

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В.ЛОМОНОСОВА
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ
КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА**

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

**Магнитный импеданс различных композитных
материалов**

студентка 419 группы
Шендрикова Л.А.

Научный руководитель:
д.ф.-м.н.,
проф. Перов Н.С.

Допущен к защите
« » мая 2020 года.
Зав. кафедрой магнетизма
проф. Перов Н. С.

Москва 2020

Оглавление

Введение.....	3
Литературный обзор	5
Композитные материалы	5
Порошковые ленты	5
Гранулированные сплавы.....	8
Многослойные пленки.....	9
Эластомеры	12
Методы изучения динамических свойств	16
Магнитный импеданс	16
Импеданс в проводах	19
ФМР	21
Методика измерений и образцы	23
Векторный анализатор спектра.....	23
Ячейка для измерений свойств магнитных эластомеров	25
Результаты и их обсуждение.....	27
Основные результаты.	30
Литература.....	31

Введение

Исследование магнитных свойств материалов – чрезвычайно широкая и важная область фундаментальной и прикладной физики. Актуальность таких исследований всегда остаётся на высоком уровне, поскольку число применяемых магнитных материалов, особенно композитных, непрерывно растёт. Наиболее интересными современными направлениями их использования являются медицина [1,2], робототехника [2,3], сенсорика [4]. Рост интереса в таких областях объясняется тем, что "чистые" полимеры и материалы исчерпали свои возможности, для современных целей их теперь просто недостаточно.

При проектировании, обработке и применении композиционных материалов требуется глубокое понимание их физических свойств. Важно уметь прогнозировать изменения электромагнитных (электропроводность, диэлектрическая проницаемость и магнитная проницаемость), механических, тепловых (теплопроводность и коэффициент теплового расширения) и транспортных свойств композиционных материалов с учетом вида, формы и концентрации наполнителей. Наполнитель может состоять из равноосных частиц размером от нанометров до микрон, прерывистых коротких волокон, мелких дискообразных или пластинчатых частиц/хлопьев или сложных частиц типа сердцевины и оболочки.

Существует целый ряд превосходных книг по композиционным материалам, но по большей части они ограничиваются классификацией, применением и изготовлением композиционных материалов наряду с характеристикой механических свойств. Электромагнитным, тепловым и транспортным свойствам композиционных материалов обычно уделяется мало внимания по сравнению с механическими свойствами, хотя они одинаково важны с практической точки зрения. Нас же больше всего интересуют магнитные свойства композитов на различных частотах.

Различные свойства композитов: вязкость, форма, жесткость, температура или сопротивление - могут быть изменены внешним магнитным полем. Анализ результатов таких изменений позволяет разобраться в том, какие процессы возникают в магнитном материале при переменном внешнем воздействии, как изменяются при этом отклики материала, насколько велика скорость реакции на воздействие. В частности, позволяют установить механизмы перемагничивания композитных материалов, а также разделить вклады от различных составляющих композитного материала. Особый интерес вызывает поведение композитных материалов в высокочастотных электромагнитных полях, что связано с перспективами использования таких материалов в качестве экранирующих сред, антенн и различного вида преобразователей электромагнитной энергии. В связи с этим тема выпускной работы является актуальной.

Литературный обзор Композитные материалы

Что такое композитные материалы (КМ). КМ – это искусственно созданный материал смеси двух или более компонентов с различными физическими свойствами. Примеры таких материалов:

- Порошковые ленты для магнитной записи
- Гранулированные сплавы
- Многослойные пленки
- Магнитные жидкости и эластомеры

Порошковые ленты

Порошковые ленты известны очень давно именно они дали начало современной записи.

Принцип магнитной записи был продемонстрирован впервые Поульсеном в 1899 года. Прибор назывался телеграфоном, и он использовал металлическую (стальную) проволоку в качестве носителя. Недостатки этого способа записи – плохое качество звука и то, что устройства часто ломались.

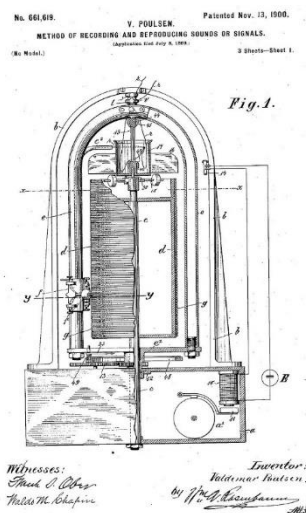


Рис1 Патент США Поульсена на записывающее устройство на магнитной проволоке

В последствии в 1929 году Луи Блаттнер заменил проволоку на стальную ленту, что позволило укрепить конструкцию.

В работах А.С.С.Соста были проведены синтез горения в микроволновом режиме и литье ленты, которые были объединены для получения гибкой магнитной ленты из оксида железа-ПВА, и было проведено систематическое исследование структурных и магнитных характеристик ленты. Рентгеноструктурный метод показал наличие различных фаз оксида железа, введенных в матрицу ПВА. Кривые намагниченности при выбранных температурах выявили ферромагнитное поведение наночастиц магнетита в ленте, а также температурную зависимость намагниченности, раскрыли хорошо известное структурное изменение магнетита [5].

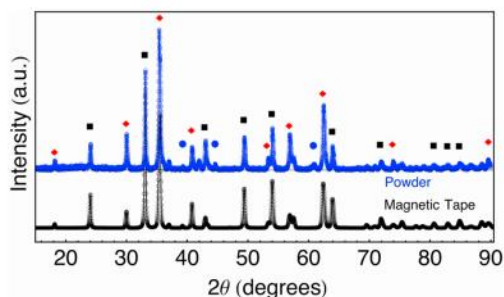


Рис 2 Рентгенограммы для порошка и магнитной ленты. ◆ - магнетит (Fe_3O_4 , ICSD 082234); ■ - гематит (Fe_2O_3 , ICSD - 082134); • - вюстит (FeO , ICSD - 082236)

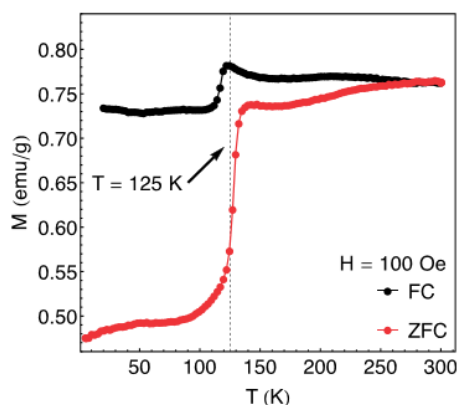


Рис 3 Кривые намагниченности ZFC и FC измеренные для гибкой магнитной ленты. Кривые получены при зондовом магнитном поле 100 Э. Стрелка и пунктирная линия показывают температуру 125 К, при которой происходит переход Вервея.

В статье Jai Lin Tsai et al исследовали структурные, морфологические и магнитные свойства гранулированных тонких пленок $\text{CoCrPt} @ (\text{TiO}_2, \text{CoO})$, нанесенных на промежуточные слои $\text{Ru}/\text{Ni}_x\text{Pd}_{100-x}/\text{NiTa}$, были исследованы в зависимости от состава $\text{Ni}_x\text{Pd}_{100-x}$ ($x=20,50,80$). Использование буферного слоя $\text{Ni}_{20}\text{Pd}_{80}$ привело к улучшению кристаллографической текстуры, разделению зерен и угловому распределению с простой осью по сравнению с обычными системами, использующими Ru/NiTa в качестве промежуточных слоев. В результате произошло значительное улучшение магнитных свойств (константа анизотропии, $K = 4,1 \times 10^5$ Дж/м³, коэрцитивность вне плоскости, $H_{c\perp} = 470$ кА/м, поле зародышеобразования, $H_N = -115$ кА/м) с по сравнению с обычными системами ($K = 3,7 \times 10^5$ Дж/м³, $H_{c\perp} = 374$ кА/м, $H_N = -71,6$ кА/м), что указывало на то, что $\text{Ni}_{20}\text{Pd}_{80}$ потенциально может использоваться в качестве буферного слоя для повышения плотности записи обычных жестких дисков. [6]

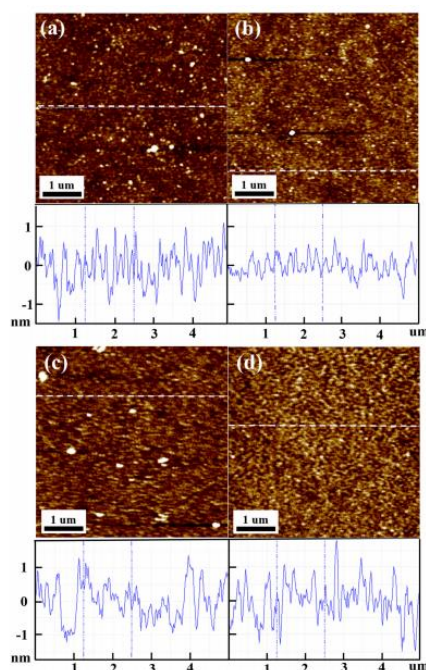


Рис 4 Изображения полученные с помощью атомно-силового микроскопа и профили высоты для соответствующих линий

Гранулированные сплавы

Гранулированные сплавы - конструкционные металлические материалы, полученные путём изостатического прессования при высоких давлениях (компактирования) мельчайших частиц (гранул) сплавов определенного химического состава, закристаллизовавшихся с высокой скоростью, или полученные напылением при распылении слабо растворимых соединений.

В работе С. Meneghini исследовали гигантский эффект магнитосопротивления в гранулированных сплавах, состоящих из магнитных кластеров, встроенных в немагнитные металлические матрицы, после соответствующей подготовки и термической обработки. Структурное влияние отжига на структуру образцов $\text{Co}_{10}\text{Cu}_{90}$ было исследовано методом дифракции рентгеновских лучей локально во время термической обработки. TR-XRD однозначно доказывает наличие аномального поведения в термически активированном процессе сегрегации, которое было связано с эволюцией магнитотранспортных свойств в этих материалах. [7]

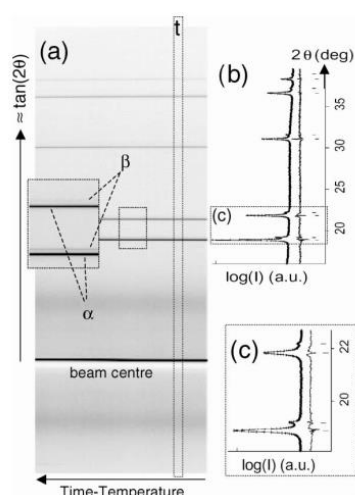


Рис 5 Панель (а): изображение TR-XRD, полученное при нагревании образца $\text{Co}_{10}\text{Cu}_{90}$ при температуре от 300 до 700 ° C ($VT^{1/2}$ °C/мин). (b) и (c) экспериментальная дифракционная картина

F. Holzner et al была предложена многоуровневая схема записи, которая специально решает проблему долгосрочного сохранения данных. На первом этапе данные записывались как топографический рельеф в органическом

резисте. Для достижения долгосрочной сохранности структуру переносили в неорганическом носителе на основе кремния посредством реактивного ионного травления. Таким образом, данные сохраняются. Используя трехуровневую логику, ими было продемонстрировано, что плотность хранения 99 Гб / дюйм², и выполняется обратное считывание данных с частотой ошибок 10^{-3} на основе порога обнаружения. Они использовали анизотропию травления в слоистых подложках, чтобы логические уровни можно было физически отделить друг от друга в разных слоях, что повысило устойчивость к несанкционированному изменению, а также предоставило средства для разнородных концепций хранения.[8]

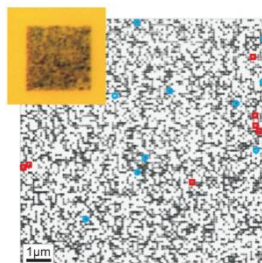


Рис 6 Топографическое изображение 3-битного поля 100 на 100 после передачи в мишень поли-Si-SiO₂.

Многослойные пленки

В работе Y.G. Shiyan экспериментально исследованы свойства магнитного резонанса в многослойной пленках [(CoP)soft/NiP/(CoP)hard/NiP]_n типа обмен-пружина с толщиной немагнитного слоя 4 Нм по сравнению с данными для толщины 2 нм. Было обнаружено, что увеличение числа блоков *n* в многослойной структуре приводит к появлению третьего пика поглощения, однако при $n \rightarrow 20$ его интенсивность стремится к нулю.[9]

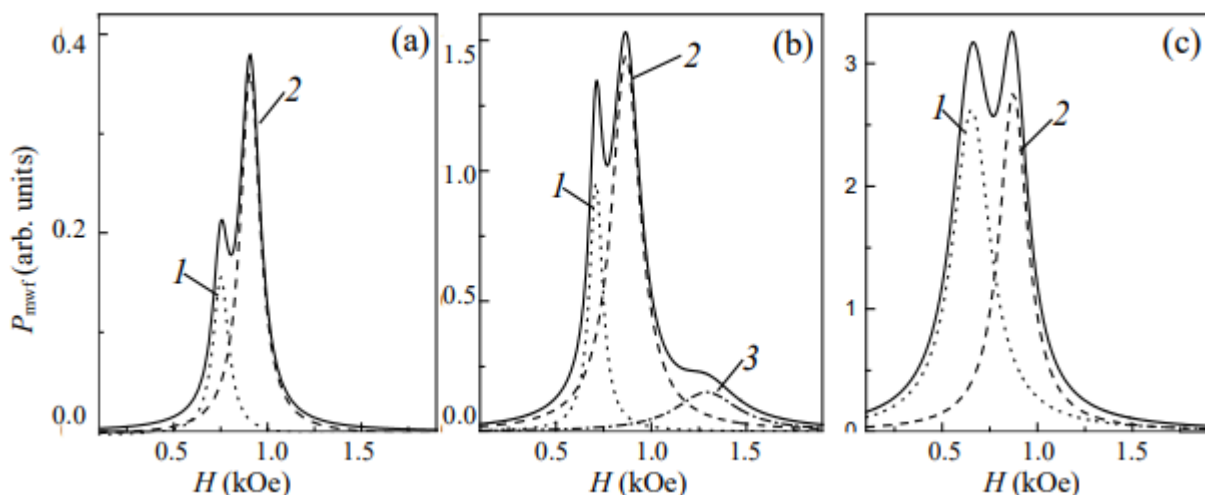


Рис 7 Спектры микроволнового поглощения при температуре 120 К для пленок с $n =$ (a) 1, (b) 5, (c) 20

В работе Yi. Zhang была изготовлена пленка FeGa/Mn на подложках Si (0:0:1) с помощью системы импульсного лазерного осаждения при комнатной температуре. Были исследованы статические и динамические магнитные свойства пленки FeGa/Mn (Fe₈₀Ga₂₀/Mn) с учетом их магнитной мягкости, намагниченности, низкотемпературной магнитной характеристики и ферромагнитного резонанса. Альтернативное количество FeGa/Mn поддерживалось постоянным, а частота импульсного лазера увеличивалась (с уменьшением числа чередующихся слоев), чтобы оценить роль уменьшения изменения структуры границ раздела в этих магнитных гетероструктурах. Настраивая частоту осаждения Mn при 3 Гц, пленка демонстрировала превосходные магнитно-мягкие свойства, а соотношение элементов Fe, Mn и Ga было близко к 2:1:1, что соответствовало фазе сплава Гейслера. Когда частота осаждения Mn составляла 1 Гц и 5 Гц, образцы демонстрировали явное перемешивание FM/AFM при низких температурах. Прочность этих магнитных многослойных пленок делает их хорошими кандидатами для применения в радиочастотном магнитном поле с сильной магнитоупругой связью и памятью формы. [10]

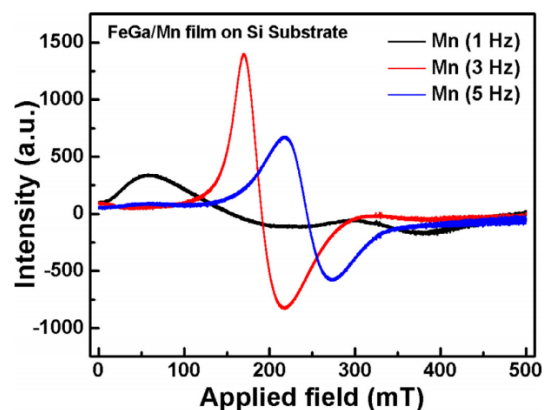


Рис 8 Дифференциальные спектры ЭПР пленки FeGa / Mn с различными частотами осаждения Mn.

В работе Х.С.М. Аль Аззави методом ионно-лучевого распыления были получены пленки композитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$, $(Co_{84}Nb_{14}Ta_2)_x(SiO_2)_{100-x}$, $(Co_{41}Fe_{39}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$ и многослойных гетерогенных структур $\{[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}]/[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}+N_2]\}_n$, $\{[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}]/[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}+O_2]\}_n$, $\{[(Co_{41}Fe_{39}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}]/[(Co_{41}Fe_{39}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}+O_2]\}_n$, $\{[(Co_{84}Nb_{14}Ta_2)_x(SiO_2)_{100-x}]/[(Co_{84}Nb_{14}Ta_2)_x(SiO_2)_{100-x}+O_2]\}_n$ при циклической подаче реактивных газов в процессе осаждения. Его командой было исследовано влияние структуры и магнитоэлектрических свойств пленок на концентрационные зависимости комплексной магнитной проницаемости образцов на частоте 50 МГц. Также было показано, что введение окисленной прослойки позволяет подавить перпендикулярную магнитную анизотропию в композитах $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$ при концентрации металлической фазы выше порога перколяции. [11]

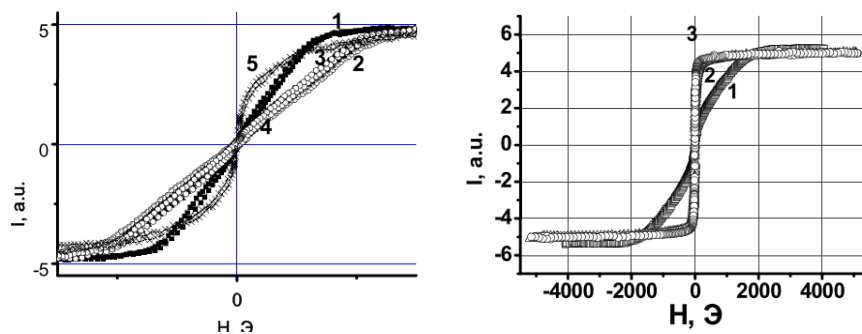


Рис 9 Кривые намагничивания композитов и многослойных структур

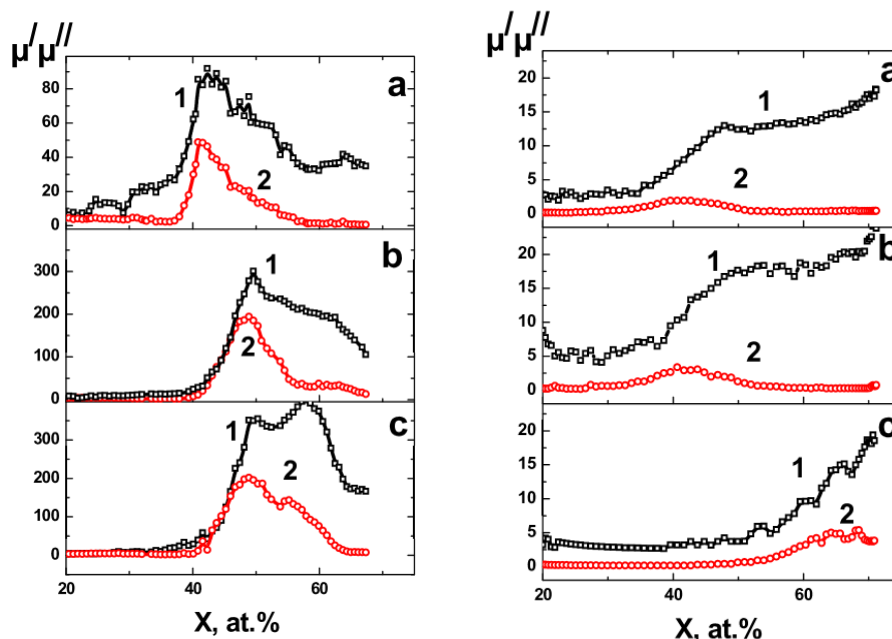


Рис 10 Концентрационные зависимости действительной (кривая 1) и мнимой (кривая 2) частей комплексной магнитной проницаемости, измеренные на частоте 50МГц

Эластомеры

Магнитореологические эластомеры – композитные материалы, представляют собой полимерную матрицу заполненную ферромагнитными частицами. Принадлежит к классу так называемых "умных материалов", способных изменять свои свойства при изменении условий среды или при приложении на них внешних воздействий будь то температура, давление, магнитное или электрическое поле и т.д.

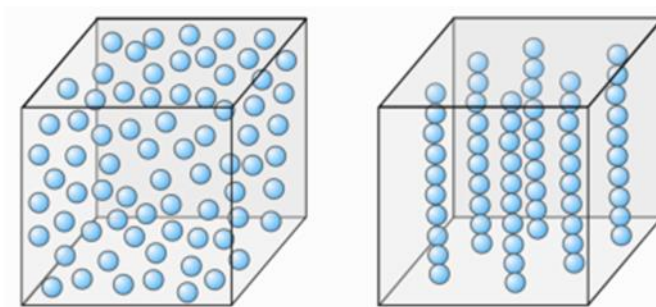


Рис.11 Изотропное и анизотропное распределение частиц в эластомере[12]

В зависимости от расположения частиц матрице отличают изотропные и анизотропные. В изотропных материалах при изготовлении не используется магнитное поле и частицы распределены по всему объему равномерно, а в анизотропных во время полимеризации в магнитном поле частицы выстраиваются в цепочку по линии внешнего магнитного поля.

Свойства эластомера варьируется от того какие частицы используются в качестве наполнителя будь то размер частиц, материал, но основное требование к этим частицам – большая восприимчивость, большая намагниченность насыщения, маленькая остаточная намагниченность. Это дает эластомеру возможность откликаться на малые магнитные поля, частицы не слипаются при взаимодействии.

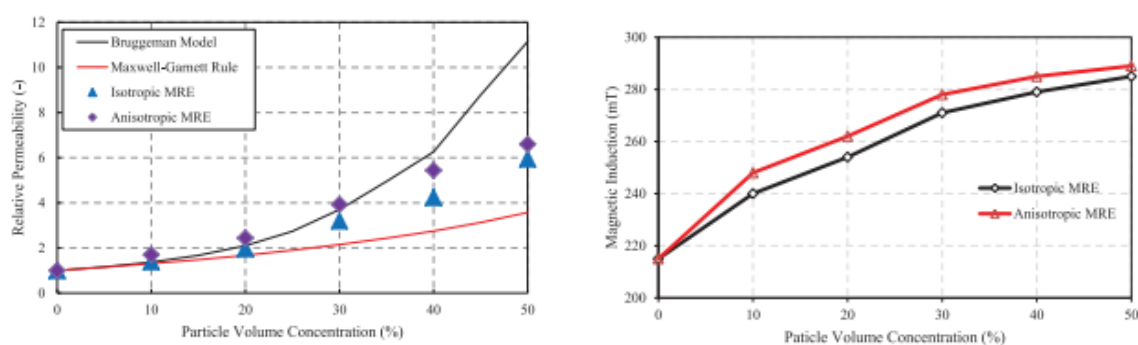


Рис 12 Магнитная проницаемость как функция объемной концентрации частиц для изотропных и анизотропных МРЭ (левый рисунок); магнитная индукция как для изотропных, так и для анизотропных МРЭ. Ток 0,5 А (правый рисунок)

В статье Anil K Bastola была определена магнитная проницаемость как изотропных, так и анизотропных магнитореологических эластомеров с использованием нового метода. Была измерена магнитная индукция и проведен

анализ замкнутых магнитных цепей для получения магнитной проницаемости магнитореологических эластомеров как для изотропных, так и для анизотропных магнитореологических эластомеров с объемной концентрацией частиц карбонильного железа 10–50% (Рис 13). Обнаружили, что магнитная проницаемость увеличивалась с увеличением концентрации частиц как для изотропных, так и для анизотропных магнитореологических эластомеров. Изотропная проницаемость всегда ниже, чем анизотропная проницаемость. Максимальное значение относительной проницаемости 6,6 было получено для 50% объемной концентрации частиц. Экспериментальные результаты также показывают хорошее согласие с теоретическими предсказаниями и предыдущими исследованиями.[13]

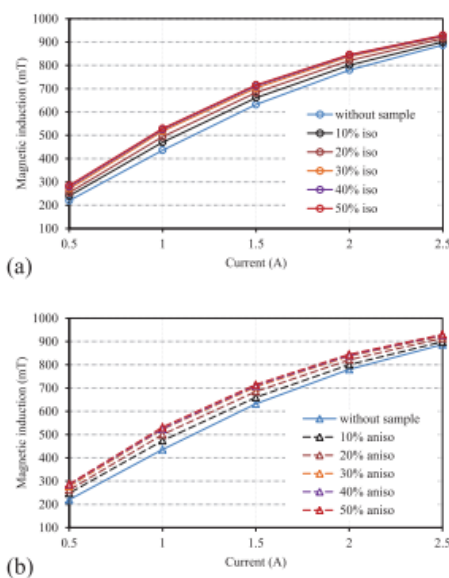


Рис 13 Магнитная индукция с увеличением тока для различных концентраций магнитных частиц: (а) изотропные МРЭ и (б) анизотропные МРЭ.

В работе Giovanni Ausanio был получен композиционный материал, состоящий из микрочастиц Fe, гомогенно диспергированных в силиконовой матрице, с объемной концентрацией, немного превышающей порог перколяции, но разделенной тонким силиконовым слоем. В этой работе была предложена аналитическая модель для моделирования теоретически

ожидаемого поведения электрического сопротивления в зависимости от приложенного градиента индукционного поля, чтобы предсказать магнитопьезорезистивный отклик и объяснить адаптацию полученного материала.

Экспериментальные результаты были в хорошо согласовались с теоретически предсказанным поведением, что подтверждало правильность использованной модели и интерпретацию явления. Аналитическая модель, представленная в этой статье, продемонстрировала свою способность прогнозировать дальнейшие улучшения, в то время как экспериментальные результаты допускают различные инновационные применения[14].

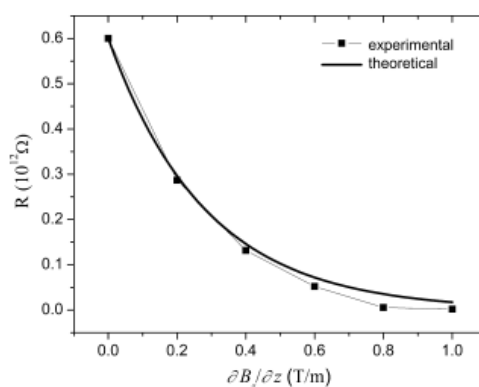


Рис. 14 Сравнение теоретического поведения сопротивления и эксперимента

В целом физика таких материалов очень сложна, поскольку – это многочастичные системы с дальним действием, частицы которых обладают поступательными и вращательными степенями свободы. Поэтому измерения динамических характеристик КМ, во-первых, приносят много полезной прежде неизвестной информации и, во-вторых, весьма вероятно, могут привести к обнаружению новых нетривиальных эффектов. Измерение импеданса магнитных эластомеров позволяет получить информацию об их диэлектрической и магнитной проницаемостях при различных частотах и, как следствие, определить механизмы перемагничивания компонент эластомера. Ранее [15] было показано различие полевой зависимости

компонент тензора магнитной проницаемости эластомеров, которые были исследованы статическим и динамическим методами. В последние годы магнитные эластомеры стали использоваться в качестве материалов для поглощения электромагнитного излучения [16]. В связи с этим представляет интерес в изучении методов определения динамических характеристик КМ различных типов.

Методы изучения динамических свойств Магнитный импеданс

Магнитный импеданс (МИ) – это эффект изменения комплексного сопротивления, Z , (как действительной, R , так и мнимой части, X) ферромагнитного проводника под действием внешнего магнитного поля. (Интерес к нему объясняется тем, что в некоторых материалах было обнаружено, что существует изменение импеданса во внешнем магнитном поле в два и более раз. Это изменение импеданса назвали Гигантским магнитным импедансом (ГМИ).

МИ был открыт в работах Е.П. Харрисона и соавторов в FeNi проволоках, полученных методом волочения в 1937 г. и интерпретирован как разновидность скин-эффекта в условиях вариации магнитной проницаемости проводника под воздействием внешнего магнитного поля[17]

Сам термин магнитный импеданс впервые был введен в работе Л.В Паниной и К. Мори.

Для определения относительной величины эффекта ГМИ в работах Харрисона использовали соотношение:

$$\Delta Z/Z(\%) = \frac{Z(H) - Z(H_{\text{нас}})}{Z(H_{\text{нас}})} \quad (1)$$

где $Z(H)$ – импеданс образца в магнитном поле H , $Z(H_{\text{нас}})$ – импеданс образца в магнитном поле насыщения (максимальная величина внешнего магнитного поля), приложенного к образцу. В этом случае величина $\Delta Z/Z$, которую принято называть ГМИ-отношением – положительна, и может достигать значений, больших 100 %.

Многие авторы также используют другую форму выражения

$$\Delta Z/Z(\%) = \frac{Z(H) - Z(0)}{Z(0)} \quad (2)$$

Где $Z(0)$ – величина импеданса образца в отсутствии внешнего магнитного поля. В таком случае величина ГМИ-отношения может быть не только положительной, но и отрицательной.

Образцы с ГМИ получают различными методами в виде проволок, лент, тонких пленок, многослойных пленочных структур и т. д. Имеются четыре группы магнитных материалов, в которых может наблюдаться ГМИ-эффект:

1. Аморфные сплавы с малым значением константы анизотропии.
2. Нанокристаллические материалы типа Fe-Cu-Nb-Si-B, в которых размер зерен порядка 10 нм;
3. Кристаллические сплавы с чрезвычайно низкой кристаллической анизотропией и низкой магнитострикцией.
4. композиты, состоящие из смеси однофазных частиц.

Например, в работах Lorena Gonzalez-Legarreta et al разрабатывались способы оптимизации магнитоимпедансного эффекта в микропроводах с высоким содержанием Co. Улучшение гигантского магнитоимпедансного эффекта достигалось либо отжигом, либо отжигом под напряжением.

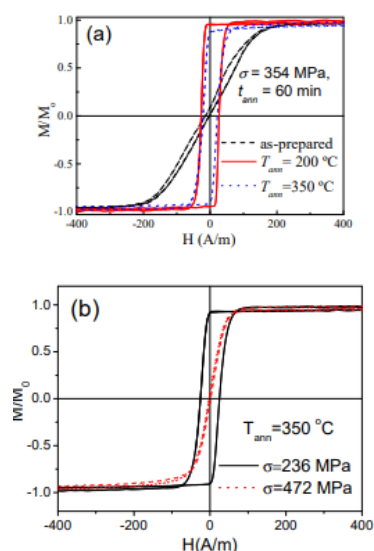


Рис 15 Эффект T_{ann} для $\sigma = 354$ МПа (а) и влияние σ для $T_{ann} = 350$ °С (b) на петли гистерезиса исследуемых образцов

Отжженный образец выдавал прямоугольные петли гистерезиса. Выяснилось, что улучшение отношения магнитоимпеданса наблюдается при довольно высоких температурах отжига в широком диапазоне частот. Приложение напряжения во время отжига при умеренных значениях температуры и давления позволяет значительно снизить коэрцитивную силу и увеличить коэффициент прямоугольности и дальнейшее улучшение эффекта гигантского магнитоимпеданса. Отжиг под напряжением, проводимый при достаточно высоких температурах и/или напряжении, позволил индуцировать поперечную магнитную анизотропию, а также улучшить эффект магнитоимпеданса. Они продемонстрировали, что гигантский магнитоимпедансный эффект микропроводов, обогащенных Co , можно адаптировать, контролируя их магнитную анизотропию, с использованием соответствующей термической обработки.[18]

В работе D.Estevez et al изучали магнитную круговую проницаемость, полученную из измерений импеданса массивов, составленных из аморфных проволок на основе Co , она была исследована как функция числа проволок и расстояния между проволоками. Результаты показали, что линейный массив

с большим числом проводов увеличивает проницаемость и, следовательно, МИ отклик до 10 МГц. Ими было высказано предположение, что такое изменение круговой проницаемости, вызванное магнитоэлектрическим взаимодействием между проволоками, приводит к изменению глубины скин-слоя и сопротивления. Увеличение расстояния между проволоками отрицательно сказалось на проницаемости и соотношении МИ из-за более слабого взаимодействия. Эти наблюдения подтвердили сложность формализма индуктивности как альтернативного подхода к объяснению изменения ИМ в проводных массивах.[19]

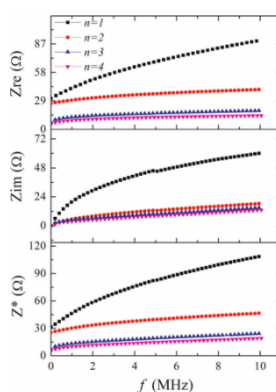


Рис. 16 Частотная зависимость Z_{re} (сопротивление), Z_{im} (реактивное сопротивление) и Z^* (полное сопротивление) проволочных решеток с разным количеством проводов

Импеданс в проводах

В работе D.Estevez et al, посредством модуляции распределения намагниченности по проводу и соотношению внешней магнитной оболочки/внутреннего сердечника, была получена повышенная чувствительность к магнитному и импедансному сопротивлению. Модуляция была достигнута путем покрытия провода на основе Со углеродными нанотрубками и оксидом графена, которые вызывали различный уровень напряжений, что позволило увеличить объем оболочки внешнего домена с помощью магнитной анизотропии спирального/кругового типа за счет намагниченного в осевом направлении внутреннего сердечника (рис17). Посредством контроля толщины

наноуглерода была продемонстрирована достоверность измерений высокочастотного импеданса для картирования магнитной микроструктуры по проволоке и выявления взаимодействия ядро-оболочка и его вклада в МИ. Об улучшении поперечной анизотропии свидетельствовало резкое увеличение эффекта ИМ со 170% при 10 МГц для проволоки без покрытия до 400% и 300% для проволоки с покрытием из УНТ и ГО, соответственно. При разработке плоской модели с четырехслойной структурой основные особенности кривых МИ были воспроизведены на смоделированных кривых(рис18). [20]

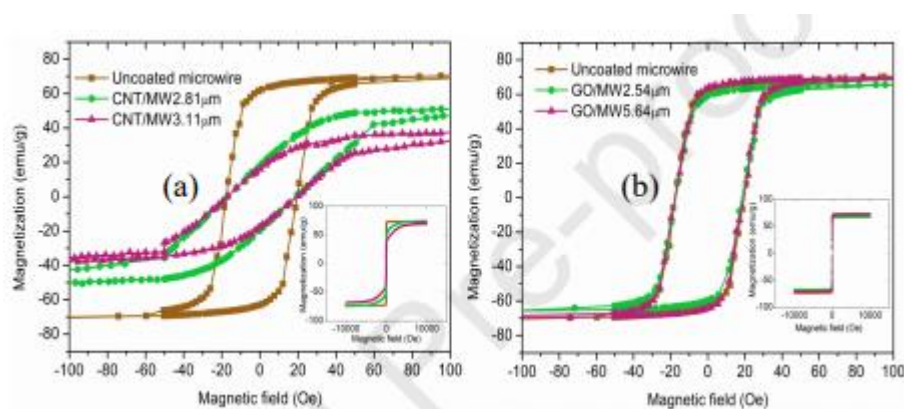


Рис 17 Влияние наноуглеродных покрытий на кривые намагничивания микропроводов. (а) Микропровода с покрытием CNT (b) Микропровода с покрытием GO

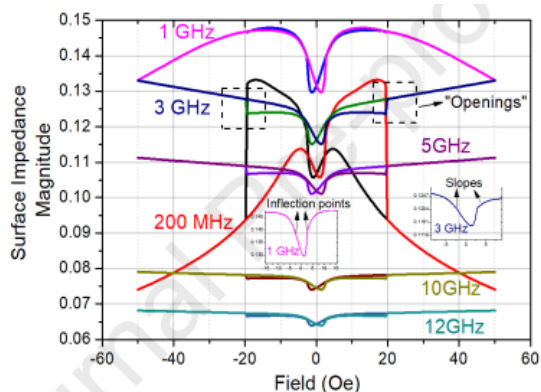


Рис18 Симуляция поверхностного сопротивления для CNT / MW2,81 мкм

ФМР

Ферромагнитный резонанс - резонансное поглощение электромагнитной энергии ферромагнетиком, один из видов электронного магнитного резонанса в твёрдом теле. От электронного парамагнитного резонанса ферромагнитный резонанс, отличается тем, что поглощение энергии на много порядков сильнее и условие резонанса существенно зависит от формы образцов.

В статье R. S. Iskhakov (Исхаков) сообщается о результатах исследования связи между магнитной микроструктурой и ферромагнитным резонансом в ферромагнитных композитах металл – изолятор с использованием гранулированных сплавов $(\text{Co}_{41}\text{Fe}_{39}\text{B}_{20})_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ и $\text{Co}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ как подопытные образцы.

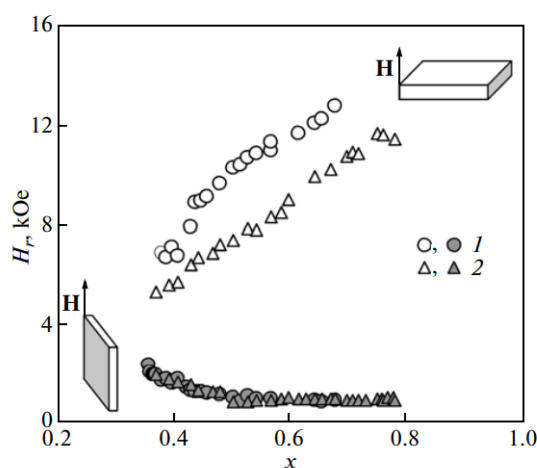


Рис 19 Ферромагнитное резонансное поле для $(\text{Co}_{41}\text{Fe}_{39}\text{B}_{20})_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ и $\text{Co}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$

Сравнительный анализ свойств спектров ФМР и параметров случайной магнитной анизотропии привёл к корреляциям между этими величинами. Они установили, что основным механизмом, определяющим ширину линии ФМР в исследуемых пленках, является механизм обменного сужения.[21]

В работе Shintaro Hinata et al была количественно оценена с помощью ферромагнитного резонанса в Q-диапазоне поверхностная анизотропия. Они наблюдали два резонанса с акустической и оптической модой прецессии в сигналах ФМР (см.рис.20). С помощью уравнения Ландау-Лифшица-

Гилберта было показано, что плотность энергии поверхностной анизотропии в многослойных пленках увеличилась с 0,55 до 1,83 эрг / см², когда толщина Pt межслоя была уменьшена с 2,0 до 1,0 нм для сред на основе Co₈₂Cr₁₀Pt₈ и Co₇₄Pt₁₆Cr₁₀. Было обнаружено, что оптимальная толщина Pt межслоя, при которой распределение поля переключения было минимизировано вследствие большого уменьшения поля насыщения приложенных сред, соответствует граничному условию между антипараллельной и параллельной прецессией магнитных моментов гранулированного сплава и сплава покрытия в ферромагнитном резонансе.[22]

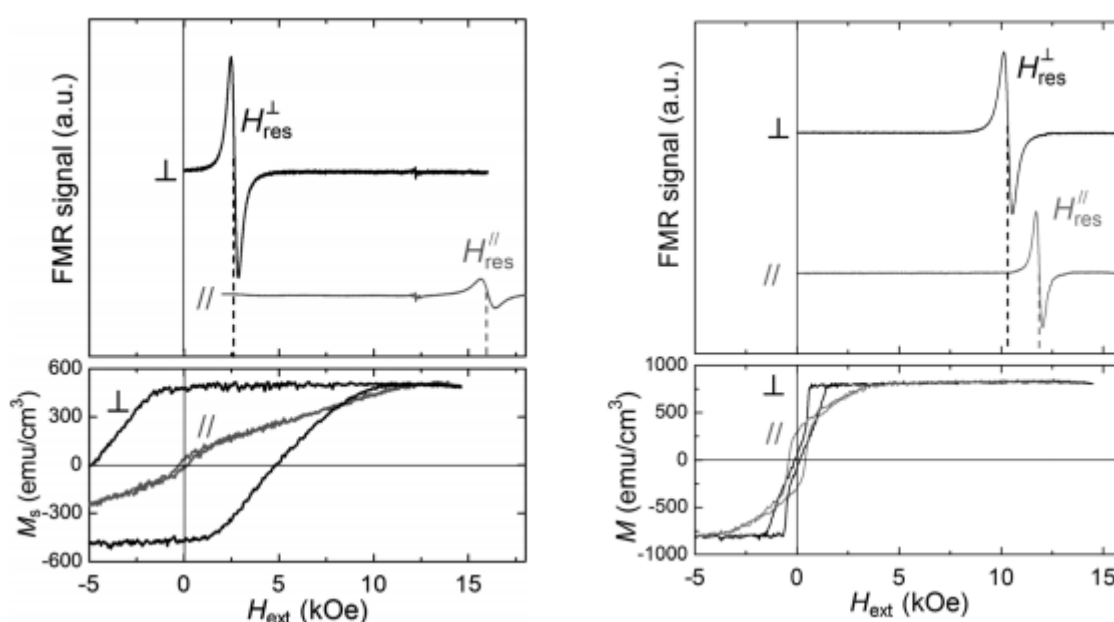


Рис 20 сигналы FMR и кривые намагничивания для Co₇₄Pt₁₆Cr₁₀ на SiO₂ и Co₈₂Cr₁₀Pt₈

Приведенные выше результаты подтверждают важность изучения высокочастотных свойств различных композитных материалов, что определило цель настоящей работы: изучение существующих методик исследования высокочастотных свойств композитных материалов и их применение к анализу магнитных эластомеров.

Методика измерений и образцы

Векторный анализатор спектра

Исследования проводилось с помощью векторного анализатора AGILENT FieldFoxN9923A(рис. 21). С помощью этого прибора можно определять множество параметров электрических цепей таких как: передаточные функции, амплитуды и фазы, потери, вносимое затухание или усиление, групповая задержка, коэффициент стоячей волны и т.д.



Рис. 21 Векторный анализатор спектра AgilentFieldFox N9923A [изображение взято с сайта <https://www.keysight.com>]

Работа этого устройства заключается в измерении параметров рассеяния (S-параметров) прошедшей отраженной от тестируемого устройства волны сигнала. Этот прибор может измерять S параметра: S₁₁ - отражение волны при прямом измерении, S₂₁ – прохождение волны, S₁₂ –прохождение волны при обратном измерении и S₂₂ – отражение волны от исследуемого устройства при обратном измерении (рис 22). Однако определения импеданса исследуемого устройства достаточно параметров отражения S₁₁, чья связь между ними выражается:

$$Z = Z_0 \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} \quad (3)$$

Где $Z_0=50$ Ом импеданс источника.

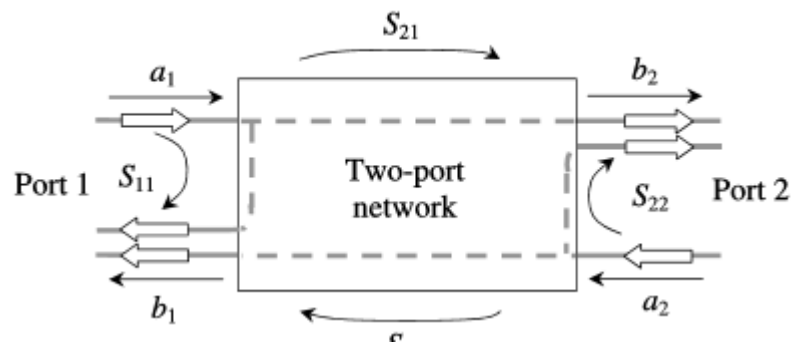


Рис. - 22 Параметры рассеяния[23]

Общая схема эксперимента по измерению гигантского магнитного импеданса на ВАС приведена на рисунке 23.

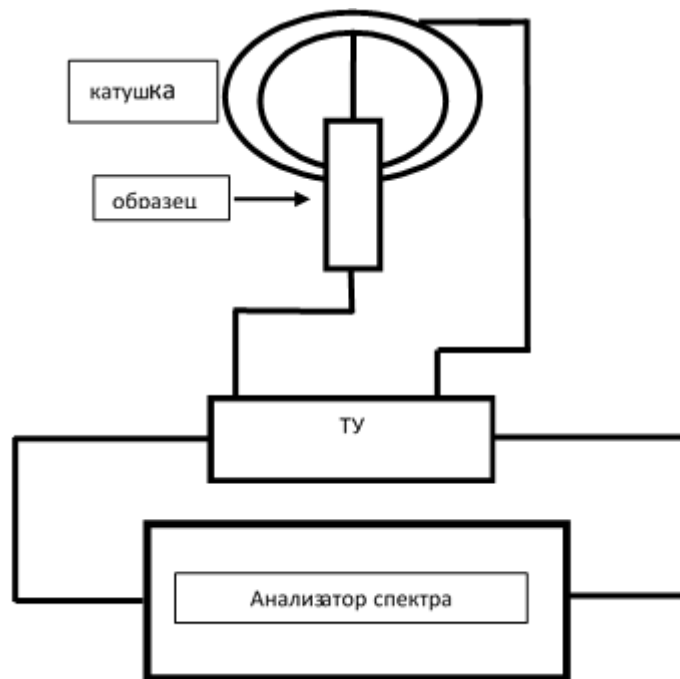


Рис. 23 Схема измерений

Измерение импеданса одного образца состоит из следующих этапов:

1. Калибровка анализатора. Для этого коаксиальному кабелю, соединённому с анализатором, подключается калибровочный набор OpenShortLoad. После чего, чтобы избежать вклада в сигнал электромагнитного поля от другого оборудования лаборатории, нужно

- крепко зафиксировать положение кабеля и тестируемого устройства, так как устройство очень чувствительно.
2. После калибровки необходимо припаять подводящие провода от образца к держателю тестируемого устройства, состоящего из фольгированного стеклотекстолита, вытравленного по середине.
 3. Тестируемое устройство соединяется с векторным анализатором через закреплённый коаксиальный кабель.
 4. Величина внешнего магнитного поля задаётся катушкой, через которую пропускается постоянный ток от дополнительного блока питания. Катушка состоит из 1500 витков, диаметр провода 0.8 мм, диаметр катушки 15 см, толщина катушки 4 см. Постоянная катушки - 100Э/А.
 5. Далее на внешний накопитель записываются параметры отражения от тестируемого устройства при заданном поле. Для каждого значения магнитного поля создаётся файл формата “S2P” содержащий значения частоты, амплитуды и фазы сигнала. Таким образом на выходе получается 22 файла: один файл, содержащий S параметры от медного эталона, один – от образца при нулевом поле, и 20 – от образца при различных значениях полей.

Полученные данные обрабатываются программами Matematica и Origin. Пакет Matematica необходим для обработки выходных данных и вычисления значений ГМИ образцов, а Origin – для построения графиков.

Ячейка для измерений свойств магнитных эластомеров

Для проведения измерений динамических свойств композитных материалов была разработана ячейка, которая состоит из медной трубки внешним диаметром 4 мм и 38 мм длиной и закреплённого с одного конца и проходящего через середину этой трубки провода диаметром 0,7 мм и длиной 10 см, место выхода из трубки закрывается пенопластовой пробкой.

Это позволяет легко положить исследуемый эластомер внутрь трубки. К концам провода прикреплены высокочастотные SMA-разъёмы, с помощью которых ячейка включается в коаксиальную измерительную линию векторного анализатора (рис.24).

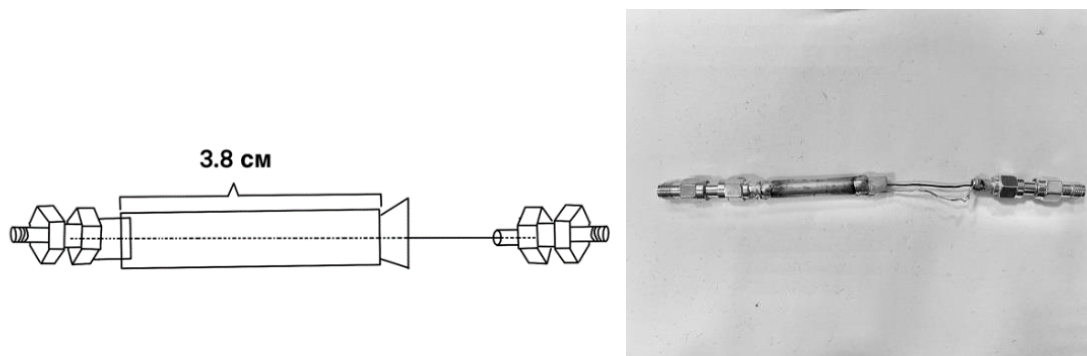


Рис.24 Фотография и схематическое изображение ячейки волновода векторного анализатора.

Образцы магнитореологических эластомеров были предоставлены Степановым Г.В. из Государственного Научно-Исследовательского Института Химии и Элементоорганических Соединений (ГНИИХТЭОС). Образцы содержали частицы карбонильного железа со средним размером 5 мкм в массовой концентрации 65%, а также частицы феррита бария со средним размером 10 мкм в массовой концентрации 68%.

Образцы аморфных магнитных микропроводов в стеклянной оболочке были предоставлены А.П. Жуковым из Университета Страны Басков (Испания). Состав исследуемых образцов: $Fe_{6.1}Co_{57}Ni_{10}B_{15.9}Si_{11}$

Полный диаметр D, мкм	Диаметр жилы, d, мкм	ρ (мкОм/см)
21,6	9,4	0,44
19,8	7,6	0,37
19,2	14,4	0,75

Результаты и их обсуждение

Отработка методики измерений проводилась на образцах аморфных проводов. По полученным в соответствии с описанным выше алгоритмом измерений данными строились графики полевой зависимости импеданса. Типичный вид таких кривых приведен на рисунке 25.

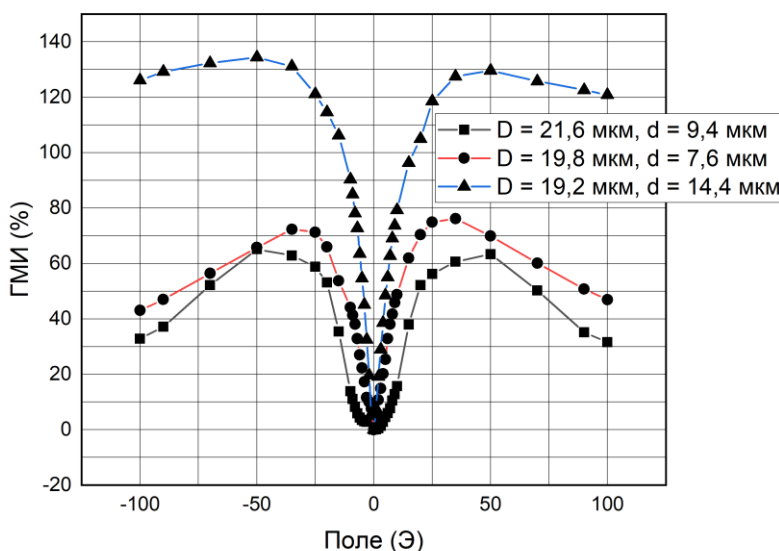


Рис.25 ГМИ в проводах $Fe_{6.1}Co_{57}Ni_{10}B_{15.9}Si_{11}$ различной толщины сердечника

Для определения высокочастотных свойств образцов магнитных эластомеров была использована описанная в предыдущем параграфе измерительная ячейка. Измерения проводились по уже описанному алгоритму.

Все шаги, кроме последнего, описанного в первой серии измерений повторяются. На последнем шаге на выходе мы получили 6 файлов при разных значениях поля: пустая ячейка и значения при поле равном 0 Э, 5 Э, 20Э, 50Э, 100Э. Импеданс высчитывался по формуле:

$$Z = Z_0 \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} \quad (4)$$

Измерения проводились в два этапа: сначала на пустой ячейке, затем ячейка заполнялась магнитным эластомером и измерения повторялись. Результаты

для двух образцов приведены на рисунке 26. Черными квадратами построен спектр пустой ячейки.

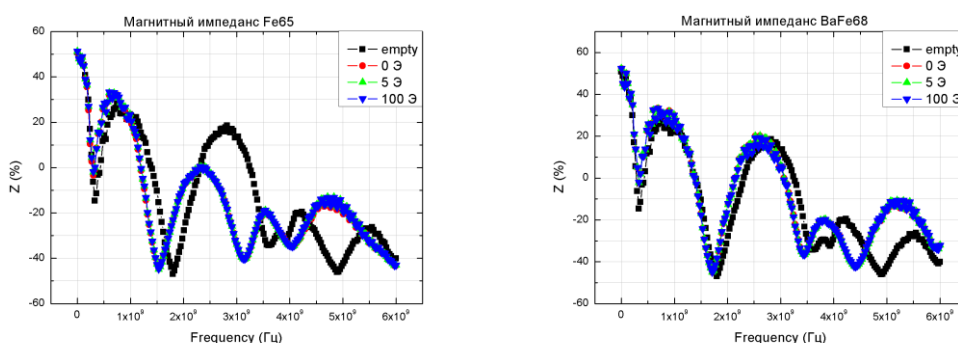


Рис. 26 Графики зависимости импеданса от частоты в эластомерах Fe65 и BaFe68.

Наблюдаемые на графике осцилляции импеданса, скорее всего, связаны с резонансами в измерительной линии. Хорошо видно, что наполнение измерительной ячейки магнитным эластомером приводит к изменению вида спектра.

Проверка магнитной проницаемости

Из полученных спектров импеданса были вычислены спектры циркулярной компоненты магнитной проницаемости магнитных эластомеров.

Модель: длинный тонкий провод длиной l , радиусом r ($r \ll l$), удельной электропроводностью ρ , S – сечение проводника.

Импеданс:

$$Z = \sqrt{R_{\text{акт}}^2 + R_{\text{реак}}^2} \quad (5)$$

Активное сопротивление выражается формулой:

$$R_{\text{акт}} = \frac{\rho l}{\pi r^2} \quad (6)$$

Реактивное сопротивление выражается:

$$R_{\text{реак}} = 2\pi fL \quad (7)$$

Где f – частота, а L - индуктивность равна:

$$L = \frac{m_0}{2\pi} l \left(\ln \frac{l}{r} + \frac{m_i}{4} \right) \quad (8)$$

Где $m_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ Гн/м}$ и m_i - магнитная проницаемость вещества

$$R_{\text{реак}} = m_0 f l \left(\ln \frac{l}{r} + \frac{m_i}{4} \right) \quad (9)$$

$$m_i = 4 \sqrt{\frac{Z^2 - R_{\text{акт}}^2}{f^2 m_0^2 l^2}} - 4 \ln \frac{l}{r} \quad (10)$$

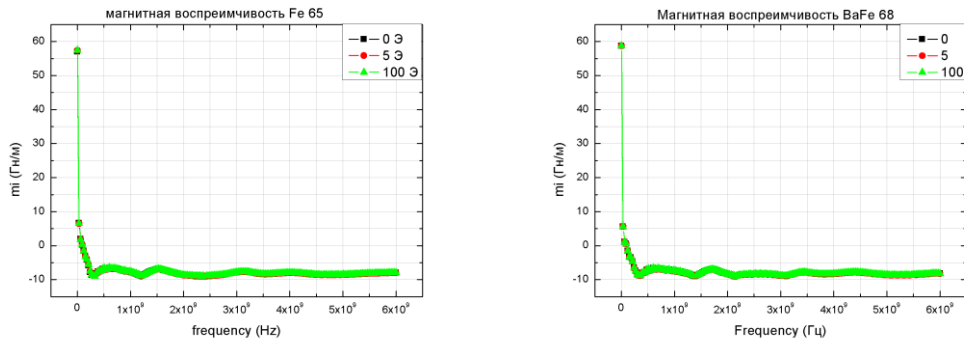


Рис. 27. Рассчитанные на основании экспериментальных данных (рис. 26) значения циркулярной компоненты магнитной восприимчивости для двух образцов магнитных эластомеров.

Результатом данной работы стали отработанные методики измерений динамических характеристик композитных материалов, которые в последствии позволят упростить процесс их исследования. Это важно так как внимания динамическим характеристикам уделяется недостаточно, хотя ценность и потребность их исследований, особенно в радиотехнике и сенсорике, с каждым годом увеличивается.

Основные результаты.

1. Освоена методика измерения импедансных характеристик аморфных микропроводов.
2. Разработана ячейка для измерения динамических свойств магнитных эластомеров на высоких частотах и использованием векторного анализатора спектра.
3. Проведены предварительные измерения динамических свойств двух образцов магнитных эластомеров с различными наполнителями.

Литература.

1. Singh R., Lillard J. W. Nanoparticle-based targeted drug delivery // Experimental and Molecular Pathology – 2009. – Vol. 86. – P. 215–223
2. Li J. et al. Magnetically-driven medical robots: An analytical magnetic model for endoscopic capsules design // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2018. – Vol. 452. – P. 278–287.
3. Hu W., Lum G. Z., Mastrangeli M., Sitti M. Small-scale soft-bodied robot with multimodal locomotion // Nature. – 2018. – Vol. 554. – P. 81–84.
4. Wei F. et al. Magnetic field sensor based on a combination of a microfiber coupler covered with magnetic fluid and a Sagnac loop // Scientific Reports. – 2017. – Vol. 7. – Art.no. 4725
5. A.C.S. Costa et al Iron oxide/PVA flexible magnetic tape engineered by microwave combustion and tape casting//Materials Chemistry and Physics// Volume 232, 15 June 2019, Pages 1-5
6. Jai Lin Tsaia et al CoCrPt@(TiO₂,CoO) granular thin films grown on Ru/NixPd100-x/NiTa (x = 20, 50, 80)//Thin Solid Films Volume 693, 1 January 2020
7. C.Meneghini et al Structure and magnetic properties in CoCu granular alloys//
8. F. Holzner et al High density multi-level recording for archival data preservation// APPLIED PHYSICS LETTERS 99, 023110 (2011)
9. Shiyan Y.G. et al Magnetic and resonance properties of exchange spring multilayers[(CoP)soft/NiP/(CoP)hard]_n// Journal of Physics: Conference Series// 1389 (2019) 012018
10. Yi. Zhanget al Tuning static and dynamic magnetic properties of FeGa/Mn film//Journal of Magnetism and Magnetic Materials// Volume 477, 1 May 2019, Pages 4-8

11. . Х.С.МАЛЬ Аззавиет al Высоочастотные Магнитные Свойства Многослойных Гетерогенных Пленок На Основе Нанокмползов Ферромагнитный Металлдиэлектрик//Вестник Воронежского Государственного Технического Университета// Том: 11, Номер: 5, 2015,с. 112-118
12. Ubaidillah et al Potential Applications of Magnetorheological Elastomers //Applied Mechanics and Materials//Vol. 663, pp 695-699
13. Anil K Bastola et al Magnetic circuit analysis to obtain the magnetic permeability of magnetorheological elastomers//Journal of Intelligent Material Systems and Structures// June 2018
14. G.Ausanio et al Magneto-piezoresistance in Magnetorheological elastomers for magnetic induction gradient or position sensors//Sensors and Actuators A: Physical, Volume 205, 1 January 2014, Pages 235-239
15. Makarova L. A., Alekhina Yu. A., Perov N. S. Peculiarities of magnetic properties of magnetoactive elastomers with hard magnetic filler in crossed magnetic fields // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2017. – Vol. 440. – P.30–32.
16. A. Caprile, et al Microwave Behavior of Polymer Bonded Iron Oxide Nanoparticles // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, VOL. 48, NO. 11 – P. 3394–3397
17. L. V. Panina, K. Mohri Magneto-impedance effect in amorphous wires// Appl. Phys. Lett. 65, 1189 (1994)
18. Gonzalez-Legarreta L. et al Optimization of magnetic properties and GMI effect of Thin Co-rich Microwires for GMI Microsensors// MDPI, Sensors,2020, 20
19. Diana Estévez et al Optimizing magnetoimpedance of amorphous microwires by nanocarbon-induced magnetic anisotropy//Journal of Magnetism and Magnetic Materials// Volume 502, 15 May 2020

20. Diana Estévez et al Magnetoinductance and magnetoimpedance response of Co-based multi-wire arrays//Journal of Magnetism and Magnetic Materials Volume 393, 1 November 2015, Pages 278-283
21. R. S. Iskhakov et al Ferromagnetic Resonance and Magnetic Microstructure in Nanocomposite Films of $\text{Co}_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ and $(\text{CoFeB})_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ // Physics of the Solid State, 2010, Vol. 52, No. 11, pp. 2263–2266
22. Shintaro Hinata et al Q-band ferromagnetic resonance for CoPt-based stacked perpendicular recording media with interlayer exchange coupling//Journal of Applied Physics// 109, 083935 (2011)
23. K Sasikumar et al Magnetoactive elastomeric composites: Cure, tensile, electrical and magnetic properties//Bull. Mater. Sci., Vol. 29, No. 6, November 2006, pp. 637–640