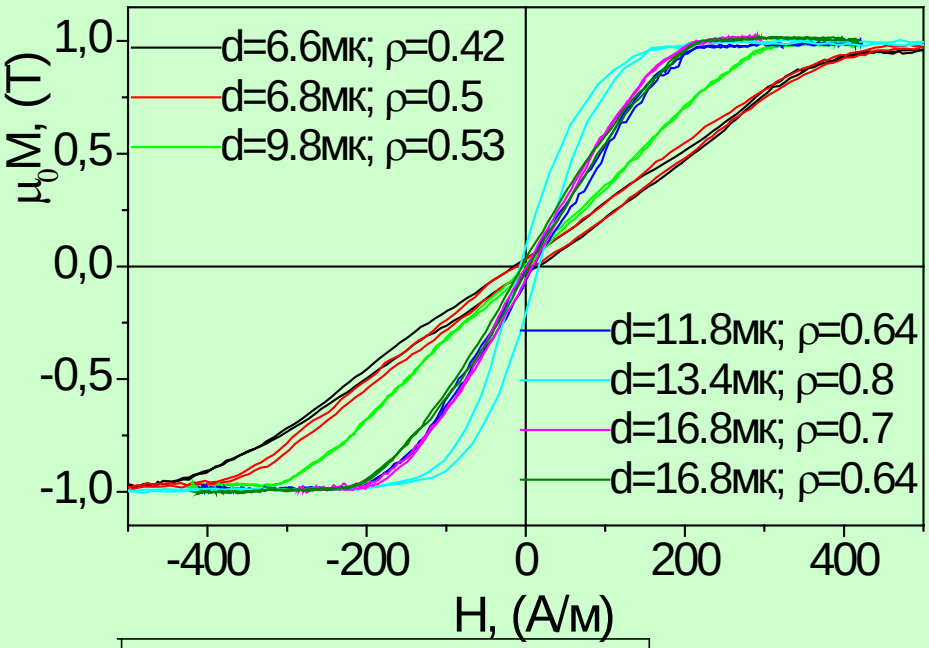


H. Chiriac, T.-A. Ovari, A. Zhukov, J. Magn. Magn. Mater. 254–255 (2003) 469–471

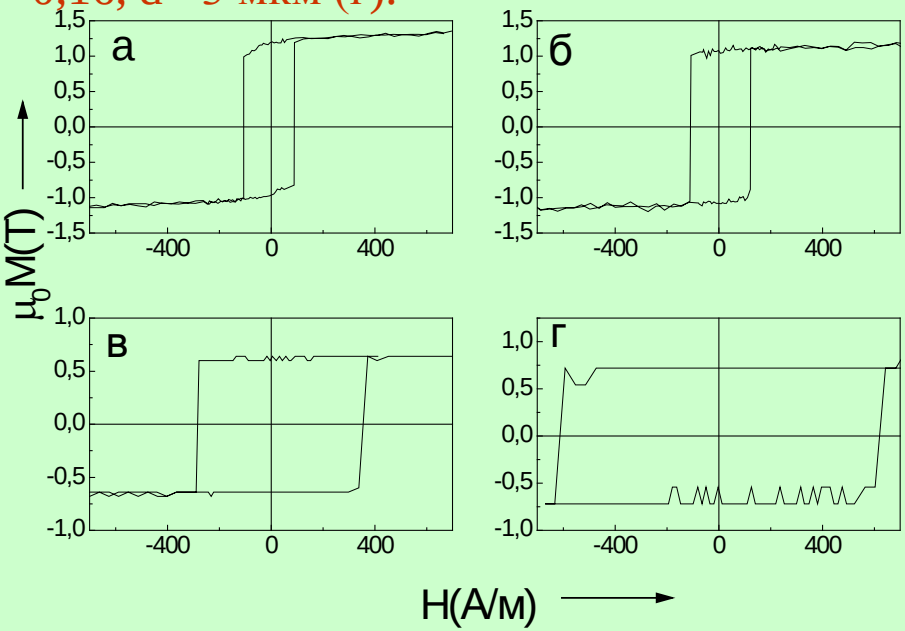
Внутренние напряжения

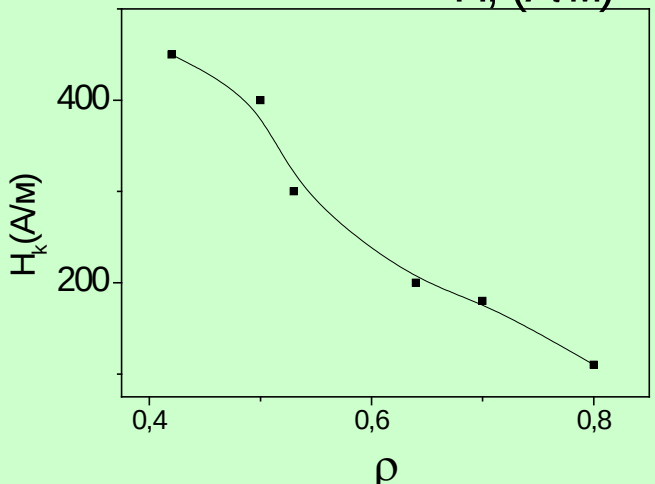
Влияние магнитоупругой анизотропии

Петли гистерезиса аморфных микропроводов $Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.7}$ с $\lambda_s \approx 0$, но при различных соотношениях ρ



Петли гистерезиса микропровода $Fe_{70}B_{15}Si_{10}C_5$ $\lambda_s > 0$ при разных диаметрах и соотношениях ρ = 0.63, d=15 мкм(а); ρ= 0,48 d= 10,8 мкм (б); ρ =0,26, d= 6 мкм (в); ρ =0,16, d= 3 мкм (г).



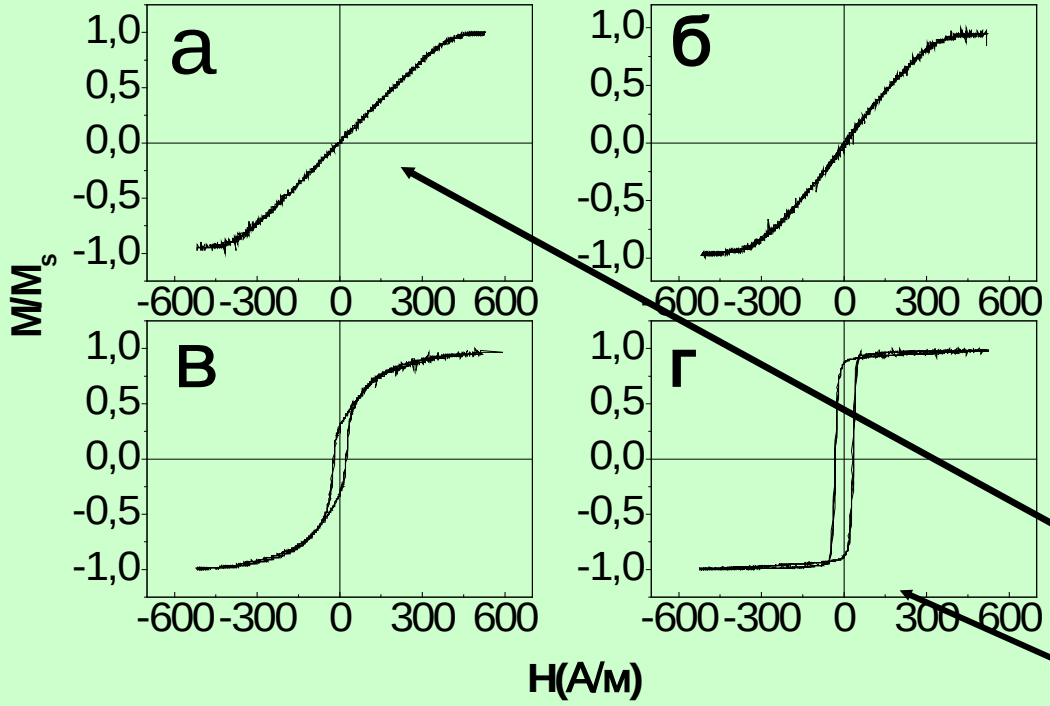


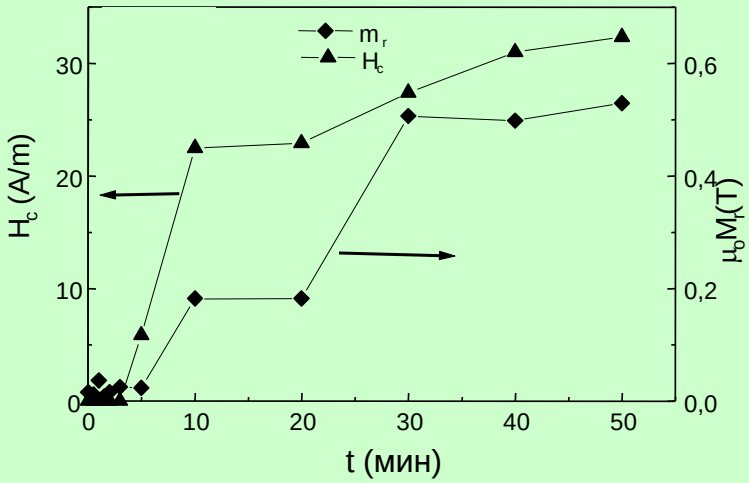
Управление магнитными свойствами - не только через хим. состав, но и изменяя геометрию, т.е. отношение ρ = d/D

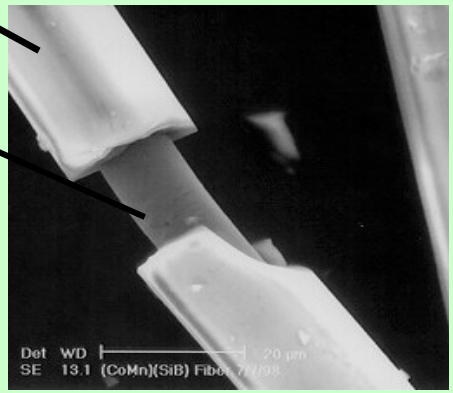
$$K_{му} \approx 3/2\ \lambda_s \sigma_i$$

Внутренние напряжения

Изменение петли гистерезиса аморфного микропровода $Co_{70.5}Mn_{4.5}Si_{10}B_{15,}$ при постепенном стравливании стеклянного покрытия в 20% HF. (а) исходный, (б)10 мин травления в 20% HF, (в 20 мин 20% HF, (г) 50 мин 20% HF.



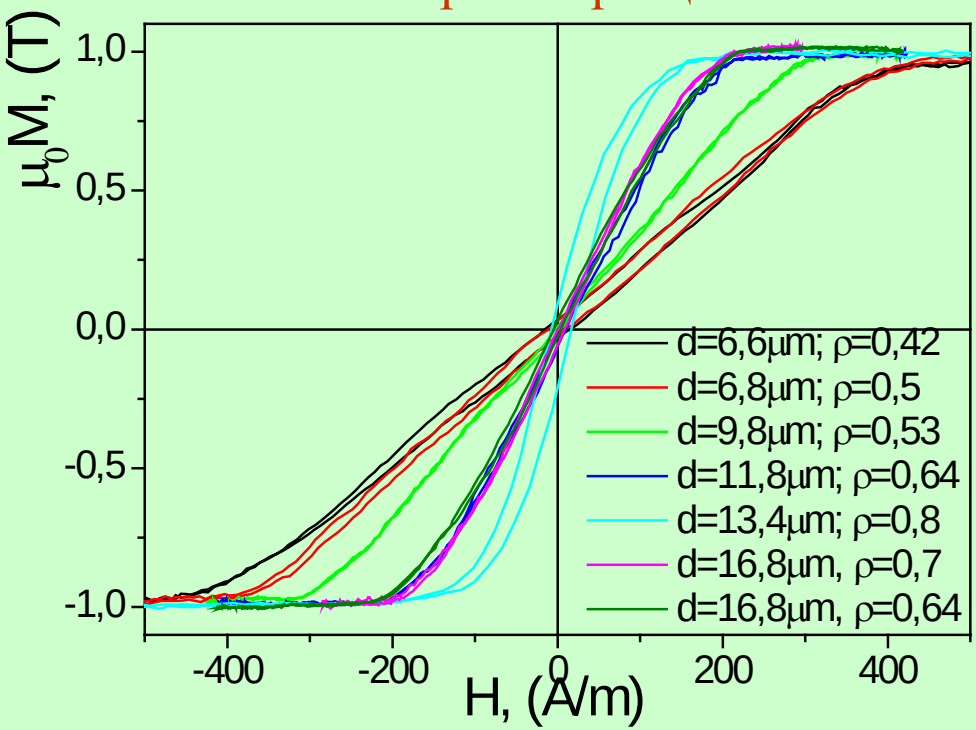


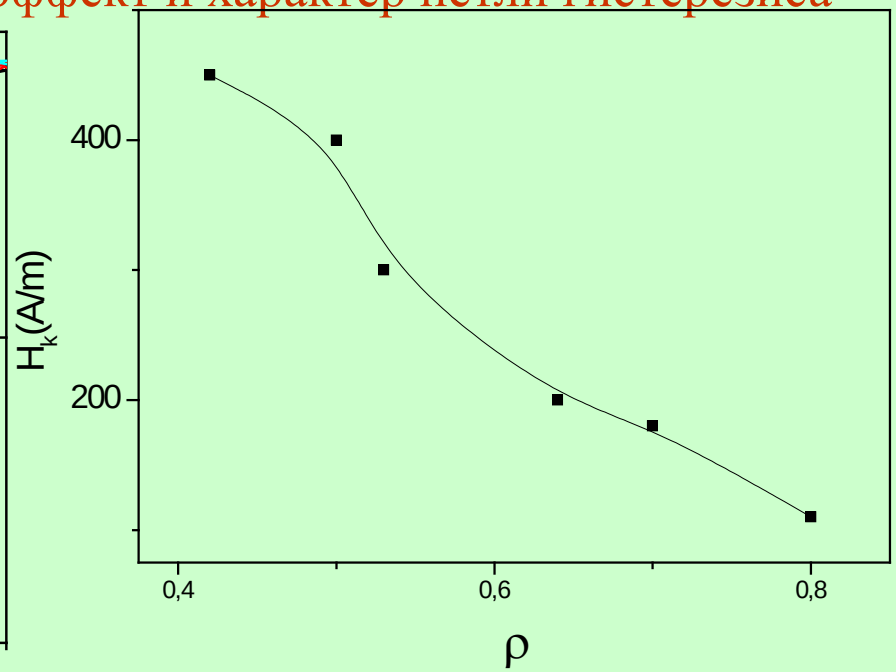


Смена одного типа петли гистерезиса (наклонной петли) на другой (прямоугольной петли) при постепенном стравливании стеклянного покрытия

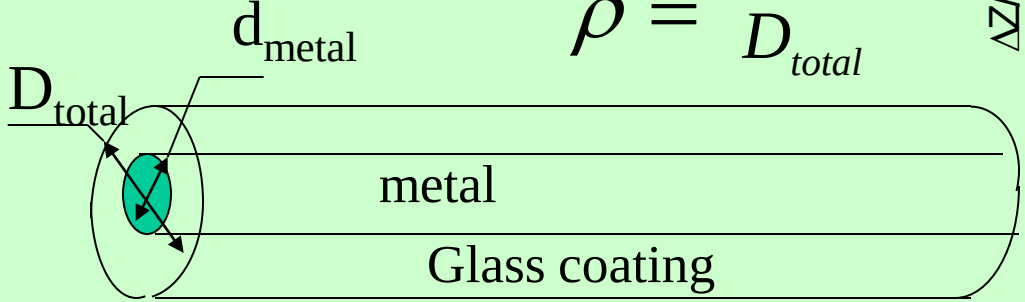
Внутренние напряжения

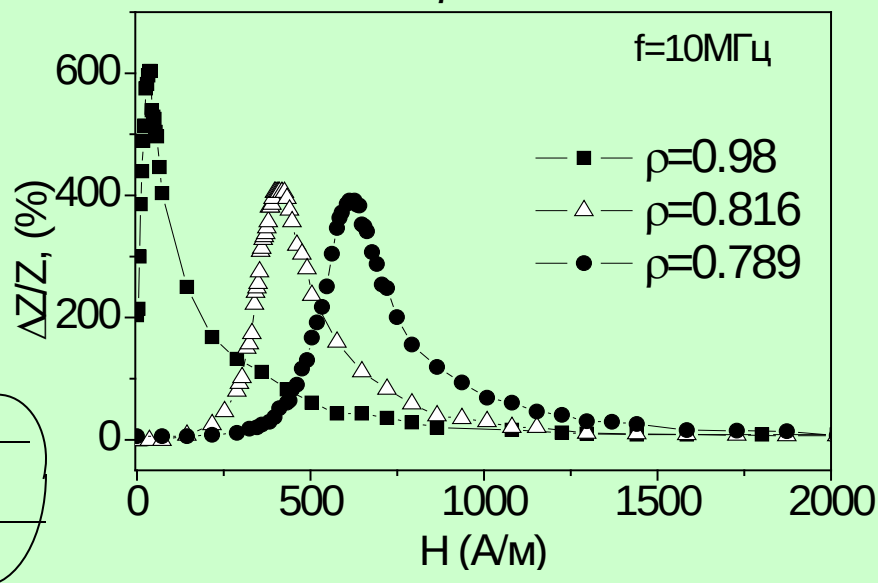
Влияние геометрии образцов на ГМИ эффект и характер петли гистерезиса





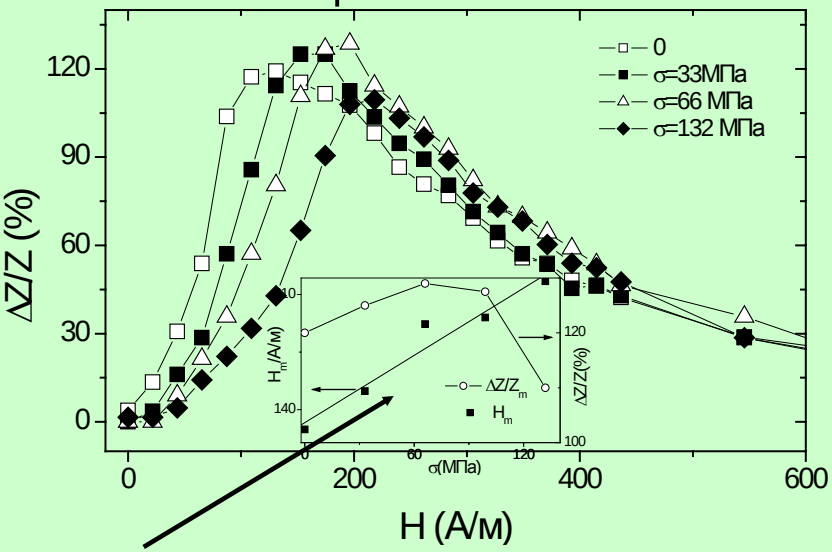
$$\rho = \frac{d_{metal}}{D_{total}}$$



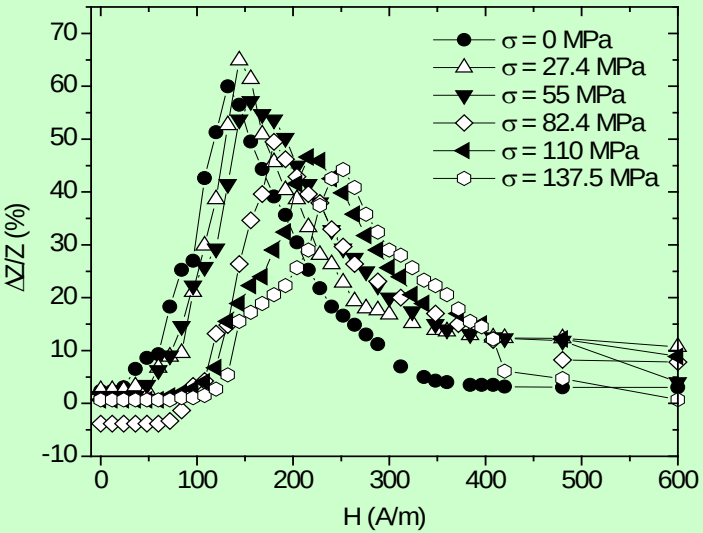


Влияние приложенных напряжений на ГМИ эффект микропровода $Co_{69}Mn_6Si_{10}B_{15}$

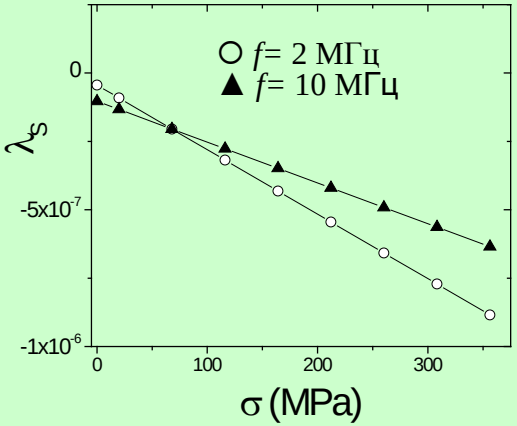
f=10 МГц



f=2 МГц



$$\lambda_s = (\mu_o M_s/3)(dH_k/d\sigma) \sim -2\times10^{-7}$$



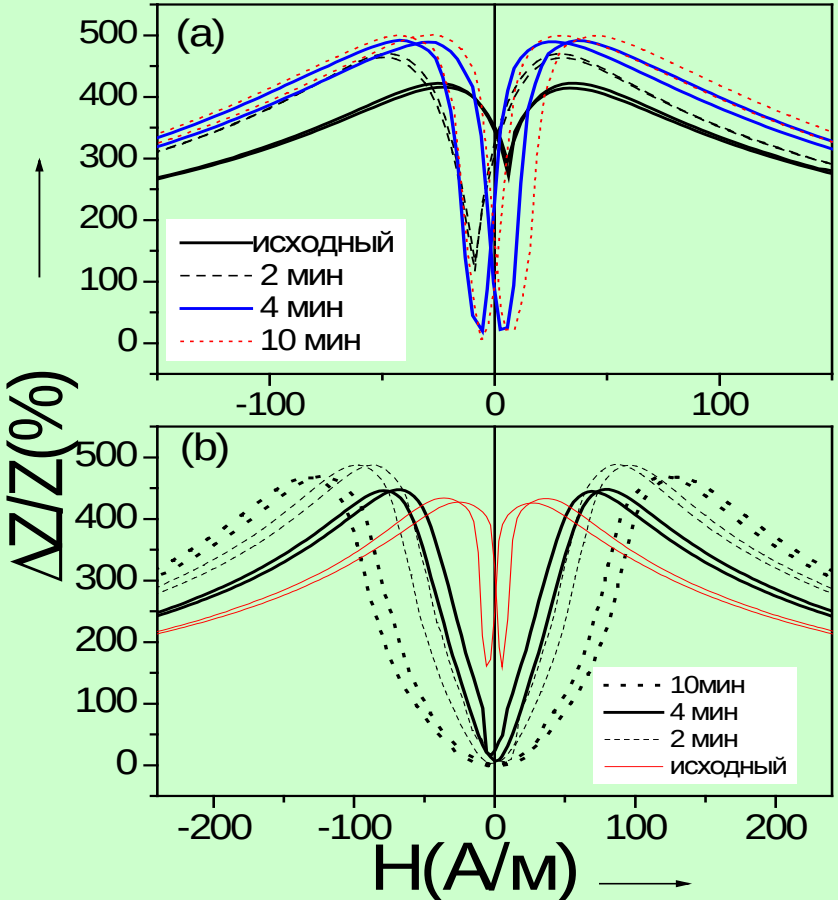
Микропровод $(Co_{1-x}Mn_x)_{75}Si_{10}B_{15}$ (x=0.09)	Метод оценки	$\lambda_{s,0}$	A $(МПа)^{-1}$
Отжиг в поле	ГМИ(σ). (f = 2 MHz)	$-0.4 \cdot 10^{-7}$	$23 \cdot 10^{-10}$
Отжиг в поле	ГМИ(σ). (f = 10 MHz)	$-1.1 \cdot 10^{-7}$	$14 \cdot 10^{-10}$

Методы управления ГМИ эффектом

Магнитоупругая анизотропия :

- Выбор состава (λ_s) и геометрии (σ)
- Отжиг (в поле или под действием напряжений) - наведённая магнитная анизотропия

Микропровод
$Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.7}$

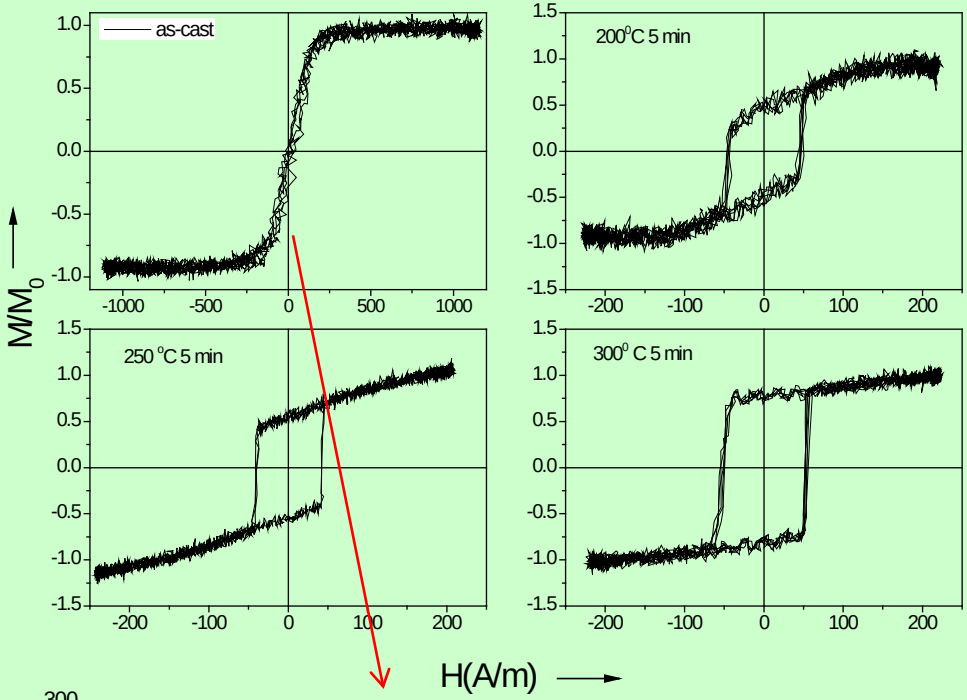


30 мА

40мА

Влияние отжига на петли гистерезиса $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ microwires.

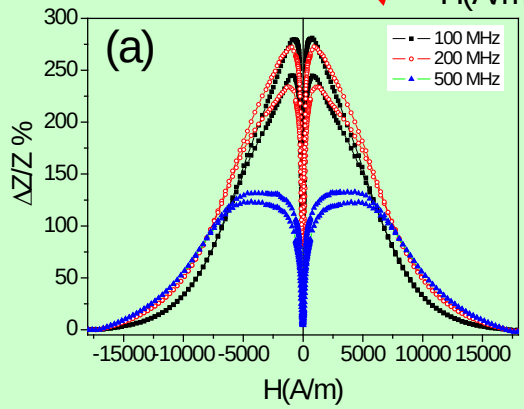
5 мин



Магнитострикция зависит от напряжений:

$\lambda_s = (\mu_o M_s/3)(dH_k/d\sigma)$,

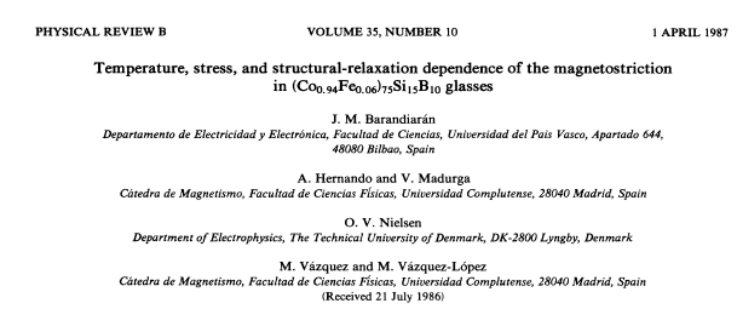
$\mu_o M$ намагниченнность насыщения, H_k- поле магнитной анизотропии, σ-напряжения.



Релаксация напряжений приводит к изменению магнитострикции λ_s

Почему такое изменение петель ?

Природа изменений наведенных отжигом


PHYSICAL REVIEW B VOLUME 35, NUMBER 10 1 APRIL 1987

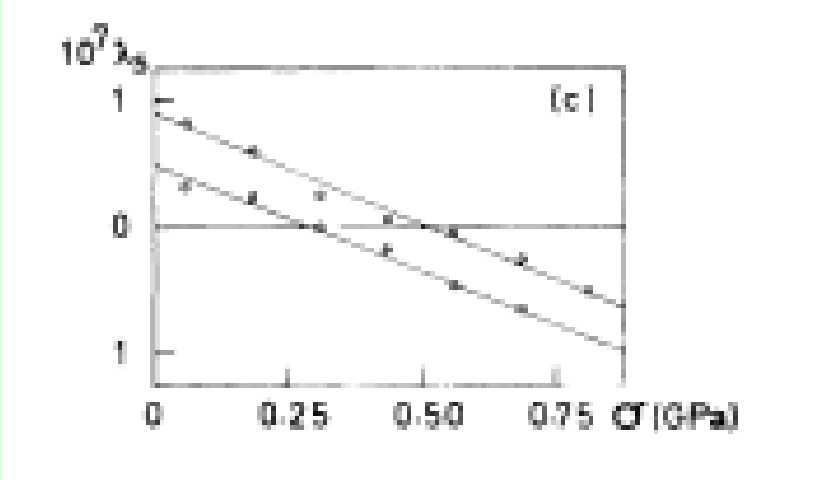
Temperature, stress, and structural-relaxation dependence of the magnetostriction in $(Co_{0.94}Fe_{0.06})_{75}Si_{15}B_{10}$ glasses

J. M. Barandiarán
Departamento de Electricidad y Electrónica, Facultad de Ciencias, Universidad del País Vasco, Apartado 644, 48080 Bilbao, Spain

A. Hernando and V. Madurga
Cátedra de Magnetismo, Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Complutense, 28040 Madrid, Spain

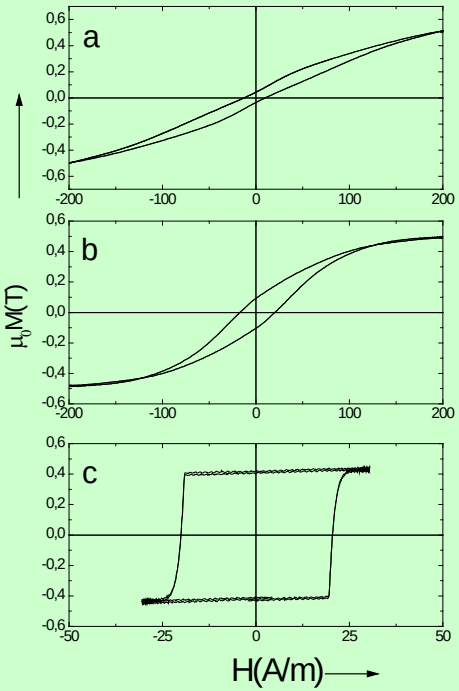
O. V. Nielsen
Department of Electrophysics, The Technical University of Denmark, DK-2800 Lyngby, Denmark

M. Vázquez and M. Vázquez-López
Cátedra de Magnetismo, Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Complutense, 28040 Madrid, Spain
(Received 21 July 1986)



$\lambda_{s,\sigma} = \lambda_{s,0} - B\sigma$

$B \sim 10^{-10}$



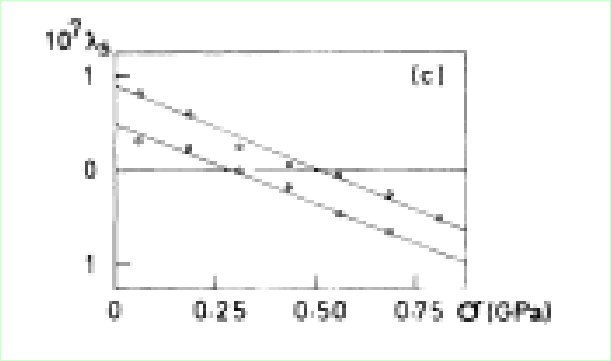
$\lambda < 0$

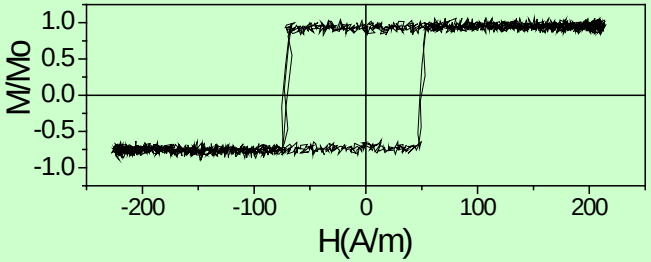
$\lambda = 0$

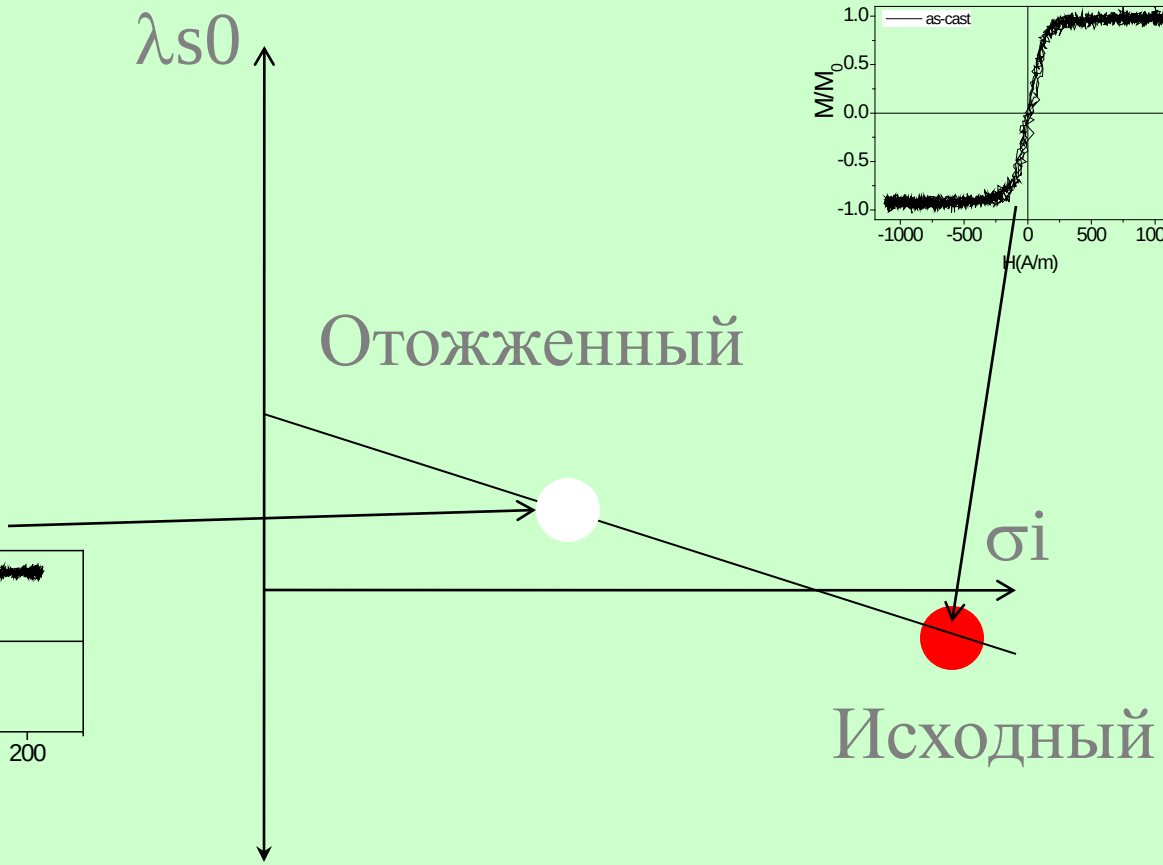
$\lambda > 0$

Релаксация напряжений приводит к изменению знака магнитострикции λ_s?

Природа изменений наведенных отжигом





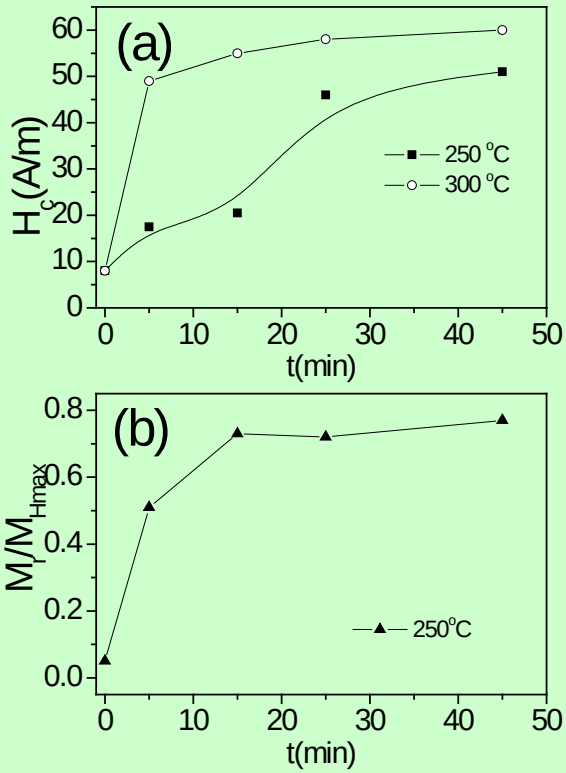


Composition	treatment	ρ=d/D	$\lambda_s \times 10^6$
$Co_{68.7}Fe_4Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$	**As-prepared**	**0.72**	**-1.05**
$Co_{68.7}Fe_4Ni_1B_{13}Si_{11}Mo_{2.3}$	**Annealed (300 °C, 30 min)**	**0.72**	**0.42**

Также микропровод отжигается под внутренними напряжениями!

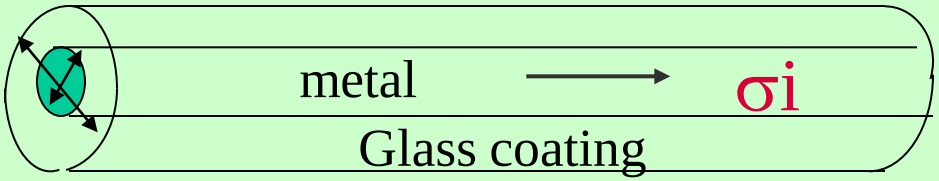
Наведенная магнитная анизотропия, ГМИ и магнитные свойства

Зависимость кдэрцитивной силы, Hc, и остаточной намагниченности от времени отжига

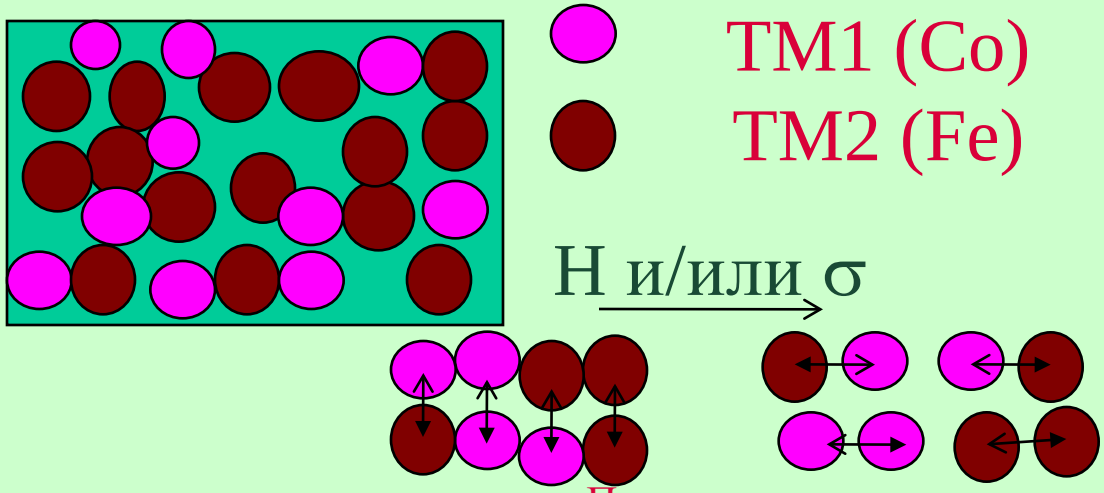


Возможные причины:

-Наведенная анизотропия(напряжения от стекла)?



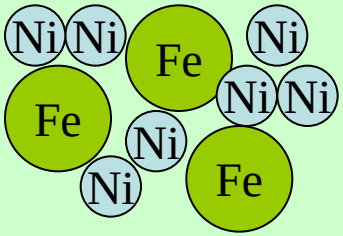
Мезанизм: Парное упорядочение



Парноеупорядочение (after Neel)

Природа наведенной анизотропии

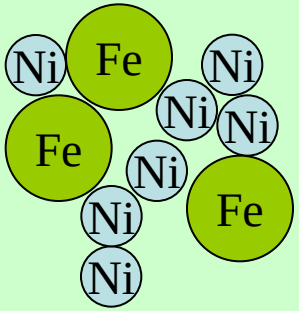
H=0



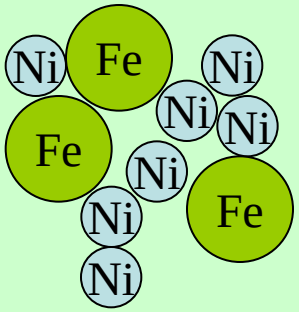
Ni-Ni; Fe-Fe – изотропны
Fe-Ni- анизотропны

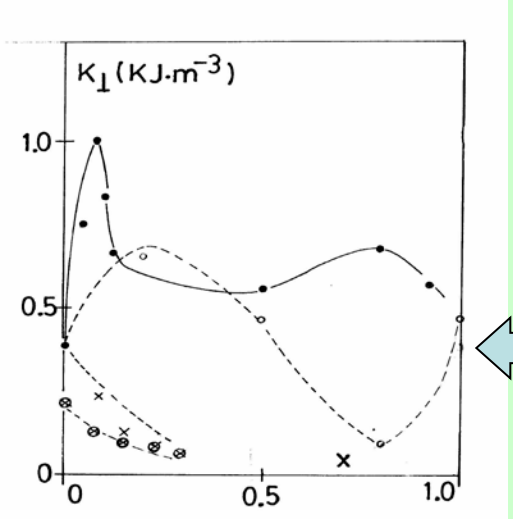
Перераспределение пар атомов при отжиге в магнитногм поле и/или под напряжениеми для минимизации энергии.

H>0

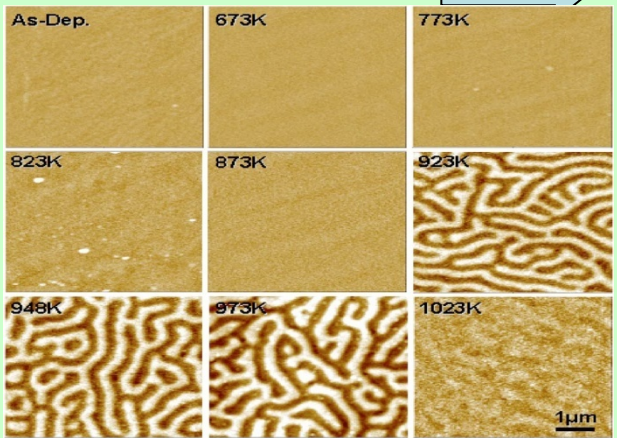


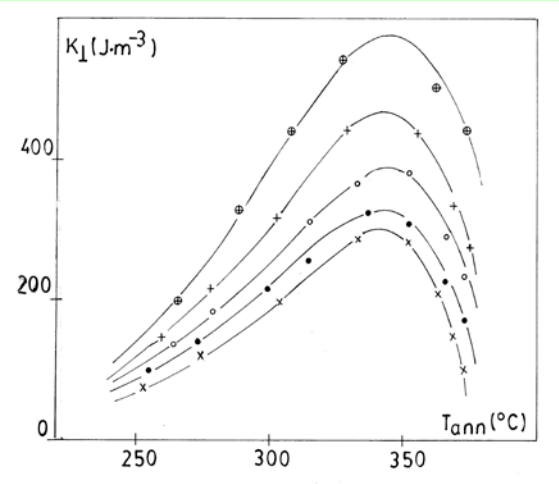
σ>0





Температурная и концентрационная зависимости



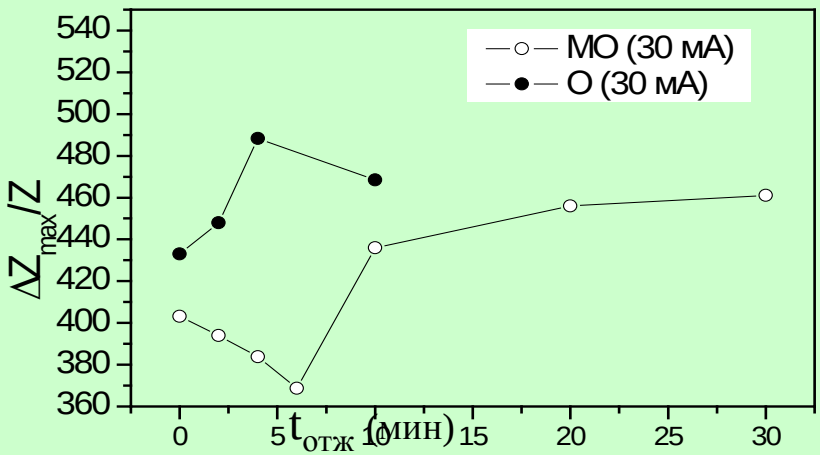


Изображения (Magnetic force microscopy)доменов исходной и отожженной тонких пленок.

Наведенная магнитная анизотропия, ГМИ и магнитные свойства

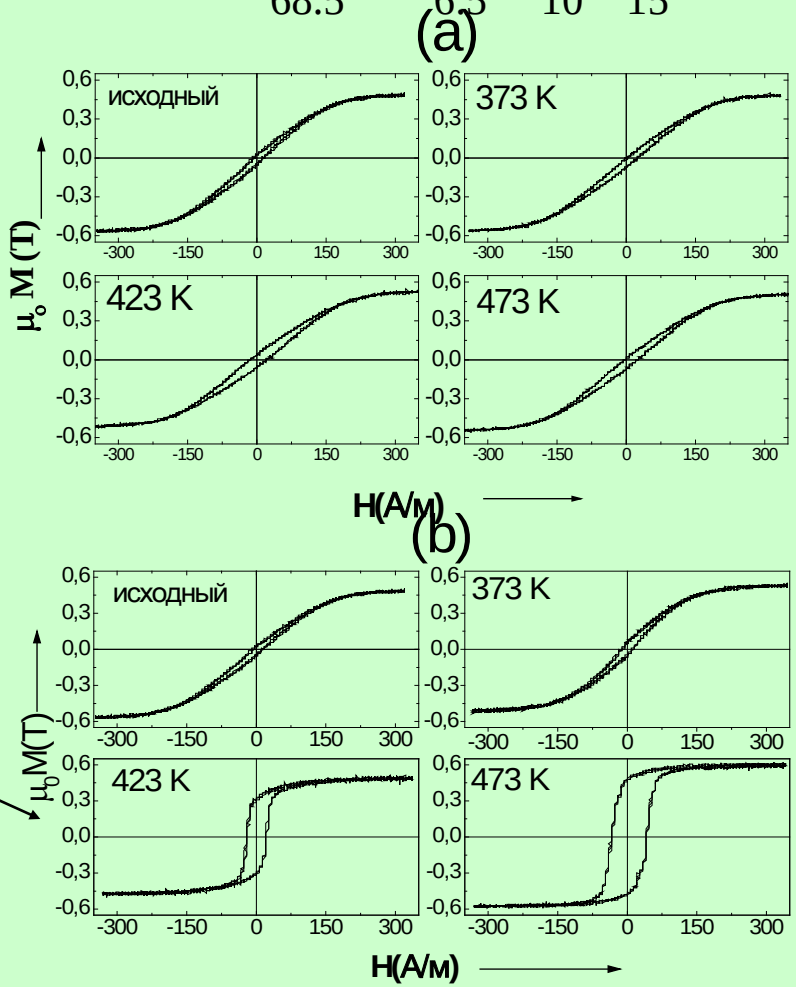
Управление ГМИ эффектом отжигом

$Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.7}$



Влияние отжига в магнитном поле на магнитную анизотропию микропровода на основе Co

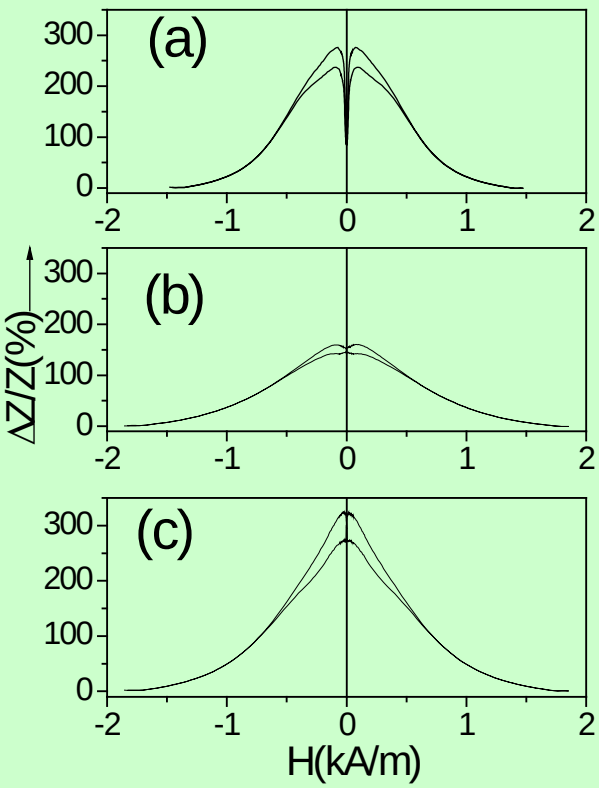
$Co_{68.5}Mn_{6.5}Si_{10}B_{15}$

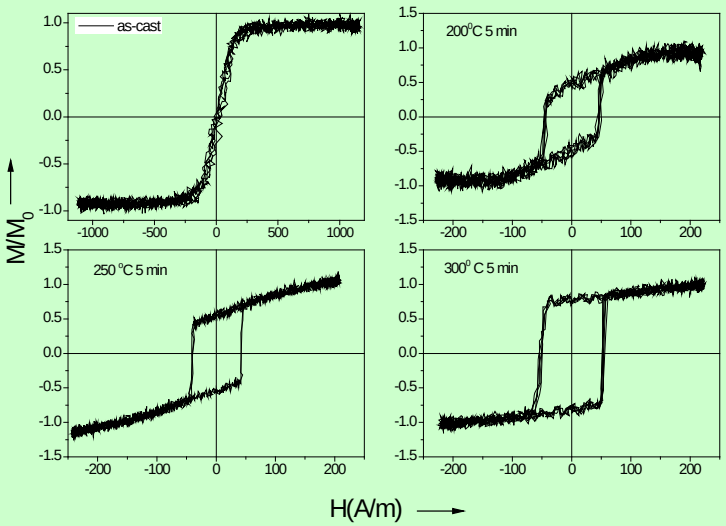


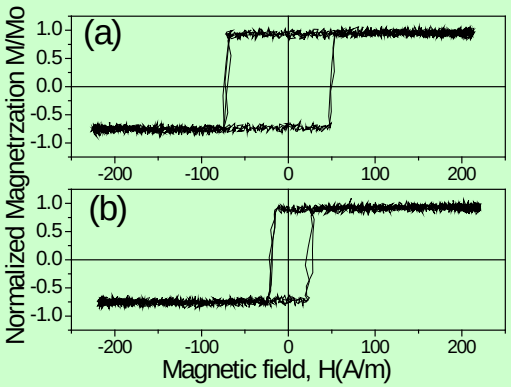
Влияние отжига в магнитном поле на магнитную анизотропию

Природа магнитной анизотропии, наведённой отжигом – одновременное влияние приложенного магнитного поля, H, и внутренних напряжений, σ, (ранее показано, что отжиг при H+ σ влияет гораздо сильнее)

Влияние отжига на ГМИ





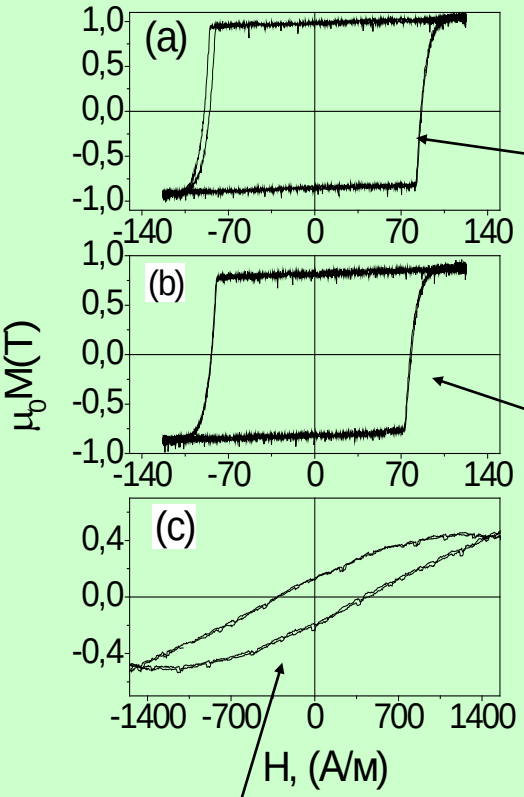


ГМИ эффект (200 MHz) в исходном (a), отожженном (573 K 5 мин) (b) и отожженном под напряжением (573K 5 мин) (c) $Co_{69.2}Fe_{4.1}B_{11.8}Si_{13.8}C_{1.1}$ microwire

Отжиг под напряжением может улучшить ГМИ эффект

Анизотропия наведённая отжигом под нагрузкой и эффект ГМИ в микропроводе на основе Fe

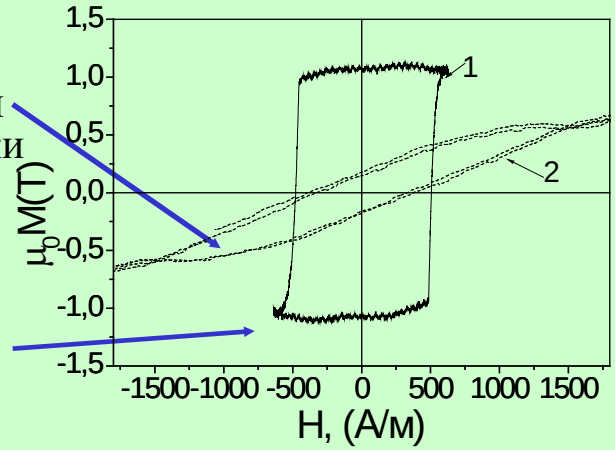
$Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$



Исходный (ГМИ ≈0)

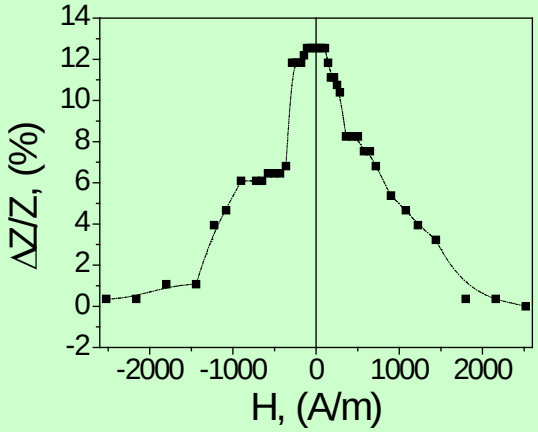
Отжиг (ГМИ ≈0) ($T_{отж}$ =400 °C)

Отжиг под нагрузкой (T_{ann}=400 °C, σ=458 МПа)

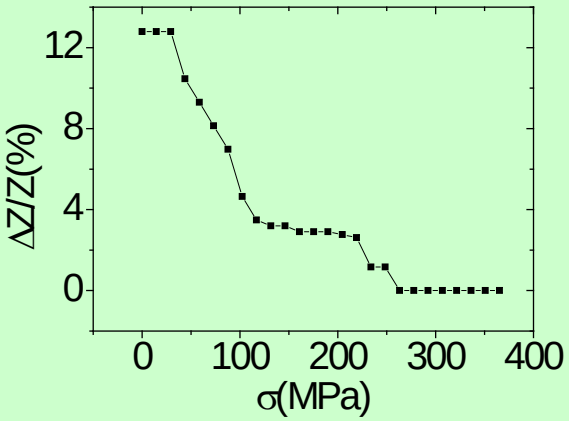


Отжиг под нагрузкой измерение без нагрузки

измерение под нагрузкой



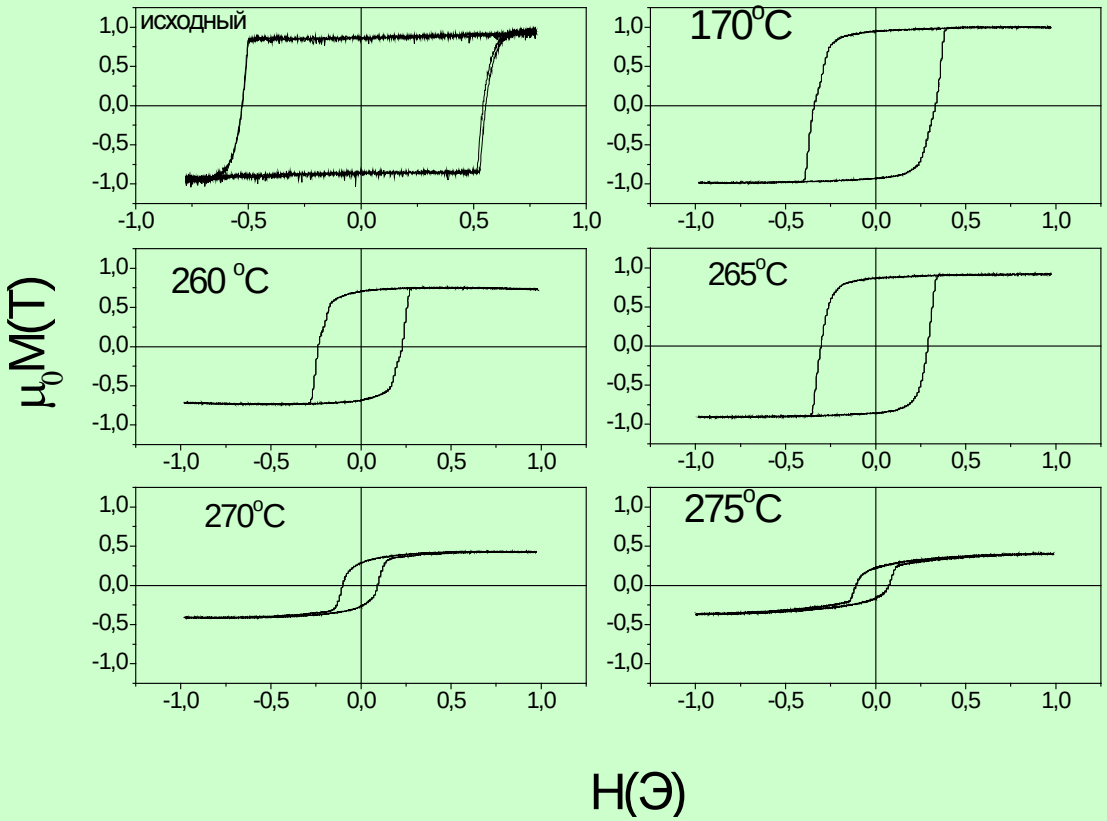
ГМИ эффект

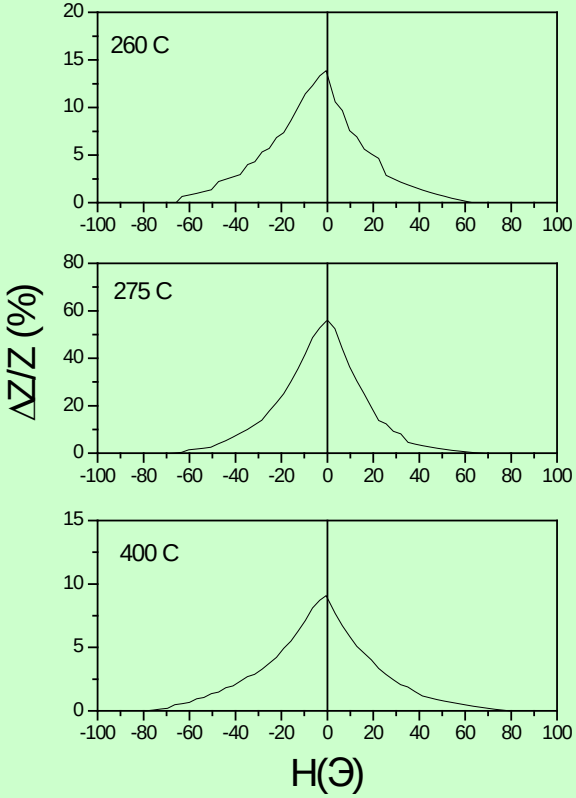


Стресс импеданс

A. Zhukov, Advanced Functional Materials V. 16, Issue 5 (2006) 675-680

Управление магнитными свойствами и ГМИ микропровода $Fe_{74}B_{13}Si_{11}C_2$ отжигом под нагрузкой

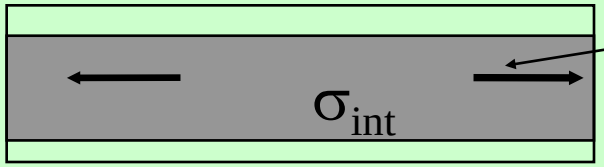




Приложение механического напряжения при отжиге позволило кардинально изменить магнитную анизотропию, управлять магнитными свойствами и эффектом ГМИ аморфного микропровода и привело к появлению нового СИ эффекта.

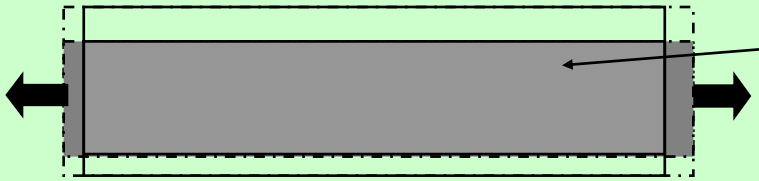
Природа анизотропии наведенной отжигом под нагрузкой

Исходный микропровод



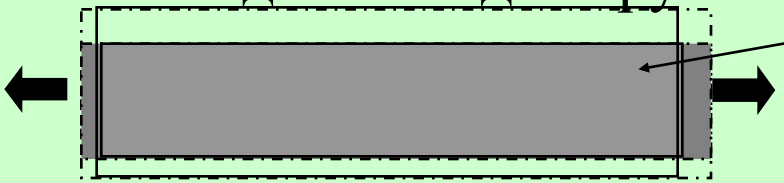
Внутренние напряжения имеют преимущественно осевую ориентацию

отжиг

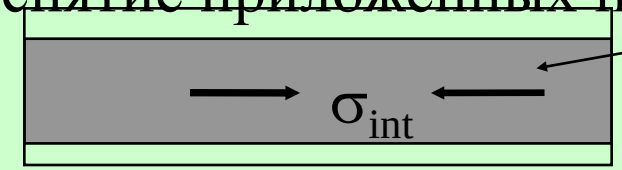


Отжиг в присутствии напряжений: релаксация в напряженном состоянии

охлаждение под нагрузкой



снятие приложенных напряжений

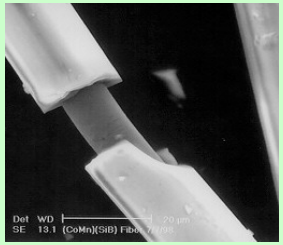


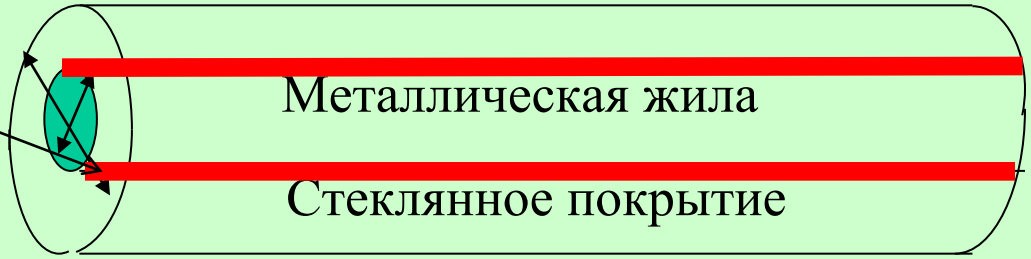
Появление сжимающих осевых напряжений (т.н. обратные“Back stresses”)

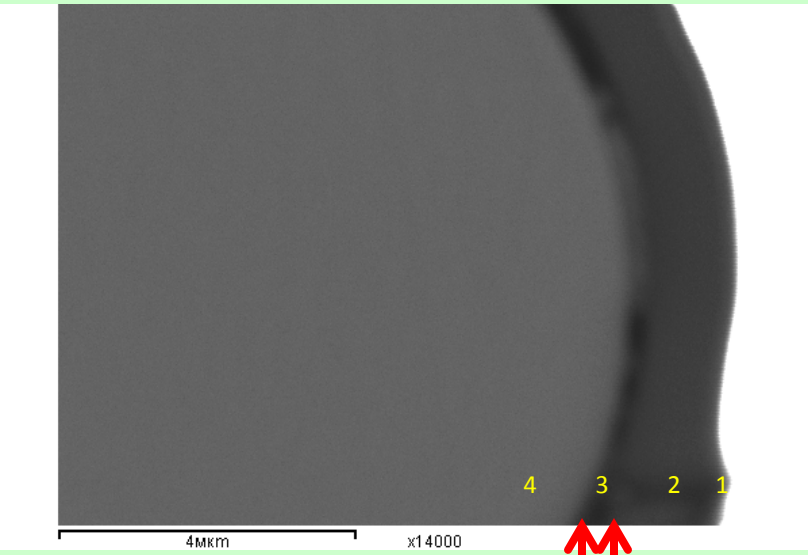
A. Zhukov, Advanced Funcional Materials Volume 16, Issue 5, 2006, pp.675-680

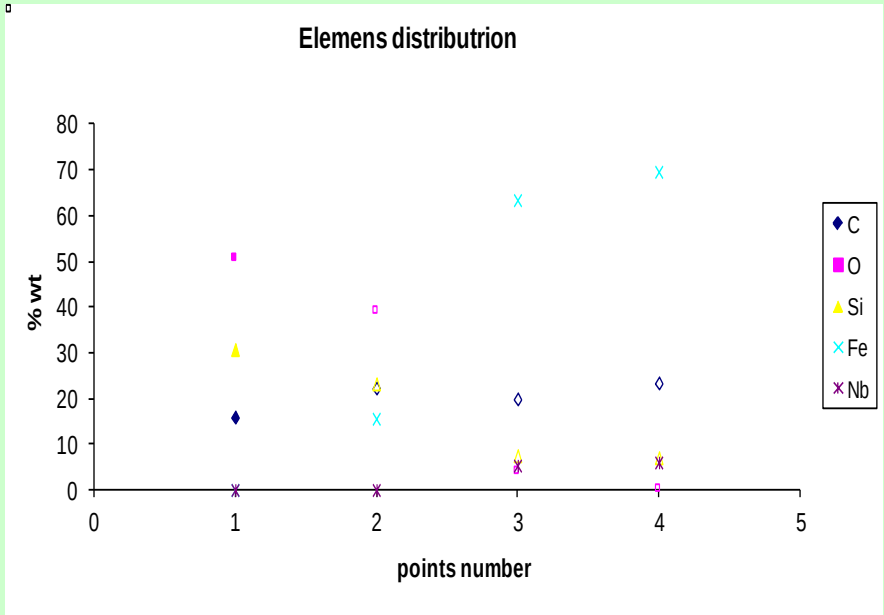
Поверность и дефекты: переходный слой

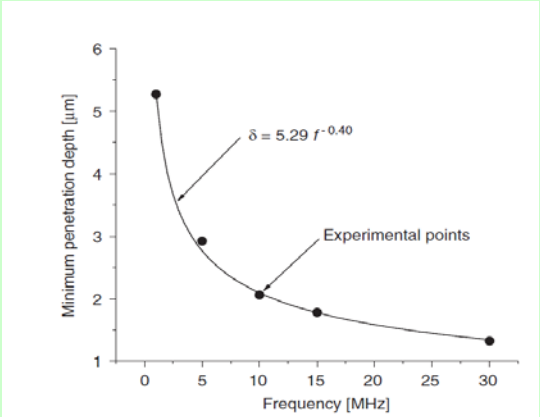
переходный слой











0.5 мкм

A. Zhukov, E. Shuvaeva, S. Kaloshkin, M. Churyukanova, E. Kostitcyna, V. Sudarchikova, A. Talaat, M. Ipatov, and V. Zhukova, J.Appl. Phys. 115, 17A305 (2014);

Начиная с 30 МГц толшины скин слоя и переходного слоя сравнимы !

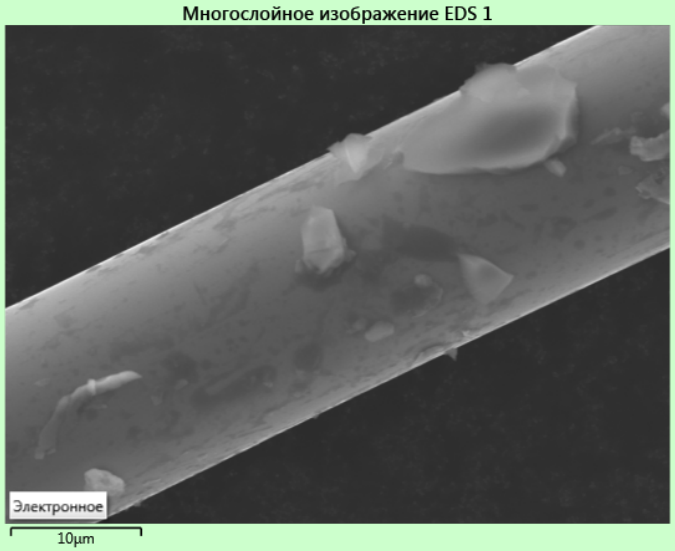
Поверность и дефекты: переходный слой

Причины возникновения промежуточного слоя были высказаны следующие предположения:

- Образование **серии твердых растворов**. Взаимодействие между сформировавшимися кристаллографическими формациями и отдельными атомами, которые могут создать на базе уже этих формаций твердые растворы внедрения или замещения.Толщина промежуточного слоя в этом случае может составлять несколько микрон.
- **Нескомпенсированные молекулярные силы на поверхности** между стеклянным покрытием и металлической жилой. В этом случае толщина промежуточного слоя из элементов стекла и металла составит не более 0,1 микрона.
- Образование **стабильных химических соединений** со структурой отличающейся (с точки зрения кристаллографии) от таковой для взаимодействующих материалов. Возникновение этих химических соединений возможно, в случае если металлический расплав и стекло имеют определенное сродство с электронами, а сами внешние (валентные) электронные оболочки незаполнены (до оболочки инертных газов). Толщина промежуточного слоя в этом случае примерно такая же, как и в случае образования серии твердых растворов (несколько микрон), но этот слой более видим, как это наблюдалось с помощью микроскопии в некоторых случаях.

Поверность и дефекты: переходный слой

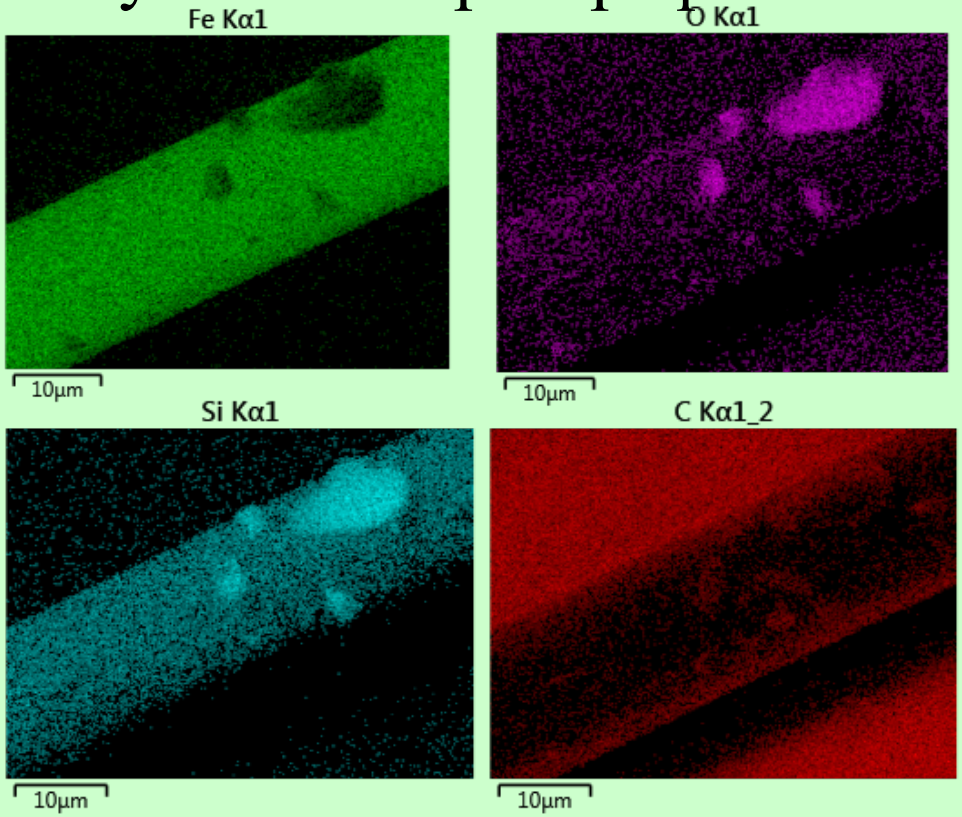
С помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) JEOL JSM-6610LV был проведен спектральный анализ поверхностей двух микропроводов



Микроструктура микропровода, полученная РЭМ

наблюдается также наличие кислорода, причем сканирование показывает его присутствие не только в стекле, но и в некоторых участках металлической жилы

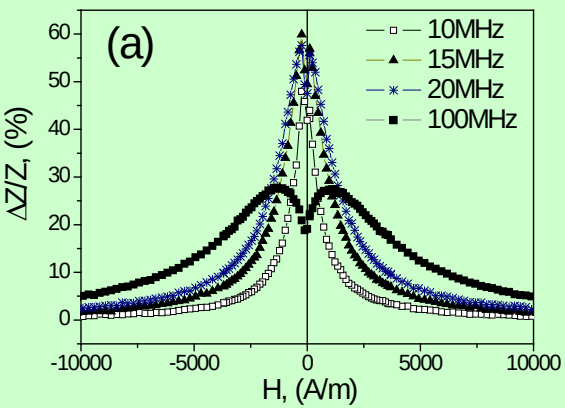
Результаты картографии

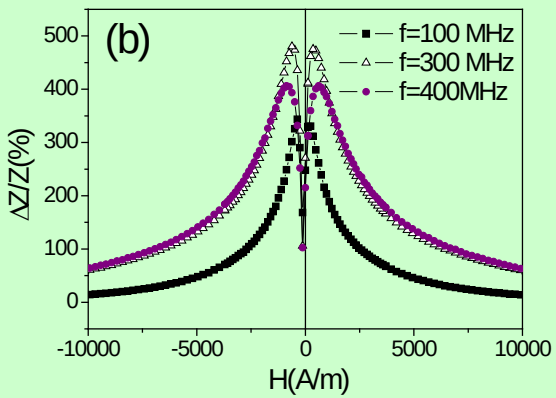


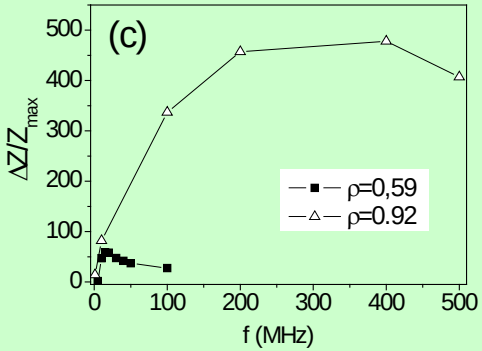
Многослойное изображение микропровода

Поверность и дефекты: переходный слой

$\Delta Z/Z(H)$ для фиксированного состава $Co_{69,4}Fe_{4.3}Ni_{1.5}B_{11.7}Si_{11.9}Mo_{1.2}$ микропровода с разной геометрией (отношения ρ).

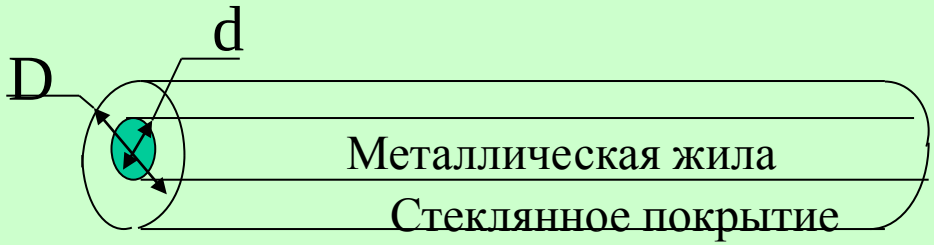






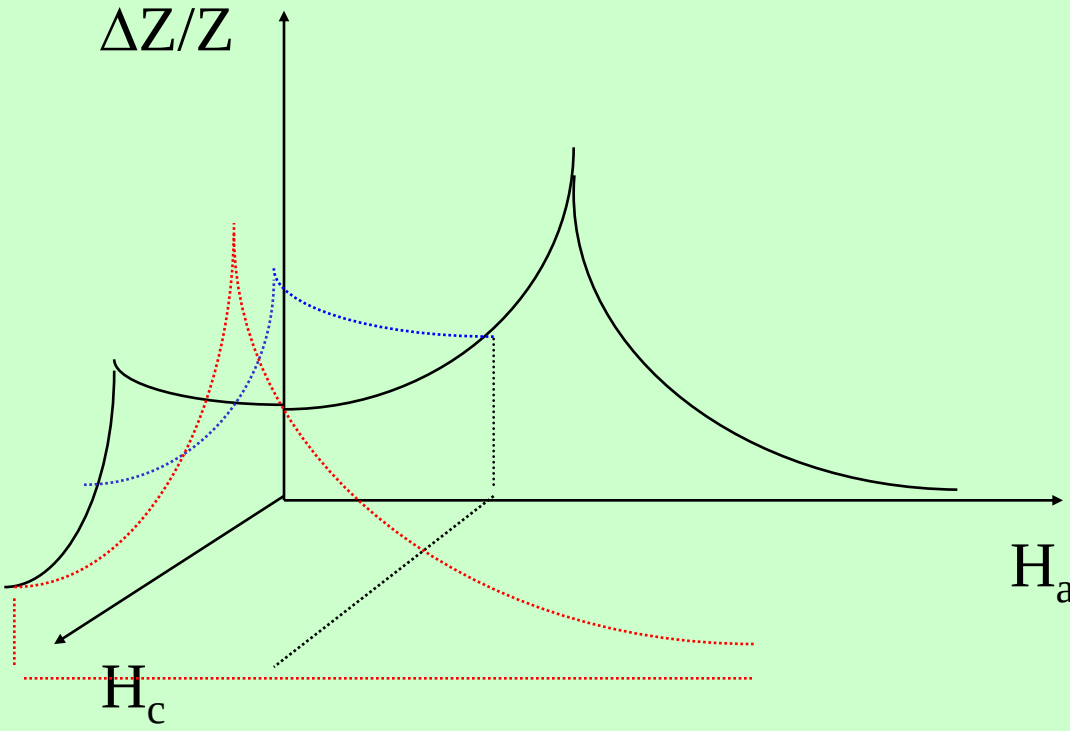
$\rho \approx 0{,}59$, d=6μm (a), $\rho \approx 0{,}92$; d=21 μm

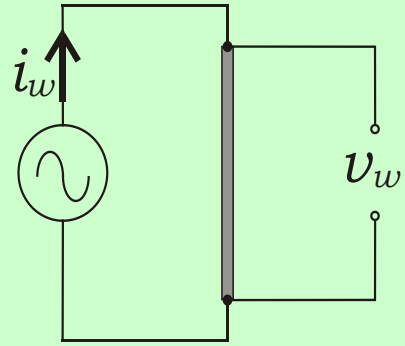
Отношение поверхность/объем 1/r: с уменьшением диаметра вклад поверхности растет



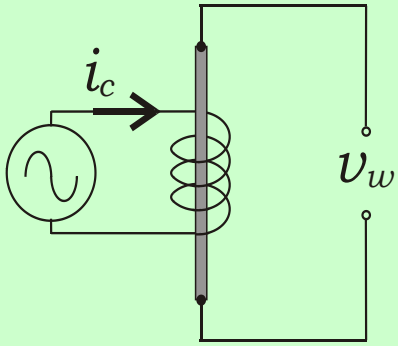
Тензорный характер ГМИ

Схема

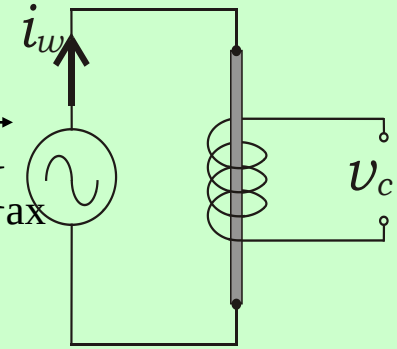




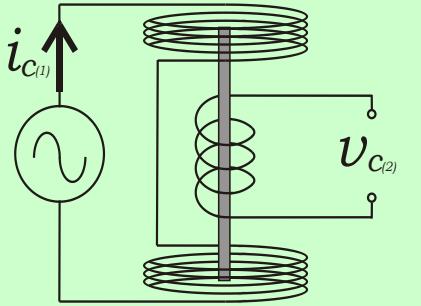
(a) $v_w \equiv \varsigma_{zz} i_w$



(b) $v_w \equiv \varsigma_{z\varphi} i_c$



(c) $v_c \equiv \varsigma_{\varphi z} i_w$



(d) $v_{c(2)} \equiv \varsigma_{\varphi\varphi} i_{c(1)}$

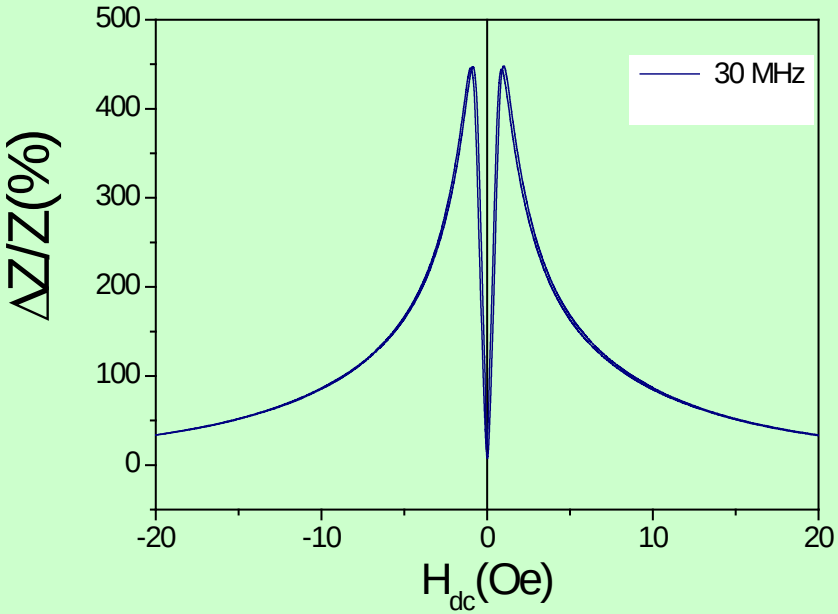
Методы измерения компонент тензора ГМИ: (a) ς_{zz}, (b) $\varsigma_{z\varphi}$, (c) $\varsigma_{\varphi z}$, (d) $\varsigma_{\varphi\varphi}$

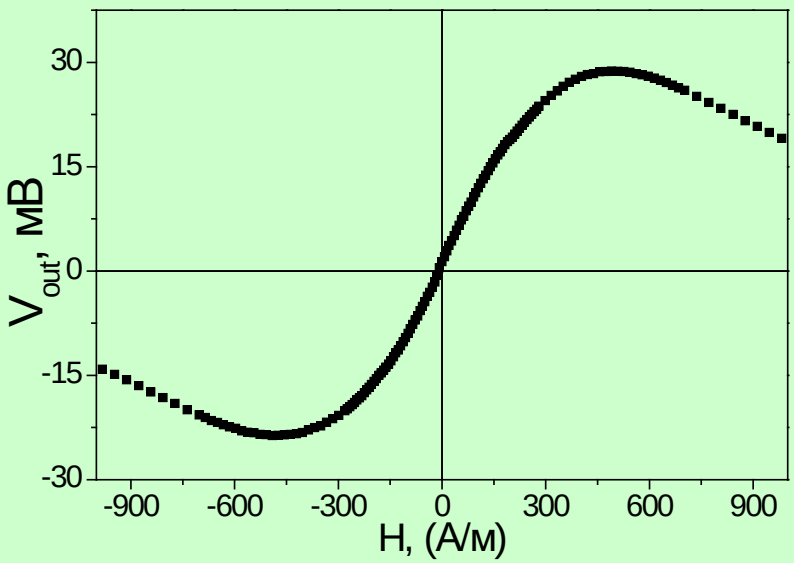
A.S. Antonov, I.T. Iakubov, A.N. Lagarkov, J. Magn. Magn. Mat. 187 (1998), 252

P. Aragoneses, A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco and L. Dominguez, Sensors and Actuators A, 81/1-3 (2000) 86-90

D.P.Makhnovskiy, L.V. Panina and D.J. Mapps, Phys Rev B **63** (2001), 1444241.

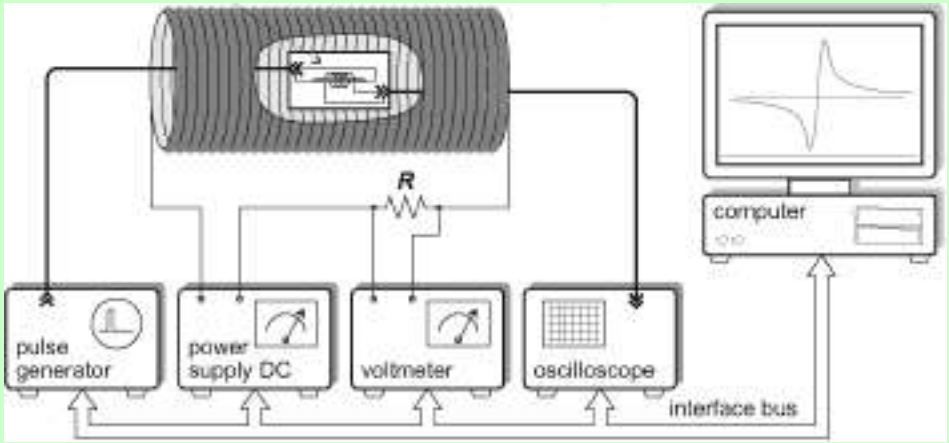
Практический интерес в недиагональном ГМИ





Импульсный ГМИ эффект

Преимущества: линейная полевая зависимость,легко релизуемая схема с помощью осцилляторов

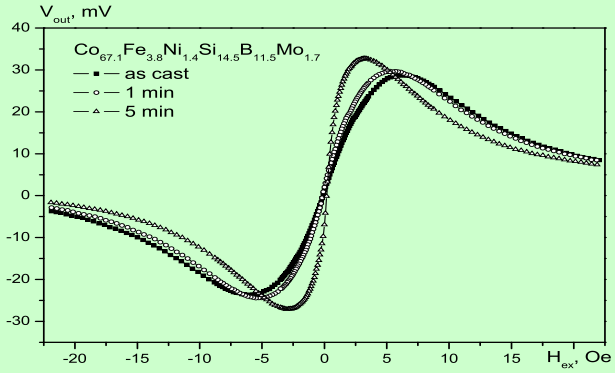


Эспериментальная установка для измерений

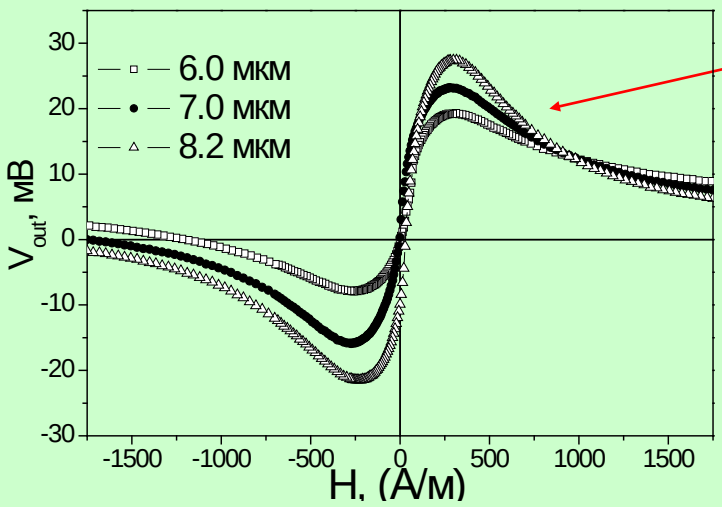
Возбуждающий ток в проводе (a) и наведенная эдс во вторичной обмотке (b)

(a)

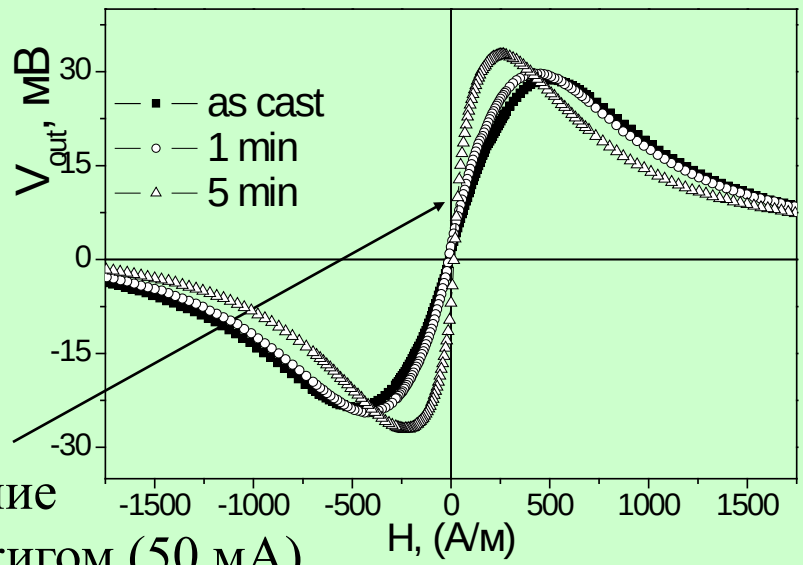
(b)



Тензорный характер ГМИ
Недиагональный ГМИ эффект в микропроводах



Антисимметричная форма,
линейная область,
положения максимумов зависят от геометрии



Управление
ГМИ отжигом (50 мА)

Величина и чувствительность ГМИ в аморфных микропроводах зависят от магнитной анизотропии и определяются как составом и геометрическими параметрами микропровода, так и режимами термообработки в магнитном поле и/или при приложении механических напряжений.

Частотная зависимость ГМИ

В зависимости от частоты *f* тока через образец условно могут быть выделены 4 режима :

(i) **Низкие частоты** (1-10 kHz) когда глубина скин слоя, δ, больше радиуса или полутолщины образца (слабый скин эффект) изменения импеданса связяаны с эффектом Маттеуччи или магнитоиндуктивным эффектом

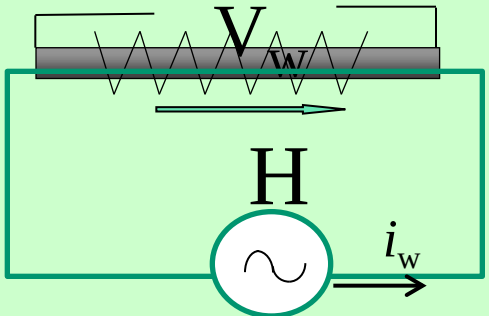
$$\delta/a >> 1$$

Т.е. **изменения импеданса связяны** исключительно **с циркулярным процессом намагничивания**. Таким образом предплолагая что природа ГМИ связана со скин эффектом магнитого проводника **наблюдаемые изменения не являются в полной мере эффектом ГМИ**.

Частотная зависимость ГМИ

(*ii*) 10-100 kHz to 1-10 MHz (где ГМИ был **изначально откырт и описан) ГМИ**, возникает за счет изменений глубины скин слоя обусловленных **заметным изменением магнитной проницаемости** наведенных магнитным полем. It is widely believed that in this case both **domain walls** and **magnetization rotation** contribute to changes of the circular permeability and consequently to the skin effect. $\delta/a << 1$

(*iii*) MHz band (from 1-10 MHz to 100-1000MHz), the GMI effect is also the originated by the skin effect of the soft magnetic conductor, i.e. must be attributed to the GMI. But at these frequencies the **domain walls are strongly damped**. Therefore the **magnetization rotation** must be considered as responsible for the magnetic permeability change induced by an external magnetic field . $\delta/a << 1$



$$V_w = \xi_{zz} i_w$$

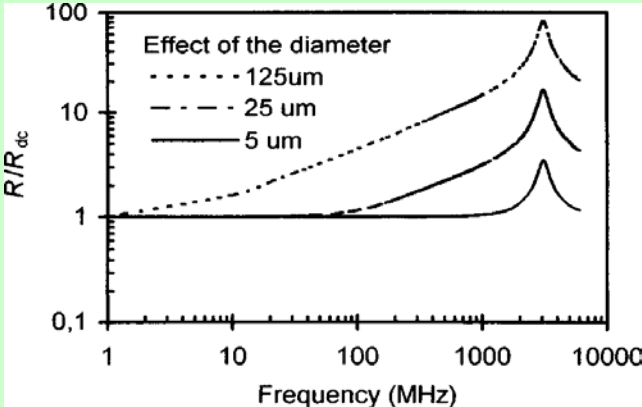
Частотная зависимость ГМИ

(*iv*) At high frequencies, of the order of GHz, the magnetization rotation is strongly influenced by the gyromagnetic effect. With increasing the frequency the GMI peaks are shifted to static fields where **sample is magnetically saturated**. At this frequency range strong changes of the sample's impedance have been attributed to the ferromagnetic resonance (FMR).

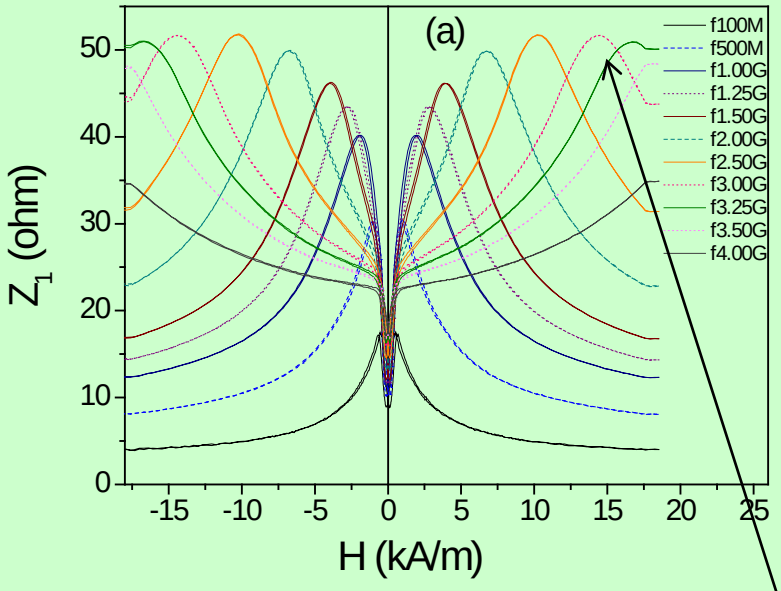
The most appropriate criteria for determining the frequency regions is probably the ratio of skin depth to transversal dimensions of the sample (δ/a), used by most authors. In this case, the criteria used must be the ratio d/a: $\boldsymbol{\delta/a >> 1}$ indicates a **weak skin effect** regime, while $\boldsymbol{\delta/a << 1}$ indicate a **strong skin effect**.

δ/a ratio also depends on many other parameters, such as sample dimensions, material properties, magnetic field, etc.

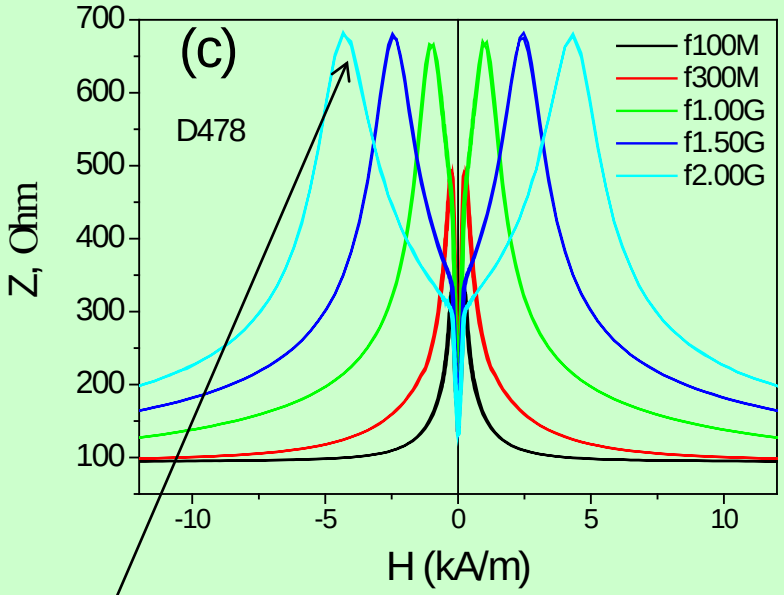
As thinner wire as higher GMI frequency !

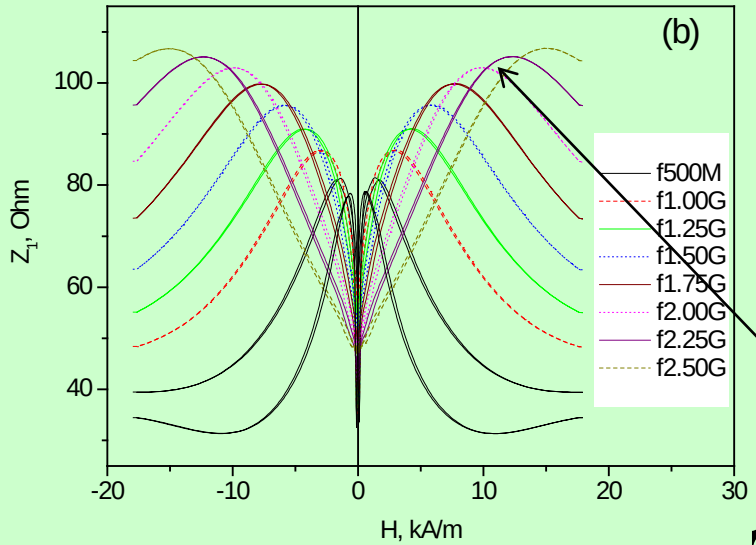


Частотная зависимость ГМИ



$Z_1(H)$ dependence of $Co_{66}Cr_{3.5}Fe_{3.5}B_{16}Si_{11}$ (a) and $Co_{67}Fe_{3.85}Ni_{1.45}B_{11.5}Si_{14.5}Mo_{1.7}$ (b) and $Co_{67.71}Fe_{4.28}Ni_{1.57}Si_{11.24}B_{12.4}Mo_{1.25}C_{1.55}$ microwires measured at different frequencies

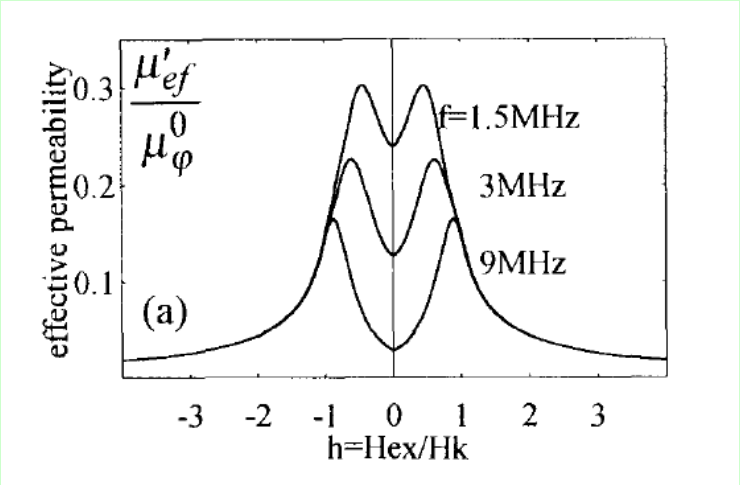




V. Zhukova, M. Ipatov and A Zhukov, “Thin Magnetically Soft Wires for Magnetic Microsensors“, *Sensors* 9: 9216-9240, 2009.

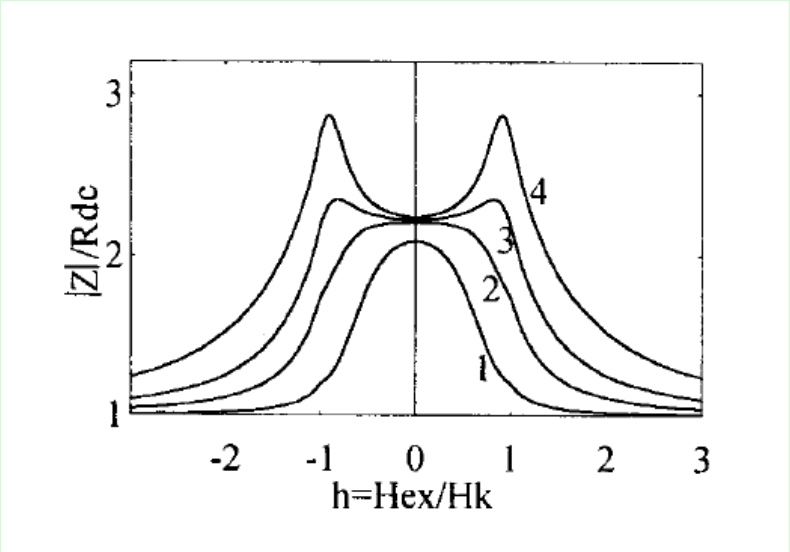
Достаточно высокие магнитные поля

Частотная зависимость ГМИ

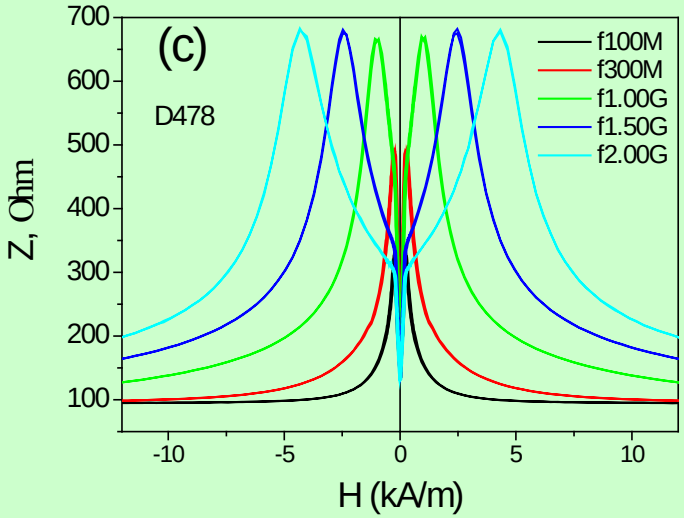


L. V. Panina, K. Mohri, T. Uchyama, and M. Noda, IEEE TRANS. MAGN. VOL. 31, (1995), 1249

position of μ and Z maximums becomes closer to $h(H_{ex}/H_k)$= 1 with increasing frequency

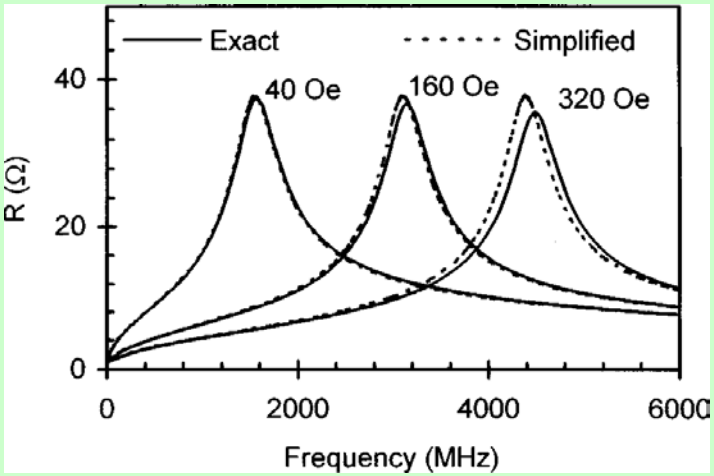


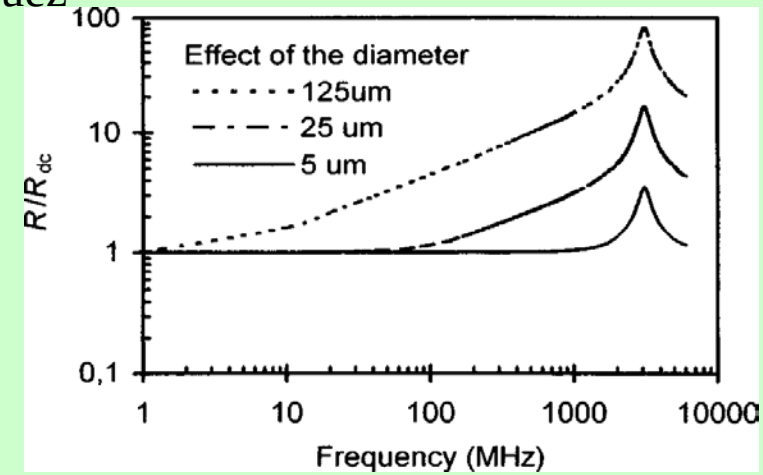
Наши экспериментальные данные (приведенные выше) – для Hk поля слишком высоки (kA/m) ?

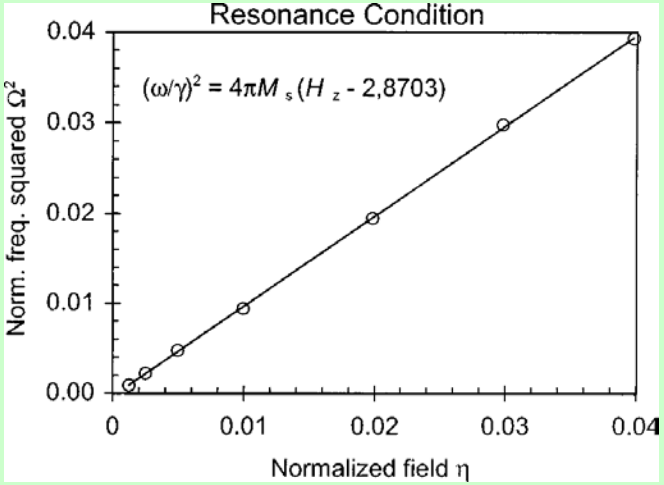


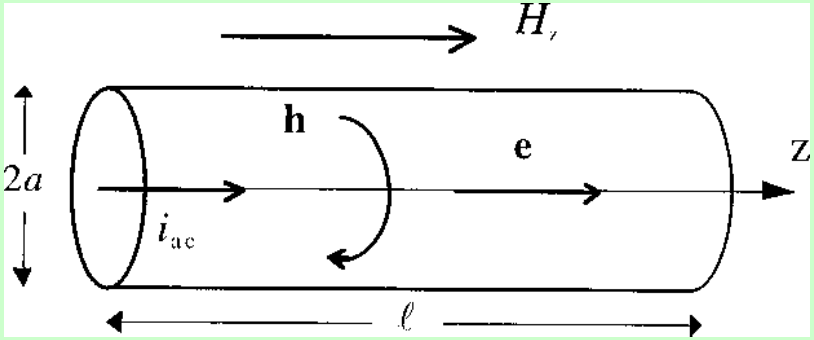
Частотная зависимость ГМИ

D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu, and A. Yelon, JAP, 84, 5 (1998), 2805: Высокие поля, или линейный ГМИ, при котором цилиндрический магнитный проводник находится в магнитном насыщении вдоль оси (*H>10 Э)*, при этом как доменная структура таки и движение ДГ отсутствует.*Также* L. Kraus & M. Vazquez









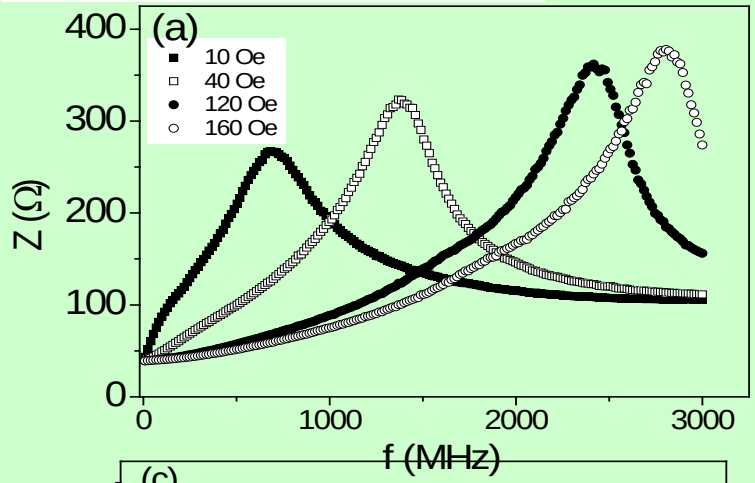
В области высоких частот частотная зависимость ГМИ описывается в приближении ФМР.

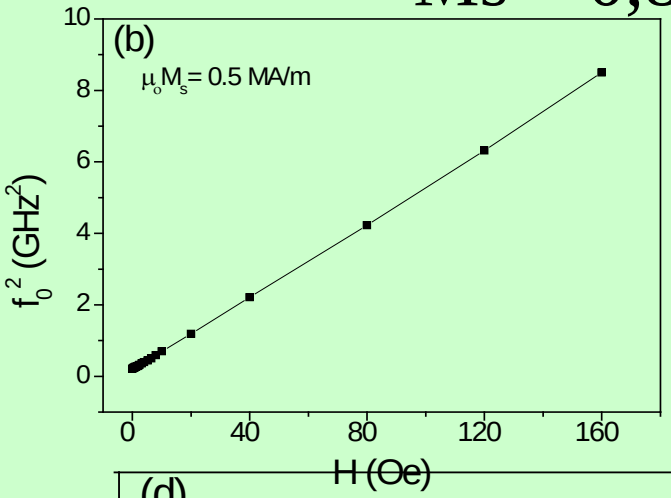
Частотная зависимость ГМИ

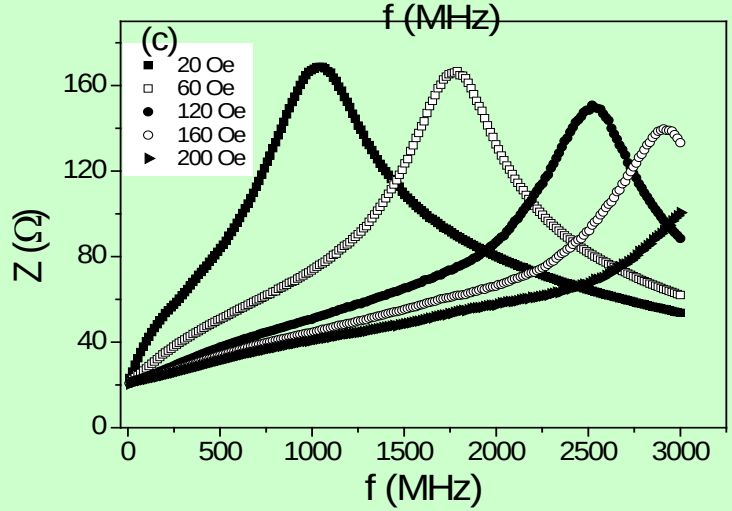
Frequency dependence of GMI effect (a, c) and $f_0^2(H)$ dependence (b,d) measured for $Co_{67,05}Fe_{3.85}Ni_{1.4}B_{11.33}Si_{14.47}Mo_{1.69}$ microwires with d≈16,2 μm ρ ≈0.7 and d=21,4 μm ρ ≈0.816 respectively

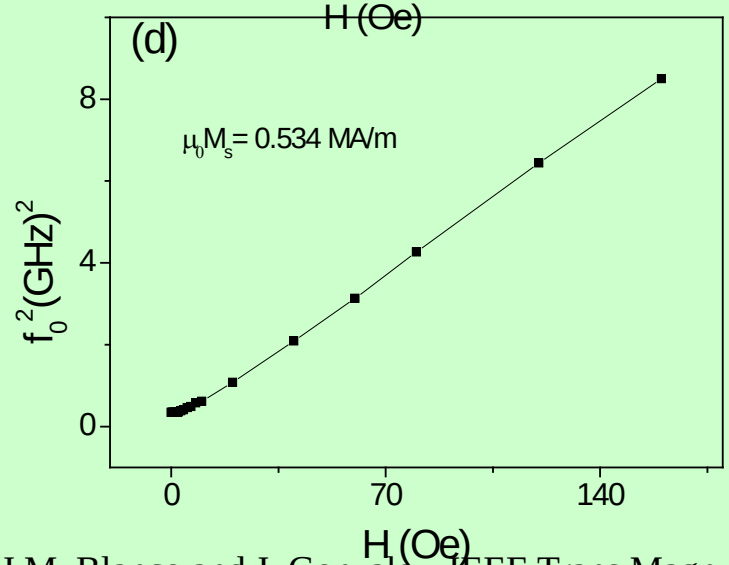
$$(\omega_r/\gamma)^2 = 4\pi M_s H$$

$$Ms = 0{,}805\ 10^{-9}\ df_0^2/dH$$









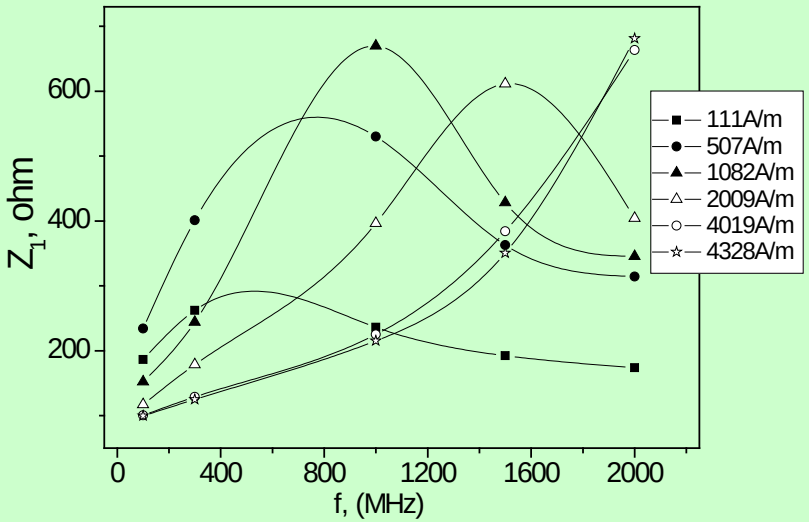
*D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu, and A. Yelon, *J. Appl. Phys.*, 84: 2805–2814, 1998.

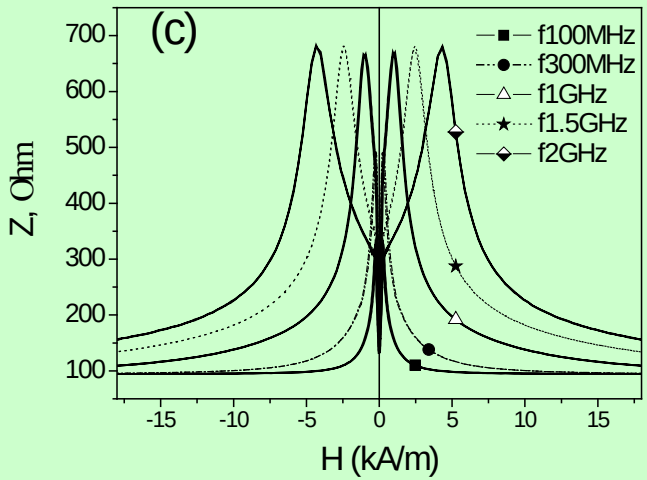
C. García, A. Zhukov, V. Zhukova, M. Ipatov, J.M. Blanco and J. Gonzalez, IEEE Trans Magn.41: 3688-3690, 2005

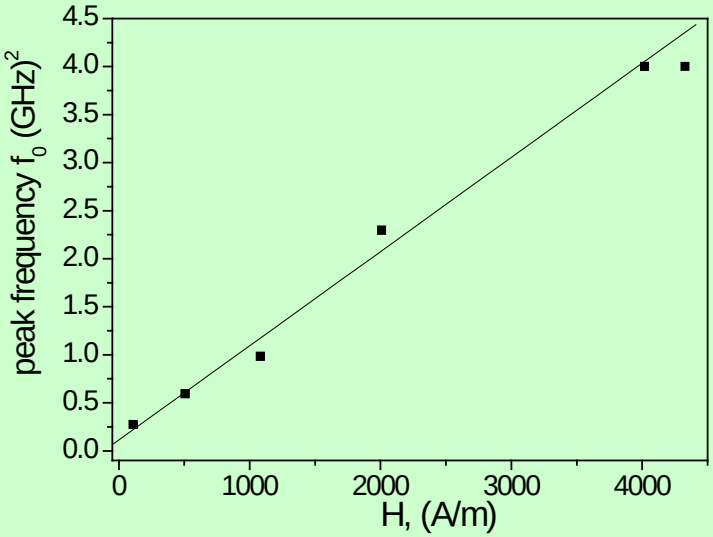
Частотная зависимость ГМИ

$Co_{67.71}Fe_{4.28}Ni_{1.57}Si_{11.24}B_{12.4}Mo_{1.25}C_{1.55}$

d=10.8 μm, D=13.8 μm (thinnest sample)

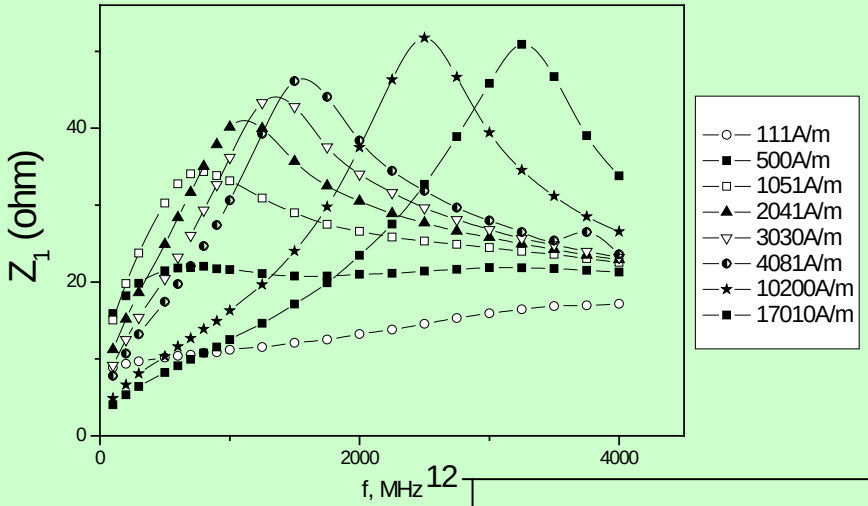


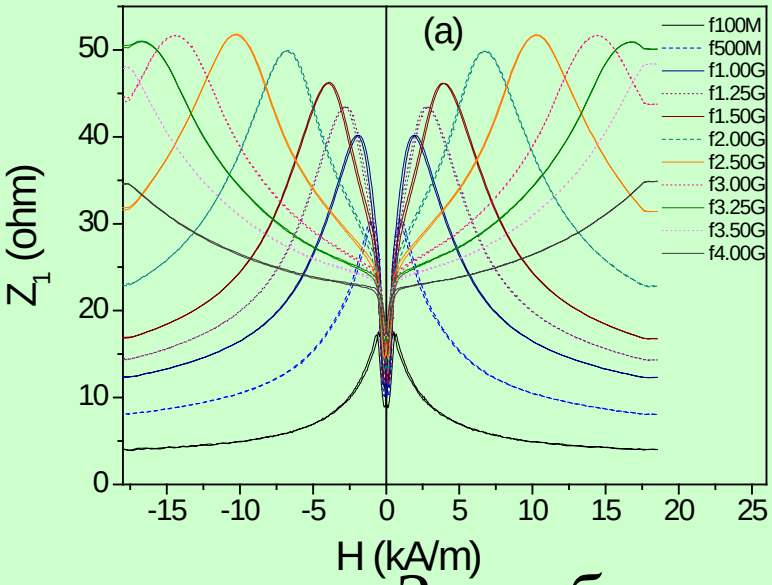


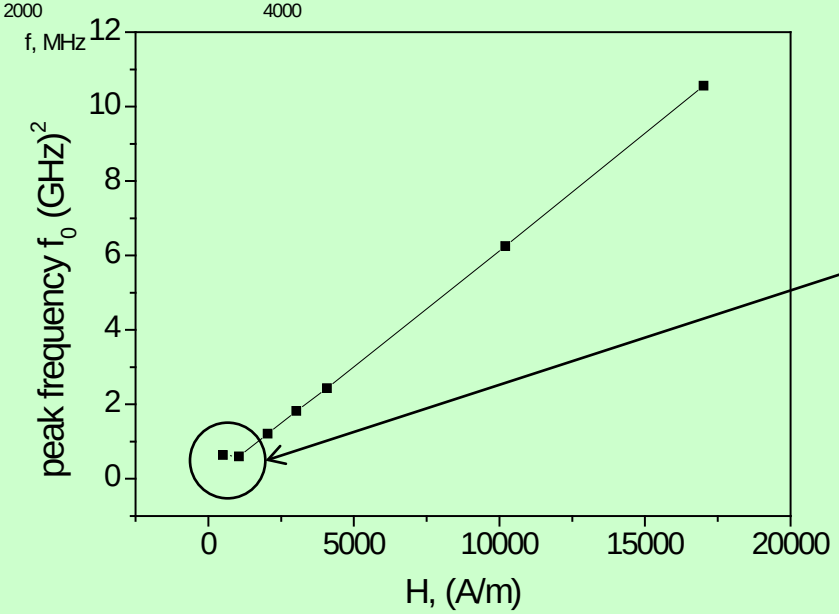


Частотная зависимость ГМИ

$Co_{66}Cr_{3.5}Fe_{3.5}B_{16}Si_{11}$







2 проблемы:

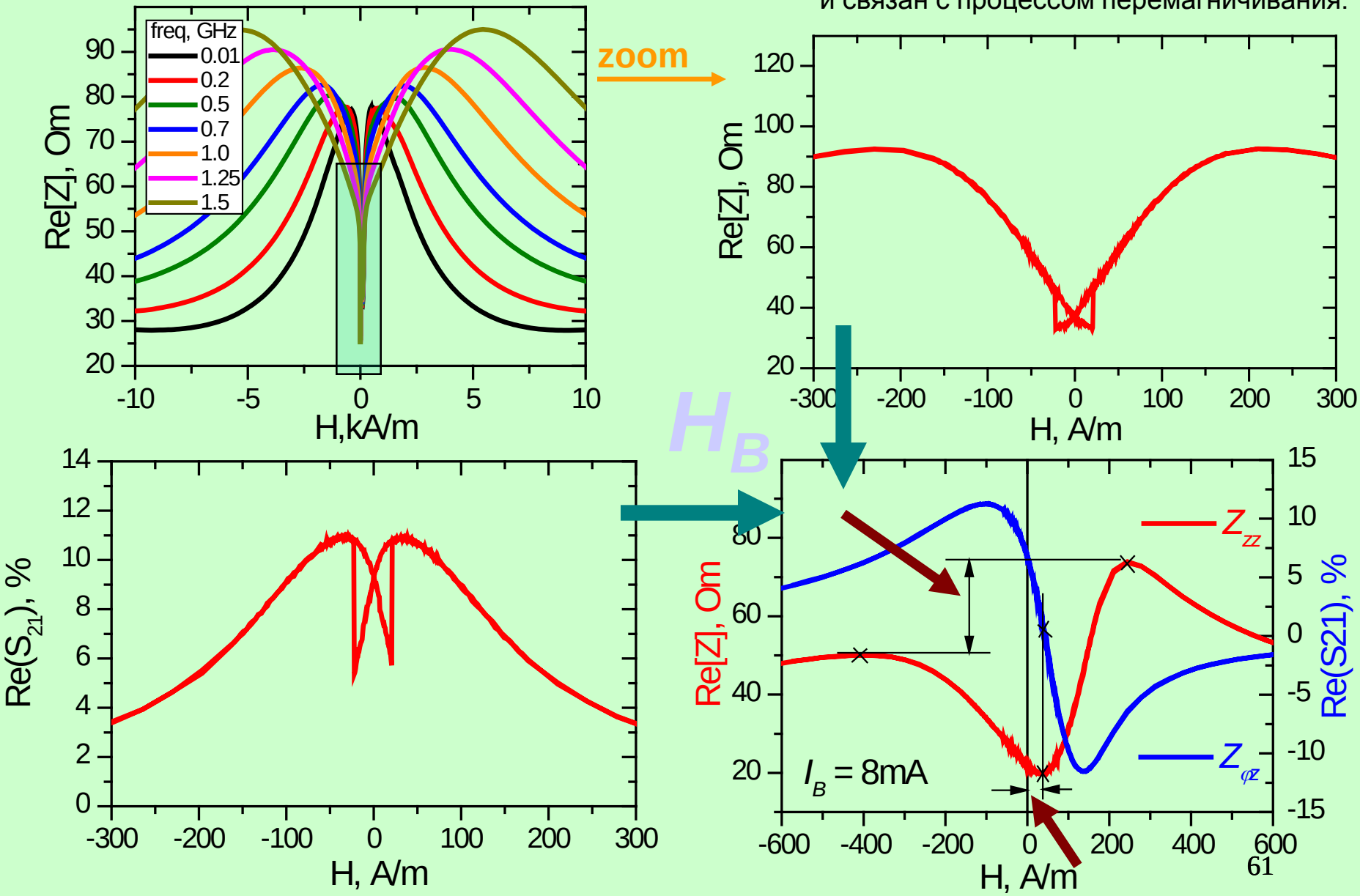
1.Отклонения в области слабых полей

2. Ошибка в Ms (возможно переходный слой)

Гистереизис ГМИ Вклад доменной структуры: ГМИ при высоких частотах

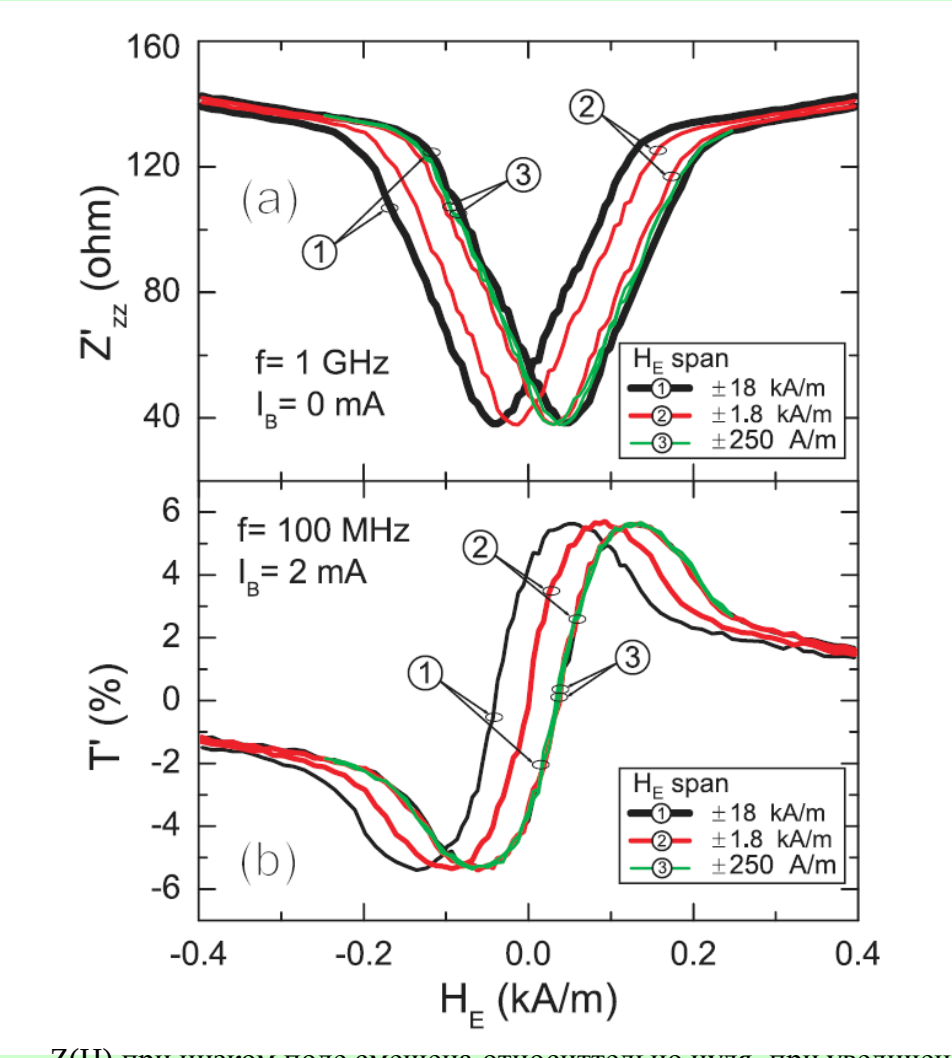
Гистерезис –также проблема для применений

ГМИ гистерезис не зависит от частоты и связан с процессом перемагничивания.

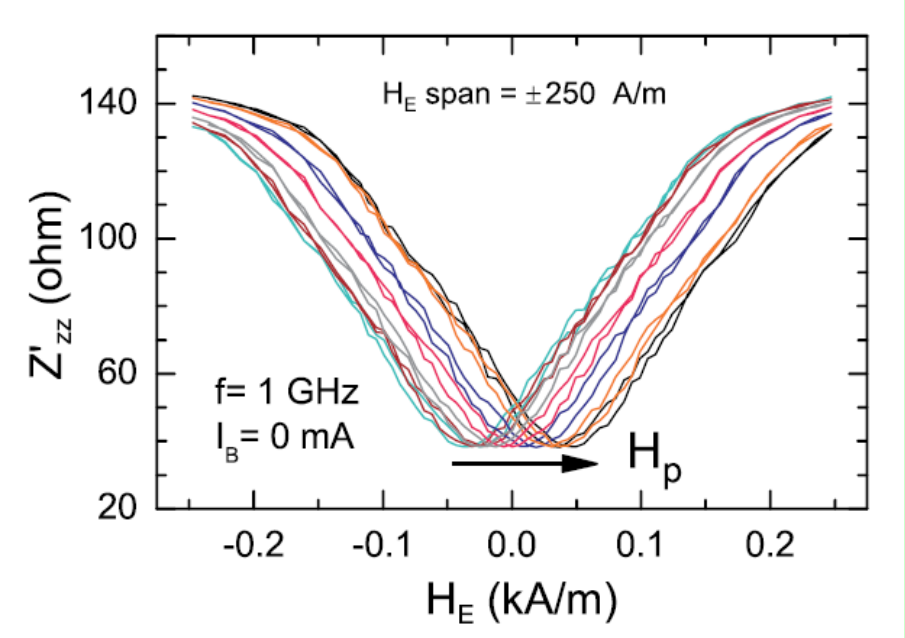


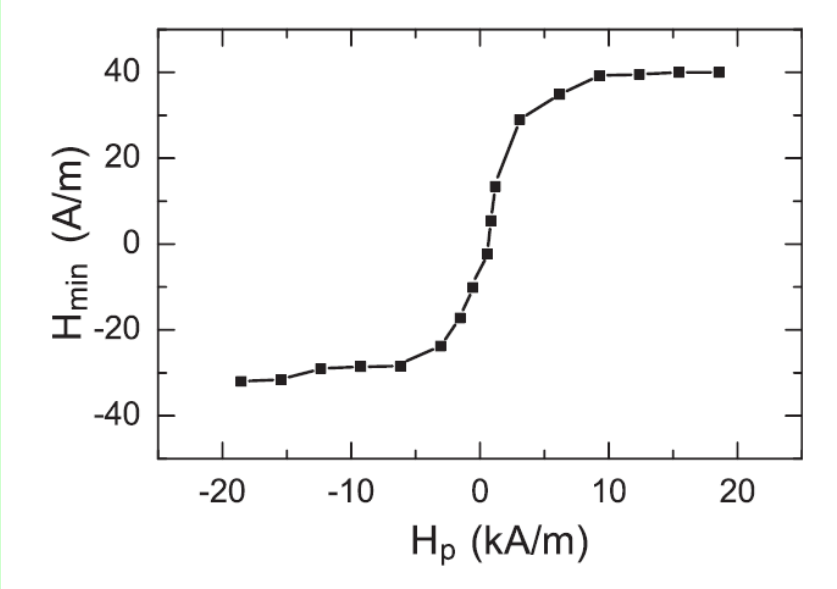
M. Ipatov, V. Zhukova, A. Zhukov, J. Gonzalez, and A. Zvezdin, PHYS. REV. B **81**, (2010), 134421.

Гистереизис ГМИ



Z(H) при низком поле смещена относиттельно нуля, при увеличении поля растет гистерезис но кривые становятся симметричнвми





Взаимодействие внешней оболочки и внутреннего аксиально намагниченного керна

Зависимость поля минимума от величины импульсного поля приложенного до измерения

M. Ipatov, V. Zhukova, J. Gonzalez, and A. Zhukov, Magnetoimpedance hysteresis in amorphous microwires induced by core–shell interaction, Appl. Phys. Lett. 105, 122401 (2014); doi: 10.1063/1.4896322

Применение эффекта ГМИ в датчиках

Существуюшие и перспективные применения

1. Мобильные телефоны (навегация и игры)

3070 IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 47, NO. 10, OCTOBER 2011

Measurement of Spontaneous Oscillatory Magnetic Field of Guinea-Pig Smooth Muscle Preparation Using Pico-Tesla Resolution Amorphous Wire Magneto-Impedance Sensor

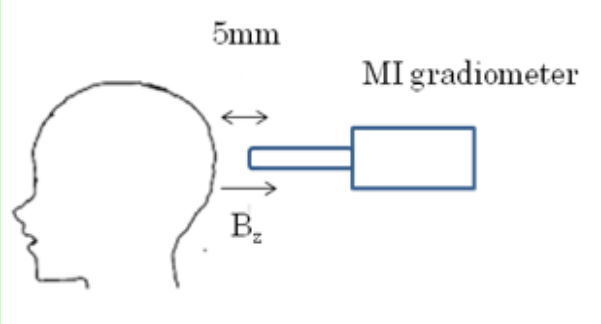
Tsuyoshi Uchiyama[1], Kaneo Mohri[2], *Life Fellow, IEEE*, and Shinsuke Nakayama[3]

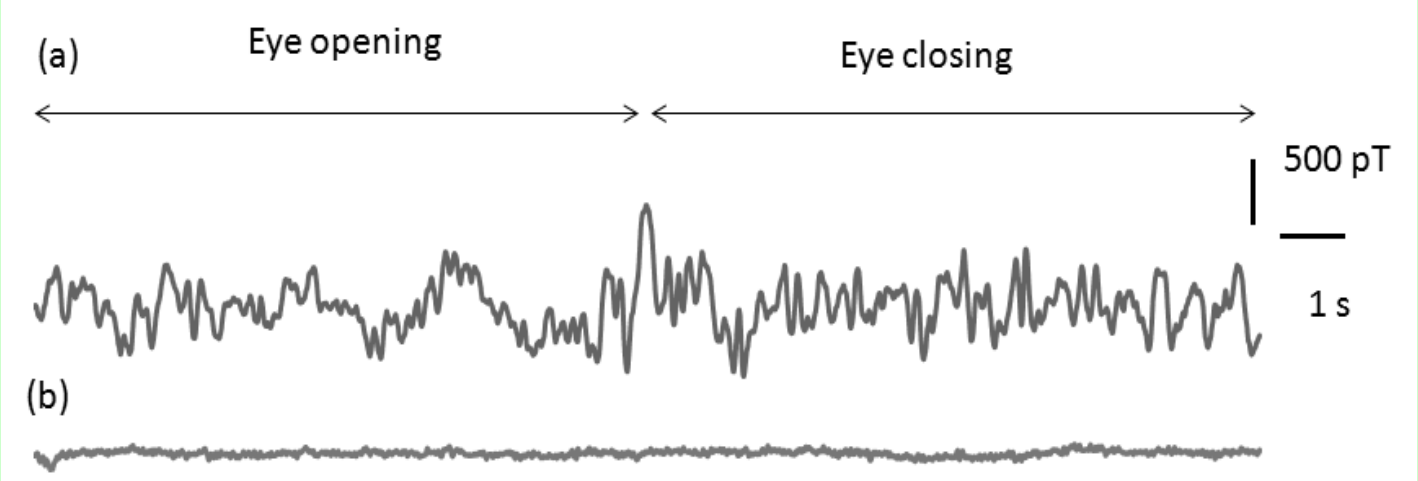
240 PIERS Proceedings, Kuala Lumpur, MALAYSIA, March 27–30, 2012

Health Recovery Effect of Physiological Magnetic Stimulation on Elder Person's Immunity Source Area with Transition of ECG and EEG

K. Mohri[1], Y. Inden[2], M. Yamada[3], and Y. Mohri[4]

Magnetic field measurement at the back of the head

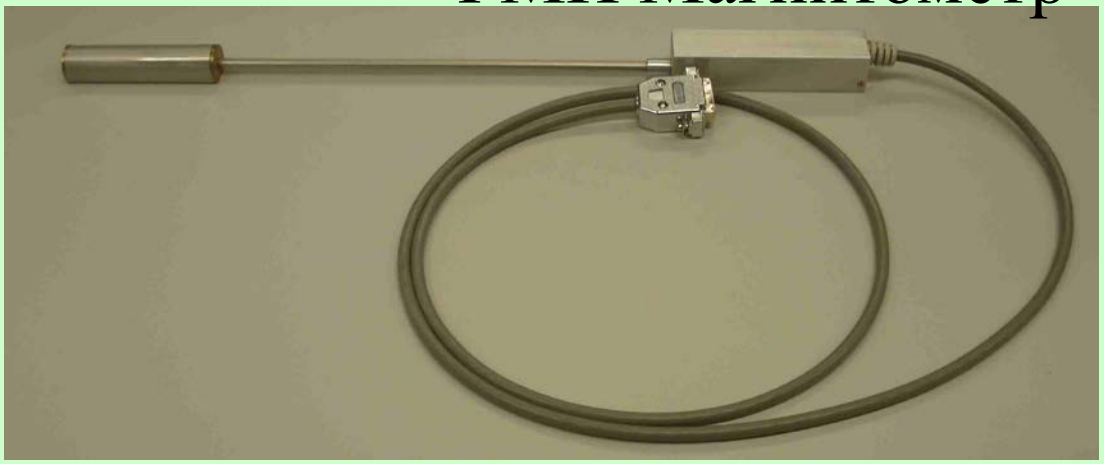




Background

K. Mohri et al 2012

ГМИ Магнитометр



Project no.: **265772**
Project acronym: **EM-safety**
Project full title:
EM-safety - EM-safety and Hazards Mitigation by proper EV design
Collaborative Project
Grant Agreement No.: SCP0-GA-2011-265772

S. Gudoshnikov, N. Usov, A.Nozdrin, M. Ipatov, A. Zhukov, and V. Zhukova, "Highly sensitive magnetomete based on the off-diagonal GMI effect in Co-rich glass-coated microwire", Phys. Stat. Sol. (a), 211, No. 5, 2014, pp. 980–985, DOI 10.1002/pssa.201300717

Technical characteristics

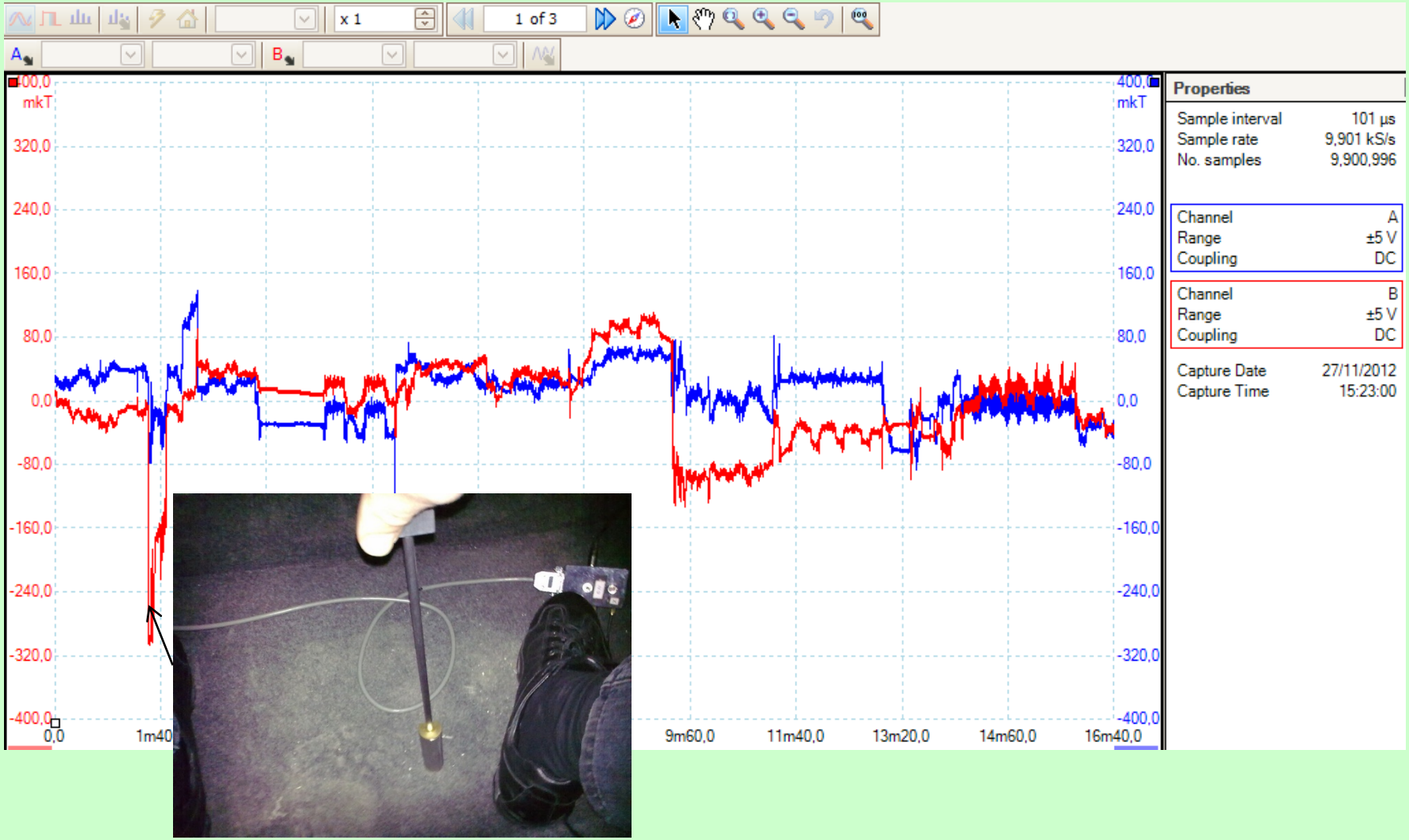
Channel number	3 (X, Y, Z components);
Size of the 3-component sensing element	cube with 14 mm edge;
Input voltage of the channel, not less	± 4.5 V;
Dynamic range, not less	± 2.5 Oe;
Frequency range, not less	1 kHz;
Power voltage	0 + 5.5V;
Consuming current	~ 250 mA;

Transmission coefficient of the channels

Channel X	1.58V per 1Oe;
Channel Y	1.57V per 1Oe;
Channel Z	1.69V per 1Oe.
Noise level (resolution)	≈10 nT

65

Измерения магнитных полей в электромобилях с помощью ГМИ магнитометра (FIAT Turin Nov. 2012) (EM- safety FP7 project)

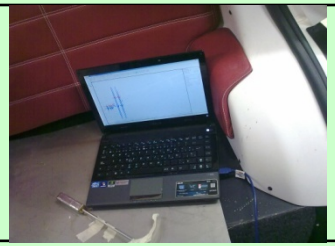


Измерения магнитных полей в электромобилях с помощью ГМИ магнитометра (FIAT Turin Nov. 2012) (EM- safety FP7 project)

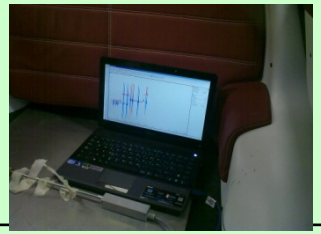
Frame 4, Start time 15:45:55

15:47

15:49

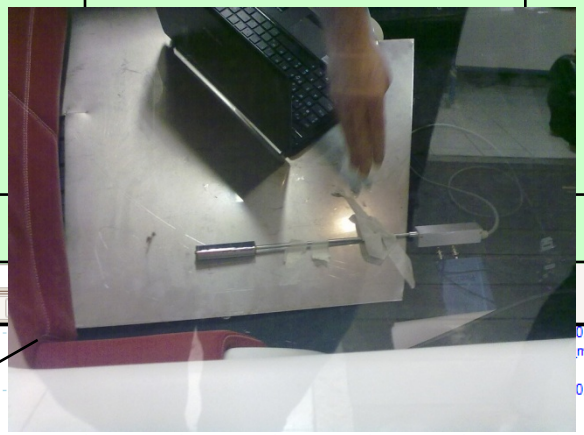


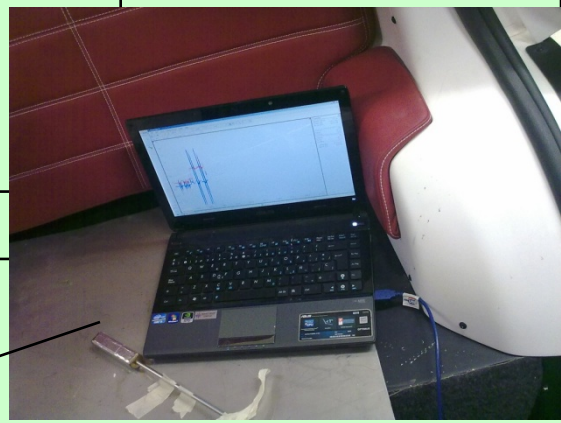
15:51

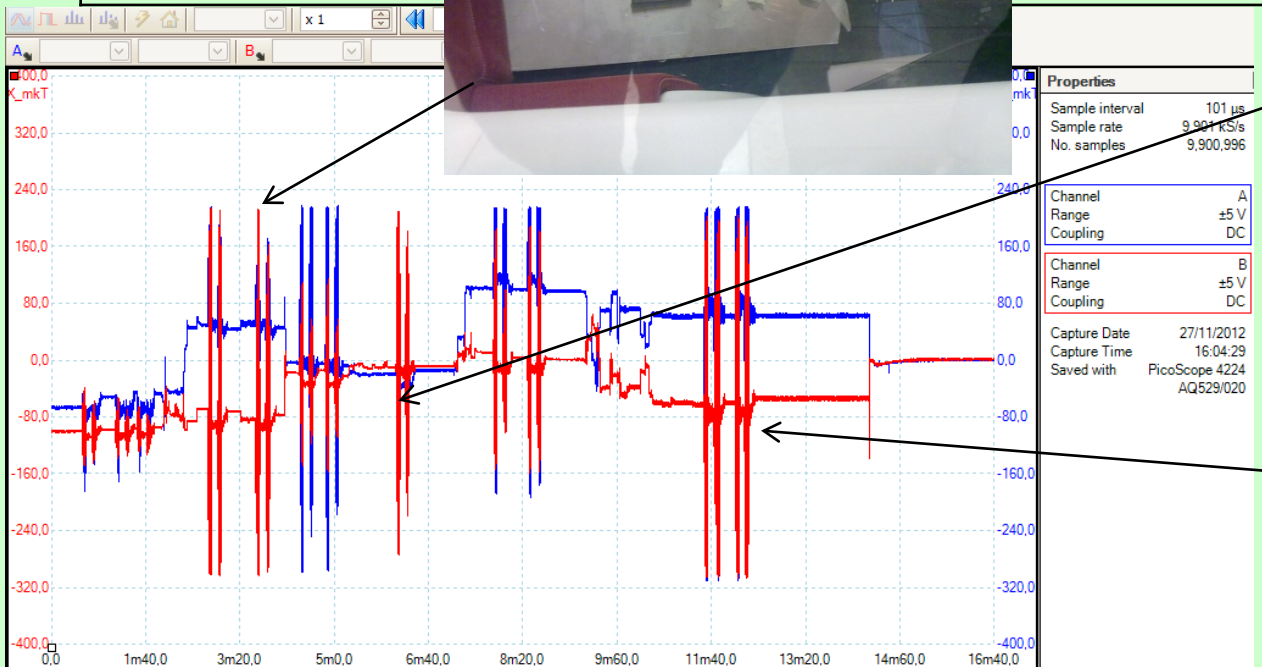


15:55

16:00





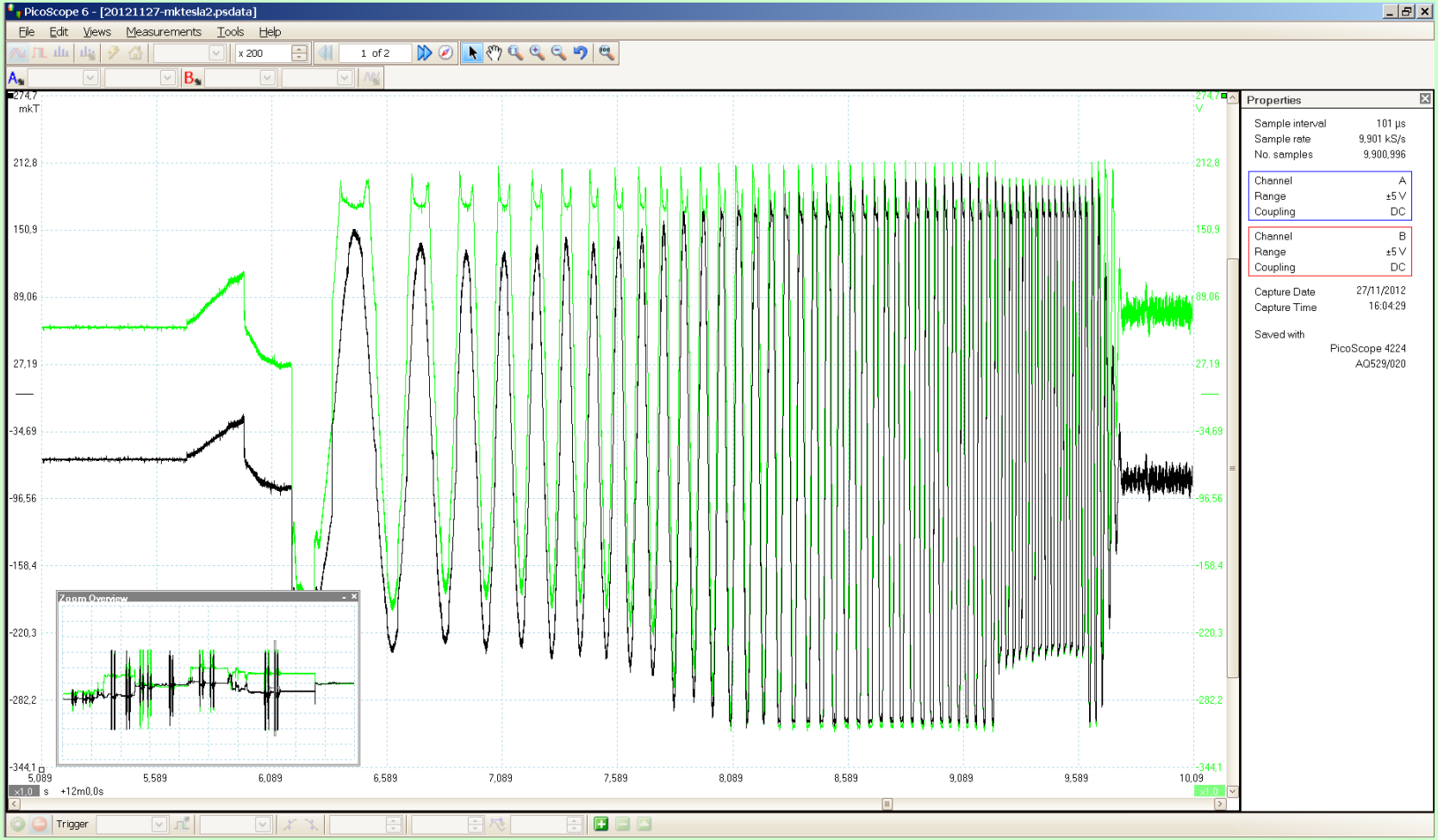


Измерения магнитных полей в электромобилях с помощью ГМИ магнитометра (FIAT Turin Nov. 2012) (EM- safety FP7 project)

Анализ

Обнгаружено что максимальное поле около инвертора.

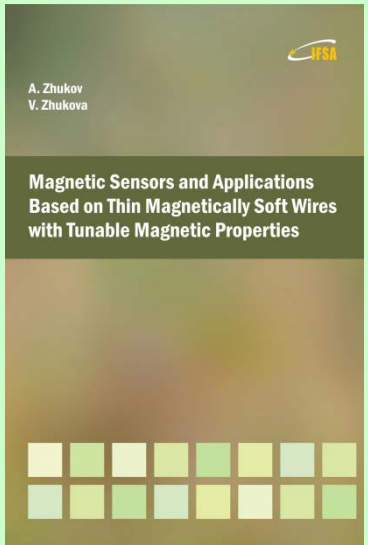
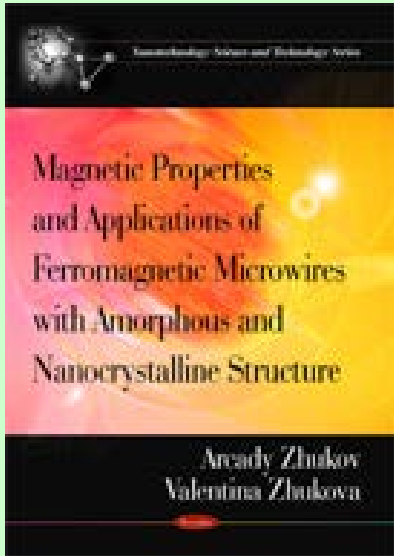
Амплитуда поля - 260 μT Сенсор близок к насыщению (between -250 and +250 μT). Частота от 3 до 35 Гц во время ускорения машины.



Основные результаты и выводы работы:

1.Магнитоупругая анизотропия оказывает определяющее влияние на магнитные свойства и ГМИ аморфного микропровода, которые могут быть контролируемым образом изменены путем выбора состава металлической жилы и стеклянного покрытия, соотношения диаметра металлической жилы и толщины стекла, термообработки в присутствии механических напряжений и магнитного поля. При этом петли гистерезиса аморфного микропровода с положительной магнитострикцией (на основе Fe) проявляют магнитно-бистабильный характер, с околонулевой магнитострикцией (при соотношении Co/Fe≈70/5) - высокие магнитно-мягкие свойства, тогда как аморфный микропровод с отрицательной магнитострикцией (на основе Co) демонстрирует наклонную петлю гистерезиса. Магнитострикция также заметно влияет на эффект ГМИ.

2. В аморфных магнитно-мягких микропроводах исследовано влияние состава микропровода, геометрии и условий термообработки на полевую зависимость ГМИ. Эффект изменения импеданса под влияниеммеханических напряжений (стресс-импеданс (СИ)), полученный в результате отжига аморфных микропроводов в присутствии механического напряжения, может служить основой для создания датчиков деформаций. Отжиг аморфных микропроводов в присутствии механического напряжения позволяет кардинально изменить их магнитную анизотропию, получить высокую тензочувствительность и управлять магнитными свойствами и эффектом ГМИ аморфного микропровода.

3. Для тонких микропроводов на основе Co с околонулевой константой магнитострикции получены высокие магнитно-мягкие свойства и ГМИ эффект. Обнаружено, что величина и чувствительность ГМИ и СИ в аморфных микропроводах, в том числе ультратонких, коррелируют с магнитной анизотропией и магнитно-мягкими свойствами, и определяются как составом и геометрическими параметрами микропровода, так и режимами термообработки.
4. Переходный слой и дефекты возникающиего влияние при получении микропровода оказывают влияние на эффект ГМИ.
5. Исследована корреляция магнитных свойств микропроводов и ГМИ с нанокристаллической структурой. При нанокристаллизации микропроводов FeCuNbSiB обнаружены заметное увеличение отношения ГМИ и улучшение магнитомягких свойств.
6. В области высоких частот частотная зависимость ГМИ описывается аналогично ФМР.

Спасибо за внимание !