

05:06

Температурная зависимость магнитных свойств и магнитоимпеданса нанокристаллических лент $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$

© А.В. Семиров,¹ Д.А. Букреев,¹ А.А. Моисеев,¹ В.А. Лукшина,² Е.Г. Волкова,²
С.О. Волчков,³ Г.В. Курляндская³

¹ Восточно-Сибирская государственная академия образования,
664011 Иркутск, Россия

² Институт физики металлов УрО РАН,
620990 Екатеринбург, Россия

³ Уральский государственный университет им. М.А. Горького,
620083 Екатеринбург, Россия
e-mail: semirov@igru.ru

(Поступило в Редакцию 16 апреля 2010 г. В окончательной редакции 2 июля 2010 г.)

Исследована температурная зависимость магнитных свойств и магнитоимпедансного эффекта магнитомягких нанокристаллических лент сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ в интервале температур 24–160°C. В диапазоне частот переменного тока 0.1–50 МГц обнаружена высокая температурная чувствительность импеданса лент и величины магнитоимпедансного эффекта. На частоте переменного тока 50 МГц в диапазоне температур 85–160°C изменение импеданса достигает $0.2 \Omega/^\circ\text{C}$ ($0.5\%/^\circ\text{C}$). Также с ростом температуры обнаружен переход от монотонно убывающего характера зависимости магнитоимпедансного эффекта от внешнего магнитного поля к зависимости, имеющей начальный возрастающий участок. Показано, что влияние температуры на магнитоимпедансные свойства магнитомягких нанокристаллических лент обусловлено температурными изменениями их электропроводности, намагниченности и эффективной магнитной анизотропии.

Введение

Магнитоимпедансный эффект (МИ-эффект) заключается в изменении полного сопротивления проводника переменному электрическому току при изменении напряженности внешнего магнитного поля [1]. В некоторых магнитомягких материалах, таких как аморфные и нанокристаллические сплавы на основе переходных металлов, импеданс во внешнем магнитном поле может изменяться в два раза и более [2].

Высокие значения МИ-эффекта в магнитомягких аморфных и нанокристаллических сплавах, его чувствительность к различным внешним воздействиям — механическим, тепловым и другим — делают МИ-эффект, с одной стороны, весьма перспективным в использовании для детектирования различных физических величин, с другой — предъявляя повышенные требования к учету влияния на магнитоимпедансные свойства изменений внешних факторов, не детектируемых, но влияющих на импеданс, либо требуют создания соответствующей защиты или компенсационных систем.

С точки зрения высокой чувствительности к внешнему магнитному полю представляет большой интерес исследование МИ-эффекта в аморфных и нанокристаллических сплавах типа FINEMET (FeSiBNbCu). Влияние различных видов термообработки и особенностей наведенной магнитной анизотропии на МИ-эффект в данных сплавах изучено достаточно полно [3,4]. Однако несмотря на активное изучение МИ-эффекта в сплавах типа FINEMET в литературных источниках можно найти лишь единичные работы, в которых представлены

исследования влияния на МИ-эффект такого важного внешнего фактора, как температура [5].

Экспериментальная часть

Исследуемые ленты сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ получены методом быстрой закалки из расплава. Согласно данным рентгенографических исследований, исходное состояние образцов было аморфным. Для формирования нанокристаллической структуры они подвергались отжигу в форвакууме при 520°C в течение 1 h [4]. Геометрические параметры образцов определялись с помощью микрометрического устройства и оптического микроскопа. Длина образцов составляла 65 mm, ширина — 0.8 mm, толщина — 20 μm .

Структурное состояние лент исследовалось методом рентгеновской дифракции в $\text{CuK}\alpha$ -излучении при комнатной температуре с использованием дифрактометра Philips PW1710, а также методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на электронном микроскопе SM 300. Образцы для ПЭМ были подвергнуты электрополировке. Квазистатические петли магнитного гистерезиса $B(H)$ измерялись в магнитном поле, параллельном длинной стороне образцов, с помощью микроверметра. Динамические петли гистерезиса были получены индукционным методом на частоте 1 kHz при амплитуде магнитного поля 240 A/m в диапазоне температур 24–160°C.

Измерения импеданса Z и электросопротивления на постоянном токе R_{DC} были проведены в температурном диапазоне 24–160°C, что перекрывает диапазон

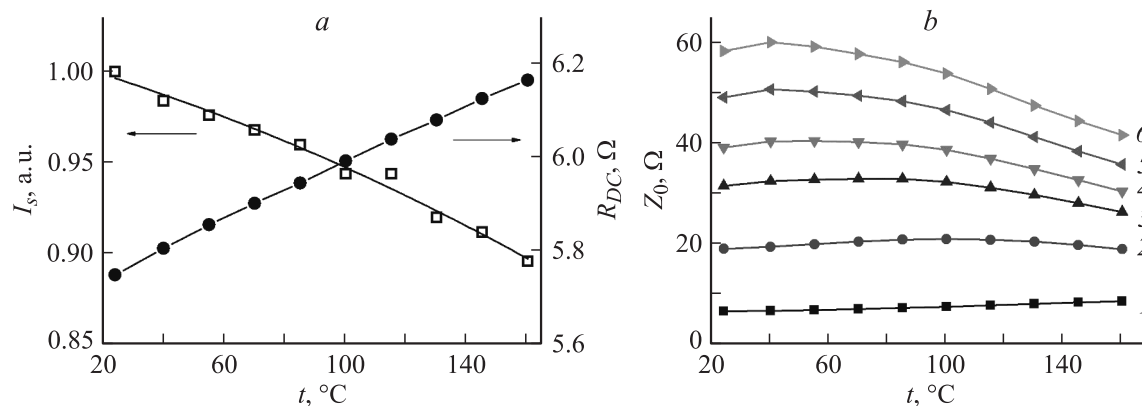


Рис. 1. Температурные зависимости намагниченности насыщения I_s и электросопротивления R_{DC} (а) и начального импеданса Z_0 (б) нанокристаллических лент $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$. Зависимости $Z_0(t)$ получены на частоте переменного тока: 1 — 0.1; 2 — 2; 3 — 8; 4 — 15; 5 — 30; 6 — 50 МГц.

эксплуатационных температур большинства электронных устройств, в которых могут быть использованы датчики на основе МИ-эффекта. Нагрев образца осуществлялся потоком горячего воздуха, температура контролировалась термопарами, расположенными вблизи образца вдоль его длины. Магнитоимпеданс лент сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ исследовался с помощью автоматизированной установки на базе прецизионного анализатора импеданса Agilent 4294А на частоте переменного тока 0.1–50 МГц при постоянном действующем значении силы тока 10 мА. В исследуемом частотном диапазоне относительная погрешность измерения импеданса лежала в интервале 3–5%. Внешнее магнитное поле H вдоль длины образца создавалось парой колец Гельмгольца, его максимальная напряженность H_{\max} составляла 12 кА/м. Магнитоимпедансное отношение (МИ-отношение) рассчитывалось как

$$\frac{\Delta Z}{Z} = \left(\frac{Z(H) - Z(H_{\max})}{Z(H_{\max})} \right) \cdot 100\%. \quad (1)$$

Электросопротивление на постоянном токе R_{DC} измерялось методом двойного моста при силе тока 10 мА.

Нужно отметить, что при температурных исследованиях магнитоимпеданса вследствие различного температурного расширения измерительной ячейки и образца в последнем, в случае жесткой фиксации в измерительной ячейке возникают механические напряжения. Данное обстоятельство заслуживает особого внимания, так как механические напряжения оказывают значительное влияние на магнитоимпеданс аморфных и нанокристаллических материалов [6–9]. Для минимизации данного влияния один из зажимов измерительной ячейки был сделан подвижным.

Результаты

Из дифрактограмм с помощью формулы Шерера средняя величина кристаллитов в образцах была определена

как $D \approx 12.3$ нм. Согласно данным ПЭМ, кристаллиты размером около 10 нм имеют округлую форму и стандартный фазовый состав (основная фаза α -Fe (твердый раствор) + Fe_3Si). Данные ПЭМ и рентгенографических исследований хорошо согласуются с данными, полученными другими авторами на близких составах [10].

Исходя из квазикристаллических петель гистерезиса следует, что изучаемые образцы представляют собой магнитомягкий материал с намагниченностью насыщения около 1.2 Т, очень низкой коэрцитивной силой $H_c \approx 1$ А/м и осью легкого намагничивания, ориентированной вдоль длины ленты.

Из динамических петель гистерезиса установлено монотонное уменьшение намагниченности насыщения I_s с ростом температуры (рис. 1, а). Относительное температурное изменение намагниченности равно $0.06\%/^\circ\text{C}$.

Температурная зависимость электросопротивления лент линейна и обратима во всем исследованном диапазоне температур (рис. 1, а). Температурный коэффициент электросопротивления составляет $5 \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ($3 \cdot 10^{-3} \text{ } \Omega/^\circ\text{C}$).

На частотах ниже 0.5 МГц отмечается монотонный рост начального импеданса Z_0 (импеданс в отсутствие внешнего магнитного поля) с увеличением температуры (рис. 1, б). На частотах выше 0.5 МГц начальный импеданс с ростом температуры изменяется немонотонно. Температурные зависимости $Z_0(t)$ имеют слабо выраженный максимум, который с ростом частоты переменного тока смещается в область меньших температур. Наибольшие температурные изменения Z_0 обнаружены на частотах, близких к 50 МГц, — в температурном диапазоне от 85 до 160 °С температурный коэффициент составляет в среднем $3.5 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ($0.2 \text{ } \Omega/^\circ\text{C}$).

На рис. 2 представлены зависимости МИ-отношения от внешнего поля, полученные при различных температурах. Видно, что при комнатной температуре и частоте переменного тока ниже 8 МГц на зависимостях $\Delta Z/Z(H)$ максимальное значение МИ-отношения наблюдается в нулевом магнитном поле, увеличение

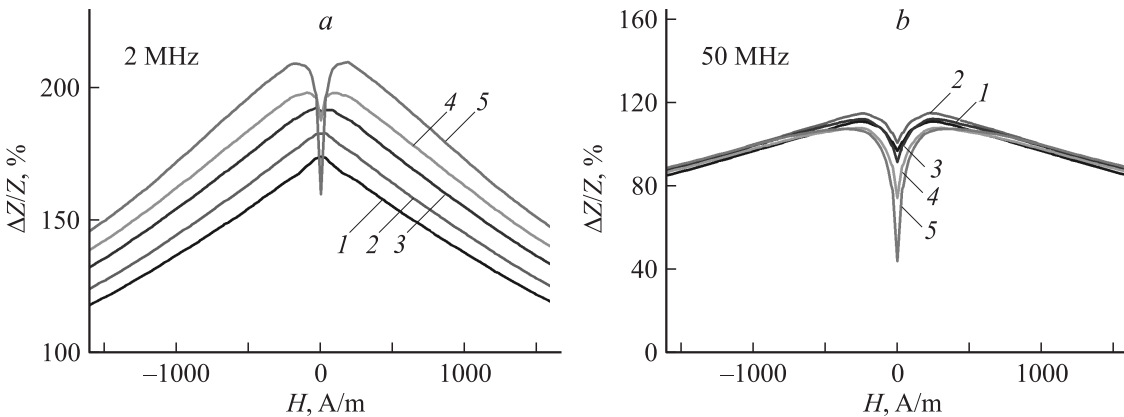


Рис. 2. Зависимости МИ-отношения $\Delta Z/Z$ от внешнего магнитного поля H на частоте переменного тока 2 (а) и 50 МГц (б), полученные при температурах: 1 — 24; 2 — 55; 3 — 85; 4 — 130; 5 — 160°C.

напряженности магнитного поля приводит к монотонному падению величины МИ-отношения, иными словами, зависимость МИ-отношения от внешнего магнитного поля имеет вид „один пик“ [11]. Нагрев приводит к появлению на зависимостях $\Delta Z/Z(H)$ участков, на которых величина МИ-отношения с увеличением напряженности магнитного поля возрастает, т.е. происходит смена характера зависимости $\Delta Z/Z(H)$ от вида „один пик“ к виду „два пика“ (рис. 2, а).

На частотах переменного тока 8 МГц и выше наличие двух пиков на зависимостях $\Delta Z/Z(H)$ прослеживается уже при комнатных температурах. Нагрев приводит к тому, что различие между максимальным и минимальным значениями $\Delta Z/Z(H)$ при рассмотрении вблизи нулевого поля становится более выраженным (рис. 2, б), что согласуется с результатами, полученными на нанокристаллических лентах $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_{2.5}\text{V}_1\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ в работе [5].

Значение величины МИ-отношения $(\Delta Z/Z)_{\max}$, соответствующее максимуму на зависимостях $\Delta Z/Z(H)$, на частотах переменного тока ниже 15 МГц монотонно возрастает с увеличением температуры (рис. 3). На более

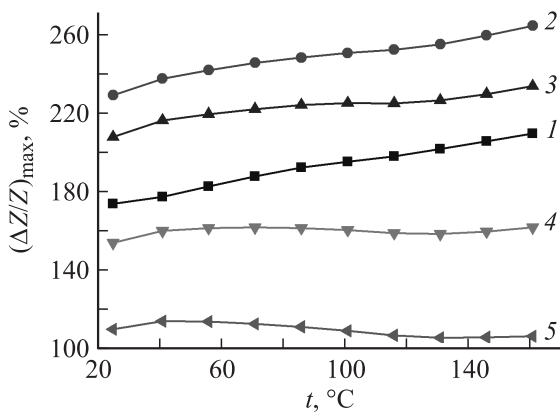


Рис. 3. Температурные зависимости максимальной величины МИ-отношения $(\Delta Z/Z)_{\max}$ лент $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$, полученные на частоте переменного тока: 1 — 2, 2 — 8, 3 — 15, 4 — 30, 5 — 50 МГц.

высоких частотах температурные зависимости МИ-отношения имеют немонотонный характер: в диапазоне температур от 40 до 85°C зависимости имеют максимум, а при температуре от 115 до 145°C — минимум. Отметим, что наибольшие значения $(\Delta Z/Z)_{\max}$ во всем исследованном диапазоне температур наблюдаются на частоте переменного тока около 8 МГц. На частоте переменного тока около 2 МГц температурная зависимость МИ-отношения близка к линейной.

Обсуждение

Импеданс ферромагнитного проводника прямоугольного сечения определяется выражением [12]:

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

где R_{DC} — величина сопротивления на постоянном токе; d — толщина исследуемой ленты; $j = \sqrt{-1}$, $\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_0 \mu_t}}$ — глубина скин-слоя, ρ — удельное электрическое сопротивление, f — частота переменного тока, μ_0 — магнитная постоянная, μ_t — поперечная магнитная проницаемость. Таким образом, температурное изменение импеданса проводника может быть обусловлено изменением и R_{DC} , и μ_t .

Анализ выражения (2) показывает, что в том случае, когда глубина скин-слоя сравнима с толщиной ленты (в рассматриваемом случае это частота менее 1 МГц), температурная зависимость импеданса будет в основном определяться температурной зависимостью сопротивления постоянному току. Действительно, на частотах переменного тока ниже 0.5 МГц Z_0 , как и R_{DC} , с ростом температуры увеличивается (рис. 1, а).

Немонотонный характер зависимостей $Z_0(t)$ на частотах переменного тока выше 0.5 МГц объясняется как температурным изменением сопротивления постоянному току, так и изменением поперечной магнитной проницаемости, при этом чем выше частота переменного тока, тем больше преобладает вклад от магнитной проницаемости.

Согласно опубликованным данным, магнитная анизотропия высокого порядка в аморфных и нанокристаллических материалах наблюдается крайне редко [13]. Это согласуется с результатами магнитных измерений исследуемых образцов, согласно которым они имеют одноосную эффективную анизотропию, ориентированную вдоль длины ленты. Учитывая, что магнитное поле, создаваемое переменным током, направлено перпендикулярно длине образца, поперечная магнитная проницаемость будет определяться процессами вращения векторов намагниченности [14]:

$$\mu_t \sim \frac{I_s^2}{2K}, \quad (3)$$

где K — константа эффективной анизотропии.

Таким образом, нисходящий участок на зависимостях $Z_0(t)$ обусловлен в основном уменьшением намагниченности с ростом температуры (рис. 1). Небольшой рост Z_0 на начальном участке зависимости $Z_0(t)$ может быть вызван ростом поперечной проницаемости вследствие уменьшения эффективной анизотропии при повышении температуры.

Об уменьшении эффективной анизотропии с ростом температуры можно косвенно судить по зависимостям МИ-отношения от внешнего магнитного поля. Выше говорилось, что с ростом температуры происходит смена характера зависимостей $\Delta Z/Z(H)$. Отметим, что при ориентации намагниченности параллельно длине образца должно наблюдаться монотонное уменьшение импеданса с ростом напряженности внешнего магнитного поля. При наличии вклада составляющей намагниченности, перпендикулярной длине образца, с ростом напряженности внешнего магнитного поля будет наблюдаться рост импеданса и по достижении некоторой максимальной величины — его падение. Следовательно, наблюдаемое изменение характера зависимостей $\Delta Z/Z(H)$ с ростом температуры (рис. 2) обусловлено появлением компоненты намагниченности, перпендикулярной длине образца, вследствие уменьшения продольной эффективной анизотропии.

Магнитная анизотропия в нанокристаллических материалах определяется, в частности, анизотропией нанокристаллических зерен и обменным взаимодействием между ними [15,16]. Изменение магнитной анизотропии в нанокристаллическом сплаве при изменении температуры может быть обусловлено следующими факторами: температурное изменение обменного взаимодействия между нанокристаллитами, изменение магнитной анизотропии в нанокристаллических зернах вследствие ее температурной дисперсии и воздействия механических напряжений, возникающих из-за различия в коэффициентах температурного расширения нанокристаллических зерен и остаточной аморфной матрицы. Следовательно, с ростом температуры возможно уменьшение анизотропии и рост ее дисперсии, что согласуется с температурными изменениями импеданса лент и его зависимостей от внешнего магнитного поля.

Заключение

В результате исследования влияния температуры на магнитоимпеданс нанокристаллических лент сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ были получены следующие результаты.

Температурные зависимости начального импеданса исследованных лент имеют немонотонный характер. Максимальное температурное изменение начального импеданса наблюдается на частоте 50 МГц и в диапазоне температур 85–160°C составляет 0.2 $\Omega/^\circ\text{C}$, или 0.5%/°C. При этом зависимость $Z_0(t)$ в указанном диапазоне температур имеет практически линейный характер.

Характер изменения максимальной величины МИ-отношения $(\Delta Z/Z)_{\max}$ с ростом температуры определяется частотой переменного тока. Нужно отметить, что на частоте переменного тока 2 МГц температурное изменение МИ-отношения имеет практически линейный характер.

Изменение начального импеданса, максимального значения МИ-отношения, характера зависимостей МИ-отношения от внешнего магнитного поля с ростом температуры обусловлено температурным изменением электросопротивления лент постоянному току, изменением величины спонтанной намагниченности и особенностей эффективной магнитной анизотропии.

Температурные изменения магнитоимпедансных характеристик лент сплава $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{16.5}\text{B}_6\text{Nb}_3\text{Cu}_1$ необходимо принимать во внимание при разработке на их основе чувствительных элементов датчиков, работающих в изменяющихся температурных условиях. При этом значительная температурная чувствительность магнитоимпеданса может быть использована при разработке датчиков температуры.

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.

Список литературы

- [1] Антонов А.С., Гадецкий С.Н., Грановский А.Б., Дьячков А.Л., Парамонов В.П., Перов Н.С., Прокошин А.Ф., Усов Н.А., Лагарьков А.Н. // ФММ. 1997. Т. 83. № 6. С. 61–71.
- [2] Курляндская Г.В., де Кос Д., Волчков С.О. // Дефектоскопия. 2009. № 6. С. 13–42.
- [3] Kurlyandskaya G.V., Vazquez M., Sinnecker E.H.C.P., Zhukov A.P., Sinnecker J.P., Hernando A., Ghannami M.El. // Texture. Microstruct. 1999. Vol. 32. P. 269–279.
- [4] Vazquez M., Kurlyandskaya G.V., Garcia-Beneytez J.M., Sinnecker J.P., Barandiaran J.M., Lukshina V.A., Potapov A.P. // IEEE Trans. Mag. 1999. Vol. 35. N 5. P. 3358–3360.
- [5] Chen G., Yang X.L., Zeng L., Yang J.X., Gong F.F., Yang D.P., Wang Z.C. // J. Appl. Phys. 2000. Vol. 87. N 9. P. 5263–5265.

- [6] Семиров А.В., Букреев Д.А., Кудрявцев В.О., Моисеев А.А., Гаврилюк А.А. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 11. С. 25–29.
- [7] Жаков С.В., Потанов А.П., Сокол-Кутыловский О.И. // ФММ. 1998. Т. 85. № 3. С. 71–81.
- [8] Radkovskaya A., Rakhmanov A.A., Perov N., Sheverdyaeva P., Antonov A.S. // JMMM. 2002. Vol. 249. P. 113–116.
- [9] Hu J., Qin H., Chen J., Zhang Y. // JMMM. 2003. Vol. 266. P. 290–295.
- [10] Okumura H., Laughlin D.E., McHenry M.E. // JMMM. 2003. Vol. 267. P. 347.
- [11] Chen D.X., Munoz J.L., Hernando A., Vazquez M. // Phys. Rev. B. 1998. Vol. 57. P. 10 699–10 704.
- [12] Kraus L. // JMMM. 1999. Vol. 195. P. 764.
- [13] Kurlyandskaya G.V., Vazquez M., McCord J., Munoz J.L., Garcia D., Potapov A.P. // Phys. Met. Metall. 2000. Vol. 90. N 6. P. 549–556.
- [14] Бозорт Р. Ферромагнетизм. М.: ИИЛ, 1956. С. 648.
- [15] Herzer G. // JMMM. 2005. Vol. 294. P. 99–106.
- [16] Blazquez J.S., Franco V., Conde C.F., Conde A., Ferenc J., Kulik T., Kiss L.F. // J. Appl. Phys. 2009. Vol. 105. P. 093 928-1-8.