

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-5-32-35

УДК (UDC) 53.082.17

ИЗМЕРЕНИЕ ПЕТЕЛЬ ГИСТЕРЕЗИСА МИКРОПРОВОДОВ, ЗАФИКСИРОВАННЫХ В РАСТЯНУТОМ СОСТОЯНИИ, С ПОМОЩЬЮ ВИБРАЦИОННОЙ МАГНИТОМЕТРИИ

© Олег Игоревич Аксенов, Надежда Николаевна Орлова, Юрий Петрович Кабанов, Александр Семенович Аронин

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия; e-mail: oleg_aksenov@issp.ac.ru

Статья поступила 12 октября 2017 г.

Предложен способ измерения гистерезисных свойств аморфных микропроводов с помощью вибрационной магнитометрии при изменении внешних приложенных напряжений. В качестве исследуемых образцов использовали аморфные микропровода состава $\text{Fe}_{75}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}\text{C}_2$ в стеклянной оболочке, полученные методом Улитовского – Тейлора. Образец фиксировали на специально изготовленной экспериментальной установке, позволяющей растягивать микропровод с помощью подвесных грузов. Микропровод в растянутом состоянии закрепляли с помощью клея. Приведены расчеты напряжений в металлической жиле образца, создаваемых при растяжении, и напряжений в области контакта микропровода и клея. Используя полученные результаты, провели оценку эффективности предлагаемого способа измерения. Установили, что при данном подходе наведенные напряжения в образце соответствуют приложенным при растяжении, наиболее оптимален цианакрилатный клей, прочностные характеристики которого достаточны для удержания напряжений заданного уровня.

Ключевые слова: микропровод; растяжение; вибрационная магнитометрия; коэрцитивная сила.

MEASUREMENTS OF HYSTERESIS LOOPS OF THE MICROWIRES FIXED IN STRETCHED STATE USING THE VIBRATION MAGNETOMETRY

© Oleg I. Aksenov, Nadezhda N. Orlova, Yuriy P. Kabanov, Alexander S. Aronin

Institute of Solid State Physics, RAS, Chernogolovka, Russia; e-mail: oleg_aksenov@issp.ac.ru

Submitted October 12, 2017.

We present a technique of measuring hysteresis loops of the amorphous microwires using a method of vibrating-sample magnetometry. Control magnetic measurements were carried out on samples of an amorphous microwire of $\text{Fe}_{75}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}\text{C}_2$ composition in a glass shell obtained by the Ulitsky – Taylor method. The sample was fixed on a specially manufactured experimental setup which enables us to stretch the microwire by means of suspended loads. Fixation of the microwire in the stretched state was carried out by the glue. The stresses in the metal core of the microwire formed upon stretching with suspended loads, as well as the stresses in the contact area of the wire and glue are calculated. The developed method provides fixing of tensile stresses in wires even when the value of stresses may attain a few GPa.

Keywords: microwire; tension; vibration magnetometry; coercivity.

В последние годы большое внимание уделяется исследованию аморфных и нанокристаллических микропроводов в стеклянной оболочке, что связано с их магнитными и высокочастотными свойствами (естественным ферромагнитным резонансом, бистабильным перемангничиванием, эффектом гигантского магнитного импеданса, малой коэрцитивной силой и др.) [1 – 13].

Аморфные микропровода характеризуются тем, что аморфная сердцевина находится в поле

упругих напряжений, образовавшихся при их получении из-за разности коэффициентов термического расширения стекла и сердцевин. Эти напряжения могут определять как специфику фазовых превращений [12 – 15], так и сложную композиционную магнитную (доменную) структуру, от которой зависят многие свойства материалов.

Существенный вклад в формирование магнитной структуры вносит магнитоупругая анизотропия.

тропия, определяемая характером распределения внутренних механических напряжений и магнитострикцией. Принято считать, что магнитная структура микропроводов состоит из доменов сердцевины (так называемый core), магнитный момент которых ориентирован вдоль оси провода, и поверхностных доменов, ориентация магнитного момента в которых зависит от знака магнитострикции (<0 — циркулярная ориентация; >0 — радиальная) [5, 9].

Известно, что диаметр микропроводов может меняться от десятков до единиц микрометров. Поэтому изучение магнитных свойств таких объектов при изменении их напряженного состояния — сложная задача, требующая особых методических решений.

Цель работы — разработка способа измерения петель гистерезиса микропроводов с помощью вибрационной магнитометрии при изменении внешних приложенных напряжений.

Исследовали образцы аморфного микропровода состава $\text{Fe}_{75}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}\text{C}_2$ в стеклянной оболочке (диаметр металлической сердцевинки d — 17, общий диаметр D — 22,5 мкм), полученные методом Улитовского – Тейлора, с помощью вибрационного магнитометра (Model 155 Vibrating Sample Magnetometer).

Принцип действия вибрационного магнитометра основан на индукционном методе измерения магнитных моментов. При помещении исследуемого образца в однородное магнитное поле в нем возникает дипольный магнитный момент, пропорциональный произведению магнитной восприимчивости образца на напряженность поля. Если заставить образец синусоидально перемещаться, то можно с помощью соответственно расположенных неподвижных измерительных катушек получить электрический сигнал, частота которого равна частоте вибрации, а амплитуда пропорциональна магнитному моменту. При этом особенности размещения образца таковы, что на держателе магнитометра необходимо наличие механизмов растяжения.

На держателе прибора размещали образцы с фиксированным уровнем напряжений. Для этого провод на специально подготовленном экспериментальном устройстве (рис. 1) растягивали с помощью подвесных грузов. Под проводом располагали стеклотекстолитовую подложку длиной 15 мм. Фиксацию в напряженном состоянии на подложке осуществляли при помощи клея. Затем измеряли петли гистерезиса образцов (средняя длина исследуемых образцов — 12 мм). Для оценки изменения величины приложенных напряжений по петлям гистерезиса определяли коэрцитивную силу.

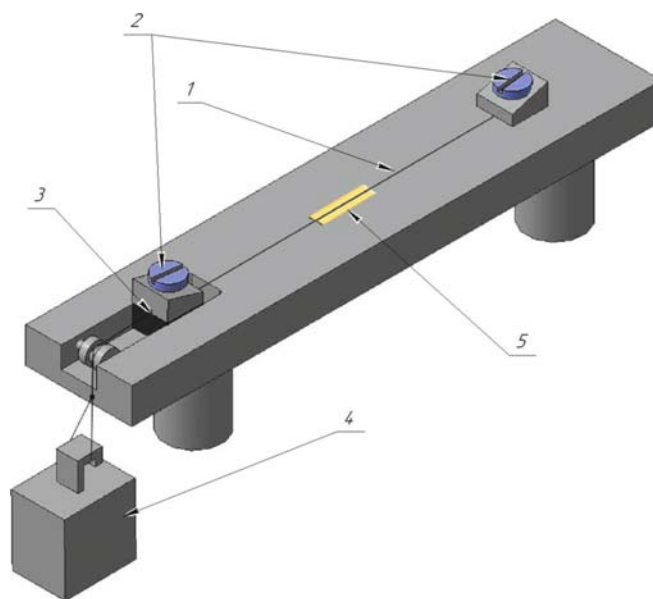


Рис. 1. Схема устройства для растяжения микропровода: 1 — микропровод; 2 — винтовые зажимы для фиксации; 3 — подвижная каретка с нитью; 4 — подвесной груз; 5 — стеклотекстолитовая подложка

Известно, что для аморфных материалов коэрцитивная сила H_c связана с уровнем внутренних напряжений соотношением:

$$H_c \sim \lambda_s \sigma / I_s, \quad (1)$$

где I_s — намагниченность насыщения; λ_s — константа магнитострикции материала; σ — величина напряжений. Видно, что увеличение приложенных напряжений должно приводить к росту коэрцитивной силы.

Коэрцитивную силу проводов измеряли при перемагничивании в полях порядка 50 мА/м, так как в магнитном поле такой напряженности происходит практически полное перемагничивание образца. Вместе с тем в исследуемом диапазоне H стеклотекстолит не вносит искажений в петли гистерезиса.

На рис. 2 представлены петли гистерезиса микропровода в исходном состоянии без подложки и стеклотекстолитовой подложки без размещенного на ней микропровода. Видно, что фон от подложки не меняет вид петли гистерезиса микропровода.

Расчет распределения внутренних напряжений в микропроводах в оболочке показал, что средняя величина разных компонент тензора напряжений может колебаться в пределах 250 – 600 МПа [16]. Наибольшей стабильностью обладает радиальная компонента, составляющая вдоль всего диаметра в среднем 300 МПа. В поверхностном слое провода, включающем и доменный слой, преобладают осевые сжимающие напряжения, достигающие 1,5 ГПа. Отметим, что подобные значения характерны именно для

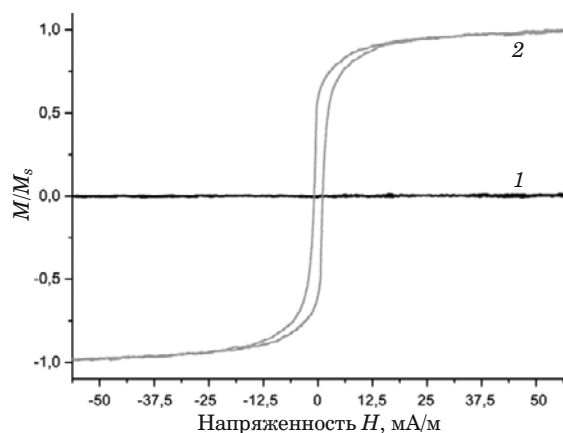


Рис. 2. Петля гистерезиса стеклотекстолитовой подложки (1) и исходного микропровода (2) (M и M_s — намагниченность и намагниченность насыщения)

приповерхностного слоя. При этом величина и направление осевых напряжений меняются от поверхности к центральной части провода. Следовательно, для наблюдения изменения внутренних напряжений в микропроводах необходимо приложение дополнительной внешней нагрузки.

Образец растягивали с помощью подвесных грузов (см. рис. 1). При этом учитывали, что величина приложенных напряжений определяется отношением силы тяжести подвесного груза к площади сечения микропровода и нагрузка воздействует не только на материал аморфной жилы, но и на стеклянную оболочку, которые имеют отличные друг от друга модули упругости.

Напряжения в металлической сердцевине оценивали с помощью следующего соотношения:

$$\sigma_a = \frac{P}{S_a + E_g S_g / E_a}, \quad (2)$$

где E_a , E_g и S_a , S_g — модули упругости и площади аморфной жилы и стекла соответственно; σ_a — напряжения в металлической сердцевине; P — вес подвесного груза [17].

Полагая, что модули упругости стекла и аморфной жилы составляют 60 и 150 ГПа [16, 18], нетрудно убедиться, что для изменения напряженного состояния провода на уровне существующих в нем внутренних напряжений достаточно использовать подвесные грузы массой от единиц до нескольких десятков граммов.

С помощью клея (различного состава и разных производителей) образец фиксировали на стеклотекстолитовой подложке при растяжении контрольным грузом массой 8 г (напряжение — около 200 МПа). Время выдержки (в среднем около 1–1,5 ч) в растянутом состоянии при засыхании клея в каждом конкретном случае превышало заявленное производителем время полного

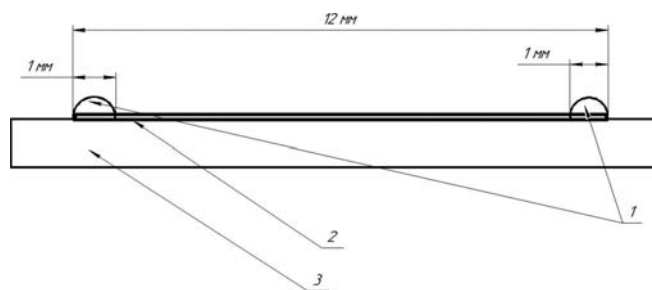


Рис. 3. Схема фиксации провода на подложке с помощью клея: 1 — капля клея; 2 — микропровод; 3 — стеклотекстолитовая подложка

затвердевания как минимум в пять раз. После полного затвердевания клея груз снимали и скальпелем обрезали нерастянутую часть провода (находящуюся вне участка между каплями клея). Затем измеряли петли гистерезиса на вибрационном магнитометре. Для образцов, фиксированных одним и тем же клеем, производили порядка пяти контрольных измерений коэрцитивной силы после растяжения. Предельное отклонение повторяемости результатов составило 1 мА/м, что исключало возможное влияние случайных эффектов, которые могли возникнуть при растяжении, затвердевании клея, снятии груза и обрезании части провода.

Получили следующие средние значения коэрцитивной силы H_c для образцов, зафиксированных с помощью различных типов клея (нагрузка при растяжении — 200 МПа), мА/м: исходный образец (без фиксации клеем) — 22,6; кремний-органическая смола — 23,8; клей «Секунда» (цианакрилат) — 29,5; клей «Супер Момент Гелевый» (цианакрилат) — 36,4. Видно, что последний обеспечивает наибольшее значение коэрцитивной силы и, следовательно, наилучшее удержание приложенных напряжений. Схема фиксации провода на подложке с помощью клея приведена на рис. 3.

Прочность на сдвиг клея «Супер Момент Гелевый» составляет около 20 МПа [19]. Площадь контакта можно оценить по формуле

$$S_{\text{контакта}} = (3/2)\pi Rl, \quad (3)$$

где R — диаметр провода со стеклом; l — длина области, покрытой каплей клея.

Если принять, что длина области провода, заклеенной каплей клея, равна 1 мм, то $S_{\text{контакта}} \approx 50 \cdot 10^{-9} \text{ м}^2$.

Величину напряжений в области контакта можно оценить как

$$\tau_{\text{контакта}} = mg/S_{\text{контакта}}, \quad (4)$$

где m — масса груза; g — ускорение свободного падения.

Полагая массу груза, равной 8 г, получим, что напряжения в области контакта $\tau_{\text{контакта}} \approx 1,5$ МПа. Это существенно меньше величины табличной прочности сдвига (20 МПа). Иными словами, клей «Супер Момент Гелевый» позволяет удерживать зафиксированный образец в том же напряженном состоянии, в каком он был при растяжении до заклеивания.

Таким образом, на основе проведенных исследований предложен способ измерения петель гистерезиса микропроводов с помощью вибрационной магнитометрии при изменении их напряженного состояния, зафиксированных с помощью органического клея. Расчеты показали: данный способ позволяет сохранять в проводах те же напряжения, что были приложены при их растяжении до заклеивания. При этом величина зафиксированных напряжений может достигать единиц гигапаскалей.

ЛИТЕРАТУРА (REFERENCES)

1. Vazquez M., Gomez-Polo C., Chen D.-X., Hernando A. Magnetic bistability of amorphous wires and sensor applications / *IEEE Transactions on Magnetics*. 1994. Vol. 30. P. 907 – 912.
2. Vazquez M., Zhukov A., Pirota K., Varga R., García K., Luna C., Provencio M., Navas D., Martínez J., Hernández-Vélez M. Temperature dependence of remagnetization process in bistable magnetic microwires / *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2003. Vol. 329. P. 123 – 130.
3. Zhukova V., Aliev A., Varga R., Aronin A., Abrosimova G., Kiselev A., Zhukov A. Magnetic properties and MCE in Heusler-type glass-coated microwires / *J. Supercond. Nov. Magn.* 2013. Vol. 26. P. 1415 – 1419.
4. Vazquez M., Andenote-Engelvin A.-L. Glass-coated amorphous ferromagnetic microwires at microwave frequencies / *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2009. Vol. 321. P. 2066 – 2073.
5. Mohry K., Humphrey F., Kawashima K., Kimura K., Mizutani M. Large Barkhausen and Matteucci effects in FeCoSiB, FeCrSiB and FeNiSiB amorphous wires / *IEEE Transactions on Magnetics*. 1990. Vol. 26. P. 1789 – 1791.
6. Mohri K., Panina L. Magneto-impedance effect in amorphous wires / *Appl. Phys. Lett.* 1994. Vol. 65. P. 1189 – 1991.
7. Beach R. S., Berkowitz A. E. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire / *Appl. Phys. Lett.* 1994. Vol. 64. P. 3652 – 3654.
8. Gonzalez J., Chen A., Blanco J., Zhukov A. Effect of applied mechanical stresses on the impedance response in amorphous microwires with vanishing magnetostriction / *Phys. Stat. Sol.* 2002. Vol. 189. P. 599 – 608.
9. Richter K., Kostyk Y., Varga R. Domain Wall Dynamics in Amorphous Microwires / *Acta Physica Polonica A*. 2008. Vol. 113. P. 7 – 10.
10. Kabanov Yu., Zhukov A., Zhukova V., Gonzalez J. Magnetic domain structure of microwires studied by using the magneto-optical indicator film method / *Appl. Phys. Lett.* 2005. Vol. 87. P. 142507.
11. Chiriac H., Ovari T.-A., Yamasaki J., Zhukov A. Domain structure of 'Thick' amorphous microwire with nearly zero magnetostriction / *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 2001. Vol. 674. P. U. 7. 1 – U. 7. 6.
12. Orlova N. N., Aronin A. S., Bozhko S. I., Kabanov Yu. P., Gornakov V. S. Magnetic structure and magnetization process of the glass-coated Fe-based amorphous microwire / *Journal of Applied Physics*. 2012. Vol. 111. P. 073906.
13. Orlova N. N., Gornakov V. S., Aronin A. S. Role of internal stresses in the formation of magnetic structure and magnetic properties of iron-based glass coated microwires / *Journal of Applied Physics*. 2017. Vol. 121. P. 205108.
14. Abrosimova G., Aronin A., Kir'janov Yu., Matveev D., Zver'kova I., Molokanov V., Pan S., Slipenyuk A. The structure and mechanical properties of bulk Zr₅₀Ti_{16.5}Cu₁₄Ni_{18.5} metallic glass / *J. Mater. Sci.* 2001. Vol. 36. P. 3933 – 3939.
15. Abrosimova G., Aronin A., Matveev D., Pershina E. Nanocrystal formation, structure and magnetic properties of Fe-Si-B amorphous alloy after deformation / *Materials Letters*. 2013. Vol. 97. P. 15 – 17.
16. Chiriac H., Ovari T. A., Pop G. Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires / *Phys. Rev. B*. 1995. Vol. 52. P. 10104 – 10113.
17. Darkov A. V., Shapiro G. S. *Soprotivlenie materialov*. — Moscow: Vysshaya shkola, 1975. — 654 p. [in Russian].
18. Inoue A., Chen H. S., Krause J. T., Masumoto T., Hag-iwara M. Young's modulus of Fe-, Co-, Pd- and Pt-based amorphous wires produced by the in-rotating-water spinning method / *Journal of Material Science*. 1983. Vol. 18. P. 2743 – 2751.
19. <http://forprof.ru/catalog/sekundnye-cianoakrilatnye-klei-super-moment/sekundnyy-tsianoakrilatnyy-klei-super-moment-gel-3-g-na-edinichnom-blistere> (accessed 1.10.2017).