ФИЗИКА

УДК 537.622; 53.096

А.В. СЕМИРОВ*, Д.А. БУКРЕЕВ*, А.А. МОИСЕЕВ*, В.А. ЛУКШИНА**, Е.Г. ВОЛКОВА**, С.О. ВОЛЧКОВ***

ВЛИЯНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ЭФФЕКТИВНОЙ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИИ НА ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ МАГНИТОИМПЕДАНСА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТ Fe_{73.5}Si_{16.5}B₆Nb₃Cu₁⁻¹

Проведены исследования влияния вида термообработки на температурные зависимости магнитоимпеданса нанокристаллических лент сплава $Fe_{73,5}Si_{16,5}B_6Nb_3Cu_1$. Установлены основные механизмы, определяющие температурное поведение магнитоимпеданса лент с различными особенностями наведенной магнитной анизотропии. Показана перспективность использования лент данного сплава, прошедших нанокристаллизацию в присутствии магнитного поля, в качестве чувствительных элементов температурных датчиков и специализированных детекторов магнитных полей.

Ключевые слова: нанокристаллические сплавы, магнитоимпедансный эффект.

Введение

В последнее время все большее внимание исследователей направлено на изучение нового вида материалов – нанокристаллических магнитомягких сплавов. Данные материалы, в частности сплавы типа FINEMET (FeSiBNbCu), обладают выдающимися магнитомягкими свойствами, что открывает широкие перспективы для их многочисленных технических приложений. В данных материалах после соответствующей термообработки и формирования нанокристаллической структуры наблюдаются высокие значения магнитоимпедансного эффекта (МИ) [1, 2], заключающегося в изменении комплексного сопротивления ферромагнитного проводника переменному электрическому току под воздействием внешнего магнитного поля. Высокая чувствительность МИ-эффекта к магнитному полю позволяет использовать нанокристаллические магнитомягкие материалы в качестве чувствительных элементов датчиков магнитных полей в широкой области технических приложений от неразрушающего контроля до биодетектирования [3]. Магнитоимпедансный эффект может быть объяснен в рамках классической электродинамики, согласно которой импеданс

проводника определяется глубиной скин-слоя $\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_0 \mu_t}}$, зависящей от поперечной магнитной

проницаемости μ_t, частоты переменного тока *f* и удельного электросопротивления ρ. Импеданс проводника в виде ленты может быть представлен в следующем виде [4]:

$$\mathbf{\mathcal{Z}} = R_{\rm DC} \left[\left(1 - j\right) \frac{d}{2\delta} \right] \coth\left[\left(1 - j\right) \frac{d}{2\delta} \right],\tag{1}$$

где $R_{\rm DC}$ – сопротивление на постоянном токе; d – толщина исследуемой ленты; j – мнимая единица.

При создании датчиков на основе МИ необходимо учитывать температурную зависимость данного эффекта. Исследования влияния температуры на особенности МИ важны не только для решения вопроса о термостабильности датчиков магнитного поля на основе МИ-эффекта, но также открывают перспективы для разработки на основе данного эффекта датчиков температуры [5, 6]. Отдельно следует упомянуть важность исследования особенностей эффекта МИ при температурах, соответствующих функциональным температурам биодатчиков (около 40 °C).

Изменение импеданса, а следовательно и МИ, с температурой может быть связано как с изменением электросопротивления, так и поперечной магнитной проницаемости. Температурное изменение µ_t, в свою очередь, во многом зависит от особенностей эффективной магнитной анизотропии материала. Различные термические воздействия – отжиг в магнитном поле или в присутствии механических напряжений, джоулев нагрев при протекании электрического тока – в значи-

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 09-08-00406-а) и гранта № ГП09р/07 Фонда содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

тельной степени определяют как особенности эффективной магнитной анизотропии, так и их температурные зависимости.

В настоящей работе рассмотрено влияние особенностей эффективной магнитной анизотропии, сформированной в процессе обычного отжига для нанокристаллизации или в процессе отжига для нанокристаллизации в магнитном поле, на температурные зависимости импеданса и МИэффекта в нанокристаллических лентах сплава Fe_{73.5}Si_{16.5}B₆Nb₃Cu₁.

Эксперимент

Ленты сплава $Fe_{73,5}Si_{16,5}B_6Nb_3Cu_1$ были получены быстрой закалкой из расплава на вращающийся барабан. Из этих лент изготавливались образцы, длина которых *l* составляла 65 мм, ширина a - 0,8 мм, толщина d - 20 мкм. Для получения нанокристаллического состояния изначально аморфные образцы подвергались термообработке при температуре 793 К в течение 1 ч. Использовалось два вида термообработок: обычная термообработка без приложения магнитного поля (TO) и термомагнитная обработка (TMO) в постоянном магнитном поле H_0 напряженностью 3 кЭ, ориентированном в плоскости образцов перпендикулярно их длине.

Структурное состояние лент исследовалось методом рентгеновской дифракции в Си K_{α} излучении при комнатной температуре с использованием дифрактометра Philips PW1710, а также методом просвечивающей электронной микроскопии на электронном микроскопе SM300. Квазистатические петли магнитного гистерезиса B(H) измерялись в магнитном поле, параллельном длинной стороне образцов, с помощью микровеберметра при комнатной температуре. Электросопротивление на постоянном токе $R_{\rm DC}$ измерялось методом двойного моста при силе тока 10 мА.

Измерение импеданса Z и его компонент (активной R и реактивной X) осуществлялось с помощью автоматизированной установки магнитоимпедансной спектроскопии [7] на базе прецизионного анализатора импеданса Agilent 4294A. Диапазон частот f пробного переменного тока составлял 0,1–50 МГц, действующее значение силы тока 10 мА. Внешнее магнитное поле H было ориентировано вдоль длины образца соосно с переменным током, его максимальная напряженность H_{max} составляла 150 Э. Величина МИ-эффекта рассчитывалась как

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

Импеданс, его компоненты, а также электросопротивление на постоянном токе $R_{\rm DC}$ исследовались в температурном диапазоне 297–433 К, что перекрывает диапазон эксплуатационных температур большинства электронных устройств, в которых может быть использован МИ-эффект. Данные измерений активной и реактивной компонент импеданса позволили рассчитать действительную μ'_t и мнимую μ''_t компоненты поперечной магнитной проницаемости [8]:

$$\mu_t' = \frac{8a}{\mu_0 ld} \left(\frac{\partial X}{\partial \omega} - \frac{X}{2\omega} + \frac{RX}{\omega R_{\rm DC}} \right); \tag{3}$$

$$\mu_t'' = \frac{8a}{\mu_0 ld} \left(\frac{\partial R}{\partial \omega} - \frac{R}{2\omega} + \frac{R^2 - X^2}{2\omega R_{\rm DC}} \right),\tag{4}$$

где $\omega = 2\pi f$. Модуль поперечной проницаемости определялся как $\mu_t = \sqrt{(\mu'_t)^2 + (\mu''_t)^2}$.

В ходе температурных исследований импеданса использовалась измерительная ячейка, позволяющая образцу свободно изменять свои размеры при изменении температуры, так как механические напряжения, возникающие при тепловом расширении образца в ограниченном объеме, могут существенно влиять на результаты измерений МИ [9].

Результаты и их обсуждение

Рентгеноструктурный анализ и электронно-микроскопические исследования свидетельствуют о формировании в процессе термообработки исходно аморфного сплава $Fe_{73,5}Si_{16,5}B_6Nb_3Cu_1$ нанокристаллической структуры [10] с размером кристаллитов около 10 нм и фазовым составом в виде твердого раствора α -Fe + Fe₃Si. При этом данными методами не удается уверенно выделить какоелибо влияние вида термообработки на особенности тонкой структуры лент.

Исследование петель магнитного гистерезиса показало, что после всех видов термообработок исследуемые ленты представляют собой магнитомягкий материал с индукцией насыщения порядка 1,2 Тл, очень малой коэрцитивной силой $H_c \approx 0,01$ Э и преимущественно продольной эффективной магнитной анизотропией. Гистерезисные свойства образцов сравниваемых типов, таким образом, оказываются очень близкими. В то же время стоит отметить, что из петель гистерезиса лент, подвергнутых ТМО, следует наличие слабой компоненты поперечной магнитной анизотропии.

Электросопротивление является одним из структурночувствительных параметров материала. После всех видов термообработки наблюдались линейные зависимости электросопротивления исследованных образцов от температуры, а температурное изменение удельного электросопротивления следованных образцов от температуры, а температурное изменение удельного электросопротивления исследования, свидетельствует о наличии фазы FeSi [11]. Однако необходимо отметить, что ленты, прошедшие TO, имеют на 10 % большее удельное сопротивление ρ , чем ρ лент, подвергнутых TMO. Данный факт может свидетельствовать о некотором различии в их структурном состоянии. Возможно, что магнитное поле, действующее на аморфный материал в процессе его нанокристализации, способствует направленному упорядочению атомов Si в нанокристаллитах и их более упорядоченному распределению по объему, что приводит к меньшему электросопротивлению.

Температурные зависимости начального импеданса Z_0 (импеданса в отсутствие магнитного поля H = 0) лент, прошедших ТО и ТМО, на частотах пробного тока f ниже 0,5 МГц являются возрастающими, но зависимости для лент, подвергнутых ТО, демонстрируют больший температурный рост по сравнению с зависимостями для лент, прошедших ТМО (рис. 1, a). На зависимостях $Z_0(T)$, полученных на частотах выше 0,5 МГц, вид термообработки сказывается сильнее. Так, начальный импеданс лент, прошедших ТМО, уменьшается с температурой по линейному закону, в то время как зависимость $Z_0(T)$ для лент, подвергнутых ТМО, имеет немонотонный характер с максимумом, который с увеличением f смещается в область меньших температур (рис. 1, δ). Отметим, что линейная зависимость $Z_0(T)$ лент, прошедших ТМО, делает материалы с данным типом термообработки перспективными в качестве использования чувствительных элементов температурных датчиков – температурное изменение начального импеданса при f = 50 МГц достигает 0,04 Ом/К.



Рис. 1. Температурные зависимости начального импеданса Z_0 , отношения $Z_0/Z(\mu_t = 1)$, начальной поперечной магнитной проницаемости μ_t для лент сплава Fe_{73,5}Si_{16,5}B₆Nb₃Cu₁. Зависимости получены на частотах пробного переменного тока: a - 0,1 МГц и $\delta - 2$ МГц, кр. l - ленты, подвергнутые TO, кр. 2 - ленты, подвергнутые TMO

Влияние изменения электросопротивления $R_{\rm DC}$ с температурой на изменение импеданса можно проанализировать, исходя из температурных зависимостей отношения $Z_0/Z(\mu_t = 1)$, где $Z(\mu_t = 1)$ представляет собой расчетное значение импеданса, полученное из выражения (1) при значении поперечной магнитной проницаемости μ_t равном 1 и при соответствующих по температуре данному Z_0 экспериментальных значений $R_{\rm DC}$ и ρ . Из температурных зависимостей $Z_0/Z(\mu_t = 1)$ следует, что на низких частотах переменного тока температурное изменение импеданса лент после TMO обусловлено, главным образом, изменением электросопротивления – отношение $Z_0/Z(\mu_t = 1)$ во всем исследованном температурном диапазоне остается практически неизменным (рис. 1, *a*). Вклад в температурное изменение Z_0 уменьшающейся с температурой начальной поперечной магнитной проницаемости μ_t незначителен (рис. 1, *a*). Для лент, прошедших TO, заметное возрастание с температурой отношения $Z_0/Z(\mu_t = 1)$ свидетельствует о существенном вкладе в температурное изменение импеданса температурного изменения μ_t . Так, на частоте переменного тока порядка 0,1 МГц при нагреве лент в исследуемом температурном диапазоне μ_t возрастает более чем на 50 % (рис. 1, *a*).

На частотах выше 0,5 МГц температурные зависимости $Z_0/Z(\mu_t = 1)$ независимо от вида термообработки подобны соответствующим зависимостям $Z_0(T)$ (рис. 1, δ). Исходя из этого, можно заключить, что температурное изменение Z_0 вне зависимости от вида термообработки лент обусловлено, главным образом, изменением μ_t (рис. 1, δ).

Влияние температуры на μ_t определяется температурным изменением намагниченности насыщения и продольной анизотропии. В исследуемом диапазоне температур намагниченность насыщения I_S нанокристаллического сплава Fe_{73,5}Si_{16,5}B₆Nb₃Cu₁ уменьшается [12]. Уменьшение I_S с ростом температуры должно приводить к уменьшению магнитной проницаемости. Следовательно, немонотонный характер температурных зависимостей μ_t и $Z_0/Z(\mu_t = 1)$ для лент, подвергнутых TO, нельзя связать только с изменением намагниченности, и необходим учет изменения особенностей магнитной анизотропии с температурой.

О характере температурного изменения особенностей магнитной анизотропии можно судить по полученным при различных температурах зависимостям импеданса или его относительного изменения (МИ) $\Delta Z/Z$ (2) от внешнего магнитного поля H, которые качественно одинаковы. При комнатной температуре с ростом напряженности внешнего магнитного поля импеданс лент, подвергнутых TO, на частотах пробного тока до 10 МГц монотонно убывает: величина МИ имеет максимальное значение в нулевом магнитном поле (рис. 2, *a*). На более высоких частотах зависимость $\Delta Z/Z(H)$ немонотонна и достигает максимума в ненулевом магнитном поле. Такой характер



Рис. 2. Зависимости $\Delta Z/Z$ лент сплава Fe_{73,5}Si_{16,5}B₆Nb₃Cu₁ от внешнего магнитного поля *H* при температурах 297 К (*a*) и 433 К (*б*). Зависимости получены на частоте пробного переменного тока 2 МГц. На вставках: зависимости максимального значения МИ ($\Delta Z/Z$)_{max} от частоты пробного переменного тока *f* при указанных температурах: кр. *l* – ленты, подвергнутые TO, кр. *2* – ленты, подвергнутые TMO

зависимостей импеданса свидетельствует о преимущественно продольной ориентации намагниченности в основном объеме образца и наличии небольшой поперечной компоненты намагниченности в приповерхностной области. С повышением температуры при f менее 10 МГц зависимости $\Delta Z/Z(H)$ изменяют свой характер, и на них появляется возрастающий участок – МИ достигает мак-

симального значения в отличном от нуля магнитном поле (рис. 2, б). Отметим, что с ростом температуры частота пробного тока, соответствующая переходу зависимости $\Delta Z/Z(H)$ от монотонно убывающей к экстремальной, убывает и во всем исследованном диапазоне частот различие между значением Z₀ и максимальным значением импеданса во внешнем магнитном поле Z_{max} становится все более выраженным (рис. 3, a). С ростом температуры также отмечается смещение максимума на зависимостях $\Delta Z/Z(H)$ в область больших магнитных полей, что иллюстрируется температурной зависимостью поля максимума H_p (рис. 3, б). Поле максимума импеданса соответствует полю эффективной поперечной анизотропии. Поэтому, исходя из особенностей температурных зависимостей H_p и (Z_{max}-Z₀), можно заключить, что поперечная компонента намагниченности у лент, подвергнутых ТО, в начале исследованного температурного диапазона мала, но при повышении температуры она испытывает достаточно резкий рост. Таким образом, начальный возрастающий участок на зависимости $\mu_t(T)$ лент, подвергнутых TO, обусловлен температурным уменьшением эффективной анизотропии, а убывающий участок зависимости µ_t(T) связан с увеличением угловой дисперсии анизотропии локальных осей легкого намагничивания и ростом поперечной составляющей намагниченности. В результате действия данных факторов зависимость $\mu_{d}(T)$ приобретает экстремальный характер. Наблюдаемое с ростом частоты пробного тока смещение максимума зависимости $Z_0(T)$ в область более низких температур можно связать с влиянием шероховатостей на поверхности ленты, с которыми связано увеличение дисперсии локальных осей магнитной анизотропии.



Рис. 3. Температурные зависимости a – разности максимального значения импеданса во внешнем магнитном поле и импеданса в нулевом поле (Z_{max} – Z_0) и δ – поля максимума импеданса H_p . Зависимости получены на частоте пробного переменного тока 2 МГц; кр. l – ленты, подвергнутые TO, кр. 2 – ленты, подвергнутые TMO

Зависимости $\Delta Z/Z(H)$ для лент, подвергнутых ТМО, уже при комнатных температурах имеют максимум при $H \neq 0$, свидетельствуя о наличии поперечной компоненты намагниченности (рис. 2, *a*). Отметим, что величина МИ в нулевом магнитном поле больше, чем в полях, близких к насыщению. Это связано с наличием как поперечной, так и продольной составляющих анизотропии, что согласуется с проведенными гистерезисными исследованиями лент с данным типом термообработки, а также с исследованиями [13]. Повышение температуры приводит к приближению Z_0 к значению импеданса в поле насыщения, свидетельствуя о росте поперечной компоненты эффективной магнитной анизотропии, что согласуется с температуры зависимостью (Z_{max} – Z_0) (рис. 2, δ и 3, a). О монотонном росте поперечной компоненты анизотропии во всем исследованном диапазоне температур свидетельствует и линейно возрастающий характер зависимости $H_p(T)$ (рис. 3, δ). Таким образом, для образцов, прошедших ТМО, температурный рост поперечной компоненты наведенной анизотропии и уменьшение намагниченности насыщения приводят к уменьшению поперечной магнитной проницаемости во всем исследованном диапазоне частот.

Из частотных зависимостей максимальных значений МИ эффекта ($\Delta Z/Z$)_{тах} видно, что во всем исследованном диапазоне частот переменного тока ленты, подвергнутые ТО, демонстрируют большие значения ($\Delta Z/Z$)_{тах} по сравнению с лентами, подвергнутыми ТМО (рис. 2, *a*, *б*, вставки). При этом независимо от вида термообработки МИ имеет малую термостабильность. В интервале температур 297–433 К для некоторых частот переменного тока изменения МИ достигают 40 %.

Данные результаты необходимо учитывать при разработке датчиков на основе МИ-эффекта, эксплуатируемых в широком интервале температур.

Заключение

Исследования нанокристаллических лент сплава $Fe_{73,5}Si_{16,5}B_6Nb_3Cu_1$ показали, что наличие наведенной в процессе термообработки в магнитном поле слабой поперечной компоненты магнитной анизотропии приводит к значительным изменениям температурного поведения МИ.

В рассматриваемом диапазоне частот пробного тока температурное изменение начального импеданса Z_0 лент, прошедших термообработку без воздействия внешнего поля, определяется в основном изменением поперечной магнитной проницаемости. Для лент, подвергнутых термообработке в поперечном магнитном поле, существует граничная частота переменного тока, ниже которой температурное изменение Z_0 в основном определяется температурным изменением электросопротивления, а на более высоких частотах – изменением поперечной магнитной проницаемости.

Линейный характер температурного изменения начального импеданса лент, подвергнутых TMO, позволяет считать материалы с данным типом термообработки перспективными в качестве использования чувствительных элементов датчиков температуры. Независимо от вида термообработки, импеданс и МИ нанокристаллических лент Fe_{73,5}Si_{16,5}B₆Nb₃Cu₁ проявляют высокую термочувствительность, что необходимо учитывать при разработке датчиков магнитного поля на основе МИ-эффекта, включая МИ-биодатчики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Антонов А.С., Гадецкий С.Н., Грановский А.Б. и др. // ФММ. 1997. Т. 83. № 6. С. 60.
- 2. Kurlyandskaya G.V., Garcia-Beneytez J.M., Vazquez M., et al. // J. Appl. Phys. 1998. V. 83. P. 6581.
- 3. Volchkov S.O., Svalov A.V., and Kurlyandskaya G.V. // Rus. Phys. J. 2009. V. 52 No. 8. P. 769.
- $4. \quad K \: r \: a \: u \: s \: \ L \: . \: // \: JMMM. 1999. V. \: 195. P. \: 764.$
- 5. Chen G., Yang X.L., Zeng L., et al. // J. Appl. Phys. 2000. V. 87 P. 5263.
- 6. Gomez-Polo C., Socolovsky L.M., Knobel M., and Vazquez M. // Sensor Lett. 2007. V. 5. P. 196.
- 7. Семиров А.В., Моисеев А.А., Букреев Д.А. и др. // Научное приборостроение. 2010. Т. 20. № 2. С. 42.
- Sossmeier K.D., Callegari G.L., Dorneles L.S., and Carara M. // JMMM. 2008. -V. 320. - P. cl.
- 9. Semirov A.V., Bukreev D.A., Moiseev A.A., et al. // International Conf. and Seminar on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices EDM'2010: Conference Proceedings. – Erlagol., 2010. – P. 47.
- Курляндская Г.В., Семиров А.В., Лукшина В.А. и др. // Изв. РАН. Сер. физич. 2010. Т. 74. – № 10 – С. 1526.
- 11. Barandiaran J.M., Fernandez Barquin L., Gomez Sal J.C., et al. // Solid State Commun. -1993. - V. 88. - No. 1. - P. 75.
- 12. Семиров А.В., Букреев Д.А., Моисеев А.А. и др. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 3. С. 80.
- 13. Chen D.X., Munoz J.L., Hernando A., and Vazquez M. // Phys. Rev. B. 1998. V. 57. P. 10699.

Поступила в редакцию 24.01.11.

*Восточно-Сибирская государственная академия образования, г. Иркутск, Россия

**Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

***Уральский государственный университет им. А.М. Горького,

г. Екатеринбург, Россия

E-mail: semirov@igpu.ru

Семиров Александр Владимирович, к.ф.-м.н., доцент, зав. каф. физики;

Букреев Дмитрий Александрович, аспирант каф. физики;

Моисеев Алексей Анатольевич, аспирант каф. физики;

Лукшина Вера Анатольевна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр.;

Волкова Елена Георгиевна, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр.;

Волчков Станислав Олегович, к.ф.-м.н., науч. сотр.