МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

АЛАМ САЕД АЛИ ДЖУНАИД

Влияние механических напряжений и температуры на высокочастотный магнитоимпеданс (МИ) в микропроводах из сплавов на основе Co.

1.3.8. Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
Д. физ.-мат. наук Панина Лариса Владимировна

Москва, 2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

ГЛАВА 1: ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР 12
1.1. Аморфные микропровода 12
1.2. Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов (АФМ) 14
1.2.1. Магнитная анизотропия 14
1.2.2. Доменная структура и магнитострикция 16
1.2.2.1. Отрицательная магнитострикция 16
1.2.2.2. Почти нулевая магнитострикция 17
1.2.2.3 Положительная магнитострикция 18
1.2.3. Петли Гистерезиса (ПГ) 18
1.3. Магнитоимпеданс (МИ) в АФМ 21
1.3.1. Режим МИ на низких частотах 22
1.3.2. Режим МИ на средних частотах 23
1.3.3. Режим МИ на высоких частотах ($\delta << a$) 24
1.4. Влияние термообработки на магнитную структуру АФМ 25
1.5. Влияние механических напряжений на магнитные свойства АФМ и МИ 26
1.6. Влияние температуры на магнитные свойства и МИ 27
1.7. Практические применения АФМ 27
1.7.1. Датчики механических напряжений 27
1.7.2. Полевые датчики 28
1.7.3. Датчики температуры 28
ГЛАВА 2: МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ 30
2.1. Образцы микропроводов 30
2.3. Структурные исследования с помощью ДСК (Дифференциальная сканирующая калориметрия) 32
2.4. Измерения кривых намагничивания 32
2.5. Измерение импеданса 33

2.6. Измерение импеданса под воздействием механических напряжений 36
2.7. Измерение магнитных свойств и импеданса при различных температурах 36
ГЛАВА 3: КАЛИБРОВКА ВЕКТОРНОГО АНАЛИЗАТОРА ЦЕПЕЙ (VNA) 37
3.1. Основные понятия 37
3.2. Источники регулярных ошибок в VNA 38
3.3. Процедуры калибровки и измерения 41
3.3.1. Сценарий 1: 2-Порт калибровка с SOLT файлами и 2-Порт измерения 42
3.3.2. Сценарий 2:Идеальная 2-Порт калибровка без SOLT файлов и 2-Порт измерения на печатных платах 43
3.4. Тестирование сценариев калибровки в модельных сетях 45
3.4.1. Тестирование сценариев 1 и 2 для дисперсии 47
3.4.2. Тестирование сценариев 1 и 2 для полевой зависимости 54
3.5. Аналитические модели калибровочных эталонов: экспериментальная верификация простейшего случая 55
3.6. Процедуры расчета временной задержки и фазового искажения 57
ГЛАВА 4: РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ 60
4.1. Стресс- МИ на повышенных частотах (ГГц область) 60
4.1.1. DC свойства АФМ из сплавов на основе Co 60
4.1.2. Эволюция МИ характеристик с различной магнитной структурой при увеличении частоты 64
4.1.3. Влияние растягивающего напряжения на импеданс 69
4.2. Влияние температуры на МИ (вблизи температуры Кюри, T_c) на повышенных частотах (ГГц область) 75
4.2.1. Влияние температуры на петли гистерезиса вблизи Tc 76
4.2.2. Влияние температуры на МИ при подходе к T_c 78
ЛИТЕРАТУРА 87
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ 99

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы:

Ферромагнитные микро и нано провода широко исследуются [1,2], что связано с рядом практически важных физических эффектов, которые в них обнаружены, одним из которых являестя магнитоимпеданс (МИ) [3,4]. На основе МИ эффекта разработаны миниатюрные сенсорные элементы для детектирования сверхмалых магнитных полей [5,6]. Также, было предложено использовать МИ микропровода как сенсорные компоненты функциональных материалов [7-9]. В микропроводах на основе Co, имеющих хорошо определенную циркулярную анизотропию, изменение импеданса при воздействии слабых магнитных полей достигает 600%, что позволило достичь разрешения по полю до 1 пТ/Гц$^{1/2}$. Такой уровень детектирования магнитного поля достаточен для применений в био-медицине, например, для магнитокардиографии [10]. В зависимости от геометрии, состава, внутренней структуры (аморфная или нанокристаллическая) микропровода могут иметь значительную чувствительность процессов намагничивания к воздействию других внешних факторов, таких как механические напряжения и температура [11,12], что приводит к широкой возможности управления с помощью этих факторов высокочастотной магнитной динамикой и МИ.

Исследования подтверждают, что импеданс в магнитомягких микропроводах показывает значительные изменения под воздействием внешнего поля и на ГГц частотах [13,14], что представляет огромный интерес для усовершенствования МИ сенсоров [15], а также для разработки новых встраиваемых беспроводных сенсорных элементов [16-19]. Так, в недавней работе [20] отмечается изменение импеданса до 60% в $Co_{68.7}Fe_4Si_{11}B_{13}Ni_1Mo_{2.3}$ аморфных микропроводах при воздействии магнитного поля 2.5 Э при частоте 7 ГГц.

На микроволновых частотах ферромагнитный микропровод конечной длины представляет собой электрический диполь. Его взаимодействие с микроволновым излучением определяется поверхностным импедансом и,

следовательно, может контролироваться путем изменения магнитных свойств. Следовательно, на ГГц частотах возможно воздействовать на электрический момент с помощью изменения в магнитной структуре, что может быть охарактеризовано как динамический магнитоэлектрический эффект [21,22]. Это дает новое направление в развитии магнитоэлектрических материалов, в которых возможно воздействовать на электрическую поляризацию с помощью изменения магнитного момента. Использование ферромагнитных микропроводов, обнаруживающих МИ эффект на ГГц частотах, позволит формировать композитные материалы, в которых эффективная диэлектрическая проницаемость зависит от магнитной структуры микропроводов, то есть может изменяться под действием внешних факторов, влияющих на МИ.

Для развития данного направления необходимо разработать прецизионные методики высокочастотных измерений импеданса микропровода при воздействии различных факторов. Кроме сенсорных приложений импедансные спектры могут быть использованы для определения поверхностного импеданса, с помощью которого возможно моделирование электродинамических параметров различных функциональных композитных материалов.

Цель работы:

Общая цель работы заключается в исследовании микроволнового импеданса в ферромагнитных микророводах в присутствии внешних воздействий (магнитного поля, механических напряжений и температуры).

Основные задачи:

В работе ставились следующие **конкретные задачи**:

1. Разработка прецизионных методов измерения импеданса аморфных микропроводов в ГГц-ой области частот.
2. Исследование влияния механических напряжений на магнитоимпедансные характеристики микропроводов; установление механизмов изменения импеданса при изменении магнитной структуры и

определение условий получения высокой чувствительности импеданса к воздействию механических напряжений в области частот 0.1-2 ГГц.

3. Исследование поведения магнитоимпеданса вблизи температуры Кюри. Определение особенностей температурного поведения магнитоимпеданса в микропроводах с различной анизотропией. Определение частотной области значительного изменения импеданса при подходе к T_c.

Объекты исследования:

В работе исследовался МИ образцов микропровода в аморфном или частично кристаллическом состоянии, произведенные методом Тейлора-Улитовского в стеклянной оболочке и любезно предоставленные компанией MIFI ltd, Кишинев. Рассматривались сплавы с высокой температурой Кюри (T_c) (более 300 ℃) и низкой T_c (<80 ℃). К первой группе относятся составы $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ и $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$. Сплавы второй группы- $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ (T_c = 48 ℃) и $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ (T_c = 61 ℃). Общий диаметр варьировался в пределах $25 - 45\ \mu m$, и диаметр металлической жилы- $14 - 35\ \mu m$.

Научная новизна:

Исследования в области эффекта магнитоимпеданса привели к разработке миниатюрных сенсоров слабого магнитного поля, операционная частота которых лежит в МГц области частот. Между тем представляет интерес увеличить операционную частоту как для увеличения чувствительности и быстродействия МИ сенсоров, так и для разработки инновационных беспроводных сенсорных элементов. Это требует прецизионных исследований поведения МИ на повышенных частотах- до нескольких ГГц. Хотя были предложены некоторые методы измерения импеданса единичного ферромагнитного микропровода на ГГц частотах [23], но они не позволяли определить абсолютную величину импеданса. Также, важно было измерить импеданс при воздействии различных факторов, что требует использования специальных ячеек. Нами предложена специальная процедура калибровки

микрополосковых линий для определения импедансных спектров, которая может быть использована для измерений в присутствии внешних напряжений и при наличии температурной камеры.

Большое значение имеет достижение значительной чувствительности импеданса по отношению к механическим напряжением, в частности, без использования дополнительного поля смещения. В традиционных МИ материалах с циркулярной анизотропией это не представлялось возможным. На основе анализа механизмов зависимости импеданса ферромагнитного проводника от магнитной структуры, магнитной анизотропии и внешнего магнитного поля была впервые достигнута высокая чувствительность импеданса к внешним растягивающим напряжениям без использования дополнительного поля смещения на повышенных частотах. Например, в частично кристаллических микропроводах, подвергнутых токовому отжигу, за счет усиления магнитоупругой анизотропии наблюдалось увеличение импеданса на 300% под действием механических напряжений 450 МПа на частоте 2 ГГц в нулевом поле.

Большой интерес представляют исследования МИ при температурах близких к температуре Кюри, поскольку при этом резко изменяются магнитные параметры: намагниченность насыщения, магнитная анизотропия, магнитострикция. Соответственно, можно ожидать значительного изменения импеданса вблизи T_c. Впервые были получены МИ характеристики в зависимости от температуры при подходе к T_c на ГГц частотах для микропроводов с анизотропией двух типов- аксиальной и циркулярной.

Практическая ценность работы:

Результаты диссертационной работы могут найти применение для разработки высокочувствительных миниатюрных магнитных датчиков, а также датчиков механических напряжений и температуры. На основе полученных результатов могут быть разработаны нестандартные концепции встраиваемых сенсорных элементов, основанных на динамическом магнитоэлектрическом

эффекте, для внедрения в различные среды для мониторинга их внутреннего состояния. В случае композитных материалов это необходимо для ранней диагностики начала деградационных процессов. Такие сенсорные элементы могут также использоваться в медицине, например, в имплантатах, для анализа причин отторжения или ослабления. При этом возможности известных методов контроля существенно отстают от требований надежности и безопасности эксплуатации. В первую очередь это связано с двумя факторами: низкой чувствительностью используемых измерительных методов и недостаточным пространственным разрешением. Сенсорные элементы на основе микронных ферромагнитных проводов могут быть установлены внутри и на поверхности материалов и конструкций, и производить сканирование ряда физических параметров, таких как локальные температура, механические напряжения и микродефекты за счет соответствующего изменения высокочастотного импеданса. В конфигурации магнито-дипольной поляризации с использованием МИ эффекта (в зависимости от механических напряжений или температуры) не требуется использование электрических соединений, что позволяет осуществить беспроводное сканирование.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

1. Адаптированная SOLT калибровка с использованием разработанных микрополосковых ячеек позволяет проводить прецизионные измерения импедансных спектров изолированных ферромагнитных микропроводов при воздействии магнитного поля, механических напряжений и температуры.
2. На основе исследования высокочастотного магнитоимпеданса аморфных и частично кристаллизованных микропроводов из сплавов на основе кобальта, определены основные механизмы достижения значительного изменения импеданса под действием механических напряжений, которые связаны с переориентацией статического магнитного момента и сдвигом частоты ферромагнитного резонанса.

3. Максимальная чувствительность импеданса к механическим напряжениям (более 60% на 100 МПа) на ГГц частотах достигается в частично кристаллических микропроводах, подвергнутых токовому отжигу, за счет усиления магнитной анизотропии, обусловленной магнитоупругими взаимодействиями.
4. Магнитоимпедансные характеристики аморфных микропроводов значительно изменяются (до 78% на частотах 0,1- 1,5 ГГц) при изменении температуры вблизи температуры Кюри, T_c , причем в случае осевой анизотропии значительное уменьшение импеданса при подходе к T_c наблюдается вне зависимости от воздействия магнитного поля, тогда как в проводах с циркулярной анизотропией изменение импеданса более значительно в присутствие внешнего поля.

Достоверность результатов работы:

Результаты получены с использованием современного измерительного и аналитического оборудования. Микроволновые измерения выполнены с использованием векторного анализатора цепей (модель Hewlett-Packard 8753E). Автоматизация измерений была выполнена с использованием программного пакета Agilent/Keysight VEE. Были также разработаны микроволновые PCB ячейки с использованием стандартных материалов, свойства которых остается стабильными до температур порядка 150 °C (максимальные температуры в данной работе не превышали 70 °C). Для исследования структурных характеристик использовали ДСК (DSC 204F1, Netzsch Instrumentation), XRD (D8 ADVANCE ECO: излучение CuK, = 0,1540 нм). Для нагрева образца микропровода в лаборатории (НИТУ «МИСиС») была разработана термоизолированная камера, производящая равномерный нагрев и управляемая переключателем.

Результаты работы опубликованы в журналах с высоким импакт фактором, в том числе входящих в Q1- Q2. Результаты докладывались на международных и российских конференциях в области научного исследования данной работы.

Личный вклад автора:

Автор выполнил критический анализ литературы по теме диссертационной работы, принимал участие в обсуждении постановок задач, выполнил значительный объем экспериментальных исследований (подготовка образцов, выполнение отжига током, измерение петель гистерезиса, микроволновые измерения), принимал участие в разработке теоретических моделей, формировании научных положений и выводов, обработке и обобщении полученных результатов, написании публикаций.

Апробация работы:

Результаты работы представлялись на следующих российских и международных конференциях:

1. EastMag 2022, 22-26 августа 2022 г., Казань.
2. World Nano 2021, 19-21 апреля 2021 г., Орландо, США | Виртуальное мероприятие.
3. International Magnetic Online Conference Intermag-21, 26-30 апреля 2021 г., Лион, Франция.
4. Joint European Magnetic Symposia (JEMS 2019), август 2019 года, Уппсала, Швеция.
5. The III International Baltic Conference on Magnetism (IBCM), 18-22 августа 2019 г., г. Светлогорск, Россия.
6. The 18th International Workshop on Magnetic Wires (IWMW-2019), 21 - 22 августа, 2019 г., г. Светлогорск (Калининградская область, Россия).

Публикации:

По результатам исследований данной диссертационной работы за период 2019-2022 гг. опубликовано 4 научных статьи в научных зарубежных журналах. Все публикации включены в базу данных WOS/SCOPUS.

Структура и объем диссертации:

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы и списка публикаций. Вся работа изложена на 99 страницах, содержит 39 рисунков, 1 таблицу и 107 литературных ссылок.

ГЛАВА 1: ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

В данной главе представлен литературный обзор на тему аморфных микропроводов, особенностях технологии их получения, структурных и магнитных свойств, а также практического применения.

1.1. Аморфные микропровода

Аморфные микропровода привлекают значительное внимание исследователей, поскольку они проявляют несколько физических эффектов, которые важны для таких применений, как магнитные датчики, используемые в самых различных областях от автомобилестроения и систем безопасности до биомедецины [24-28]. Аморфная структура и отсутствие магнитокристаллической анизотропии позволяют реализовать превосходные магнитомягкие свойства, что важно для увеличения чувствительности магнитных сенсоров [29-31]. С другой стороны, использование микропроводов согласуется с тенденцией миниатюризации магнитных сенсорных элементов [32].

Аморфные микропровода могут быть получены различными способами [33]. В данной работе все исследования проведены с микропроводами в стеклянной оболочке, полученными модифицированным методом Тейлора-Улитовского. Наличие стеклянной оболочки создает упорядоченные внутренние напряжения, что важно для формирования хорошо выраженной одноосной анизотропии. В них наблюдаются такие эффекты, как магнитная бистабильность и эффект гигантского магнитоимпеданса (МИ). Данная технология позволяет получать микропровода с диаметром магнитного сердечника в широких пределах- от субмикронных размеров до 30-50 микрон. С помощью других технологий невозможно получить микропровода с диаметром в несколько микрон из-за высокой поверхностной энергии жидкого металла.

В 1924 г. Г. Ф. Тейлором был предложен первый простой метод получения аморфных микропроводов со стеклянным покрытием [34]. В начале 1960-х годов эта технология была значительно модифицирована Улитовским и в настоящее

время известна как метод Тейлора-Улитовского. Этот метод позволяет производить большие количества таких микропроводов. В последние несколько лет интерес к ферромагнитным микропроводам значительно вырос благодаря их практическому применению в качестве сенсорных элементов в различных устройствах [35,36]. Соответственно, большое количество научных работ посвящено технологии и магнитным свойствам аморфных микро- и нанопроводам, полученым по методу Тейлора-Улитовского [37–47]. Эта техника основана на прямом литье из расплава. Несколько граммов мастер-сплава со специфическим составом помещают в стеклянную трубку, которая разогревается индукционным методом. При определенной температуре происходит образование капли расплава. Пока металл размягчается, стеклянная трубка рядом с расплавленным металлом также размягчается, тем самым «обволакивая» металлическую каплю. После этого из размягченного стекла извлекают стеклянный капилляр и заворачивают на вращающуюся бобину. Расплавленный металл заполняет стеклянный капилляр при определенных условиях вытягивания, образуя провод с полностью металлическим сердечником, покрытым вокруг стеклянной оболочкой. Образцы микропровода показаны на рисунке 1.

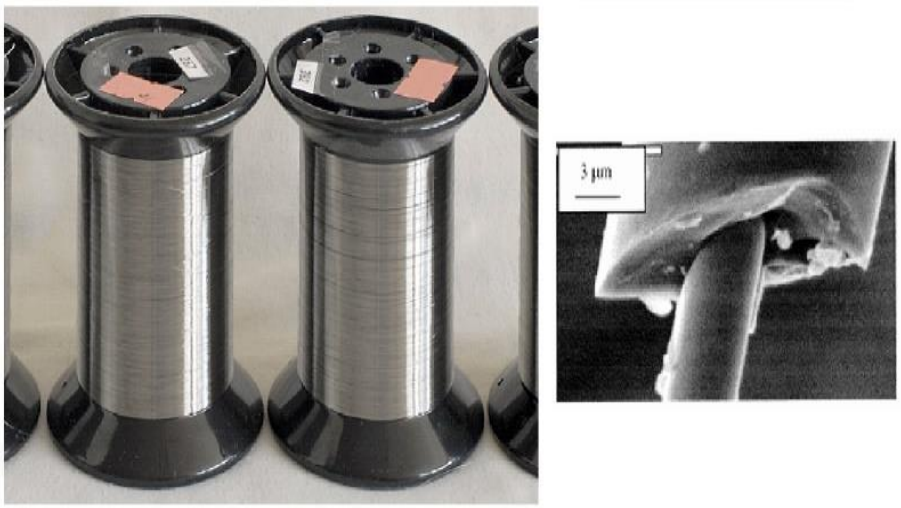


Рисунок 1- Образцы микропроводов на бобинах. Слева- электронная фотография среза микропровода.

1.2. Магнитные свойства аморфных ферромагнитных микропроводов (АФМ)

Как правило, химический состав микропровода является ключевым для определения магнитных свойств, таких как кривые намагниченности, магнитная проницаемость, коэрцитивность и магнитная анизотропия [48]. Это связано с тем, что магнитные свойства во многом определяются константой магнитострикции, знак которой в сплавах на основе Co определяется добавлением Fe или Mn. Например, при увеличении содержания Fe выше нескольких процентов происходит изменение знака магнитострикции с отрицательного на положительный. Поскольку внутреннее напряжение растягивающее, при этом происходит смена циркулярной анизотропии на осевую. Пример магнитной структуры в микропроводах с положителной магнитострикцией представлен на рисунке 2.

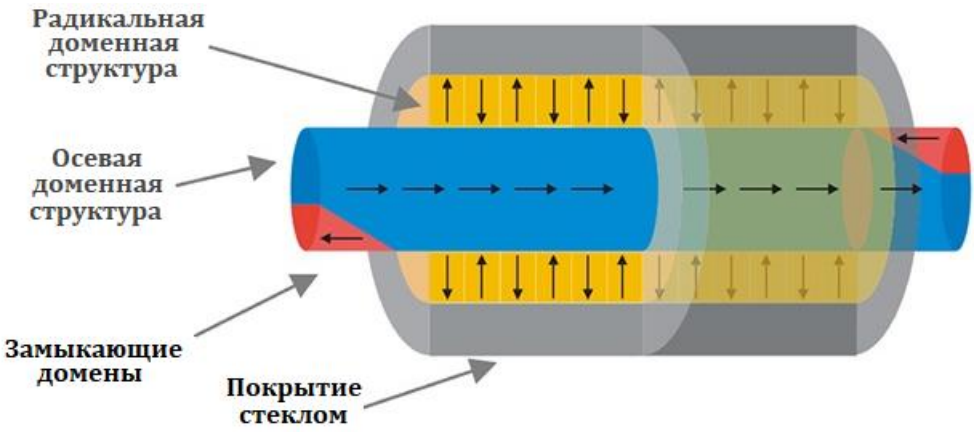


Рисунок 2 - Магнитная структура аморфного микропровода.

1.2.1. Магнитная анизотропия

Термин «магнитная анизотропия» относится к влиянию кристаллической структуры и формы кристаллитов на направление намагниченности. Магнитные свойства определяются предпочтительным направлением, известным как ось магнитной анизотропии. Соответственно, магнитная анизотропия оказывает значительное влияние на магнитные свойства, такие как кривые гистерезиса, коэрцитивность, остаточная намагниченность в любом магнитном материале.

Энергия, необходимая для намагничивания ферромагнитного кристалла, зависит от направления приложенного магнитного поля относительно осей кристалла, что приводит к «твердому» и «легкому» направлениям намагниченности. По сравнению с объемными материалами, направления анизотропии в тонкопленочных материалах могут существенно зависить от способа их получения [49]. Общий вид кривой магнитного гистерезиса представлен на рисунке 3.

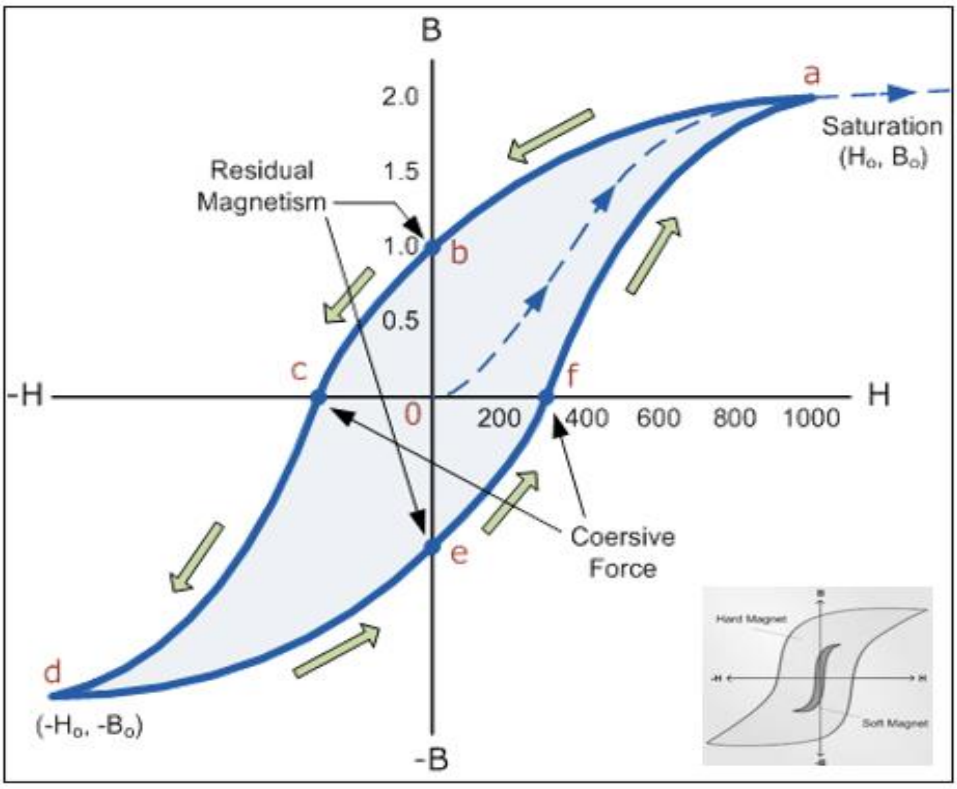


Рисунок 3 - Общий вид кривой магнитного гистерезиса, где указаны основные параметры – коэрцитивная сила, остаточная намагниченность, намагниченность насыщения.

Дипольное взаимодействие и спин-орбитальное взаимодействие являются двумя основными источниками магнитной анизотропии. Из-за дальнего характера дипольного взаимодействия оно вносит основной вклад в анизотропию, которая сильно зависит от формы образца. Направление намагниченности, с другой стороны, не влияет на общую энергию электрон-спиновой системы, если спин-орбитальные и дипольные взаимодействия

отсутствуют. Ориентация спина электрона, который связан с орбитой через спин-орбитальное взаимодействие, будет изменяться в присутствии магнитного поля. Орбита тесно связана с кристаллической решеткой, поэтому поворот спина относительно кристаллических осей требует затрата энергии. Это определяет магнитокристаллический вклад в анизотропию. Магнитоупругая или магнитострикционная анизотропия, создаваемая в напряженной системе, также обусловлена спин-орбитальным взаимодействием, которое вызвано искажением решетки между соседними слоями в многослойной системе [48].

1.2.2. Доменная структура и магнитострикция

Доменная структура любого ферромагнитного материала коррелирует с минимальной свободной энергией, которая характеризуется как сумма энергии магнитной анизотропии, магнитостатической энергии полей рассеяния, магнитоупругой энергии и энергии обменного взаимодействия. Магнитоупругие взаимодействия составляют большую часть общей энергии в аморфных ферромагнетиках в виде микропроводов. Величина и знак коэффициента магнитострикции таким образом влияют на доменную структуру.

1.2.2.1. Отрицательная магнитострикция

Аморфные микропровода из сплавов на основе Co характеризуются относительно высокой и отрицательной магнитострикцией. Поскольку внутренние напряжения являются растягивающими, ось легкого намагничивания соответствует циркулярному направлению (перпендикулярно направлению растяжения) [50]. Схематически круговая доменная структура показана на рисунке 4.

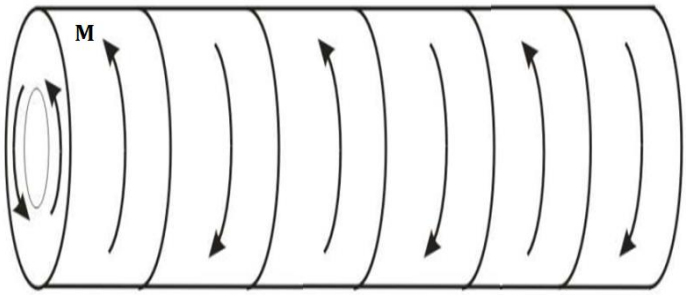


Рисунок 4 - Схема круговой доменной структуры в аморфных микропроводах с отрицательной магнитострикцией.

1.2.2.2. Почти нулевая магнитострикция

При небольшом увеличении содержания Fe в сплавах на основе Co (больше, чем 1/14) коэффициент магнитострикции меняет знак с отрицательного на положительный. В окрестности этого значения магнитострикция почти нулевая (порядка 10^{-7}), но может сохранять отрицательный знак. Тогда магнитоупругая анизотропия хотя и мала, но по-прежнему задает циркулярное легкое направление намагниченности в поверхностной области. Соответственно, вблизи поверхности остается циркулярная доменная структура, а внутри формируются домены с осевой намагниченностью, как показано на рисунке 5 [51].

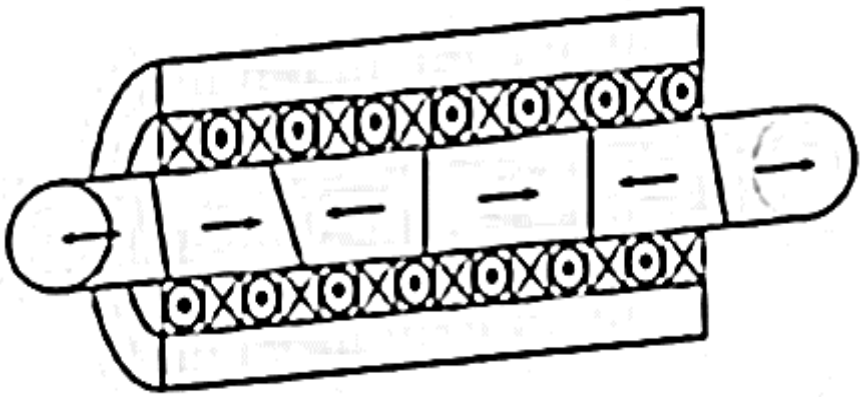


Рисунок 5 - Схема доменной структуры аморфных микропроводов с низкой отрицательной магнитострикцией. Направления намагниченности во внешней области- вдоль окружности, во внутренней – вдоль оси.

1.2.2.3 Положительная магнитострикция

Аморфные микропровода из сплавов на основе Fe имеют положительную магнитострикцию порядка 10^{-6}. Как показано на рисунке 6 [52], доменная структура в этом случае может состоять из относительно большого домена во внутреннем слое с осевой анизотропией, который окружен радиальной доменной структурой. Это означает, что процесс перемагничивания, когда магнитное поле изменяется, например, из отрицательного в положительное направление, происходит скачком при некотором поле, называемым полем переключения H^*. Величина поля переключения зависит от различных факторов, например, от механических напряжений, частоты поля перемагничивания, температуры.

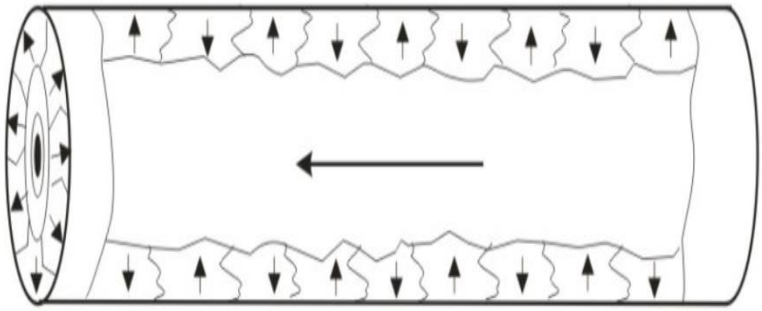


Рисунок 6. Схематическое представление доменной структуры аморфных микропроводов с небольшой положительной магнитострикцией.

1.2.3. Петли гистерезиса (ПГ)

Петля гистерезиса или кривая гистерезиса генерируется соотношением между магнитным полем *B* и напряженностью поля *H*. Все ферромагнитные материалы, как правило, имеют гистерезис при определенном направлении магнитного поля. Когда ферромагнитные материалы подвергаются воздействию магнитного поля, возможны два основных процесса: вращение намагниченности и движение доменных стенок [53-54]. Связь между *B*-*H* определяется следующим образом:

$$\boldsymbol{B} = \mu_0 \boldsymbol{H} + \boldsymbol{M} \qquad (1)$$

Где μ_0 обозначает магнитную проницаемость вакуума, $\boldsymbol{M}$ — намагниченность.

Особенности кривых намагниченности зависят от доменной структуры и направления приложенного поля. Например, круговая доменная структура (при отрицательной магнитострикции) приводит к почти линейной петле гистерезиса с выходом на насыщение в поле вдоль оси провода (рис. 7). В данном случае происходит вращение намагниченности от кругового направления к осевому. Эти типы магнитных материалов лучше всего подходят для изготовления миниатюрных датчиков и трансформаторов.

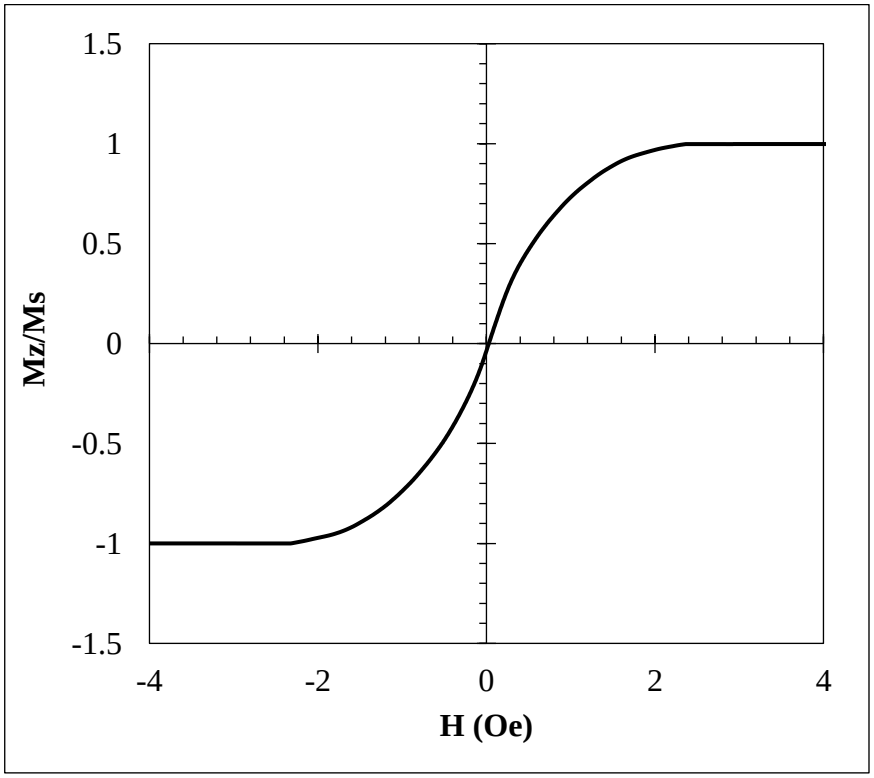


Рисунок 7 – Кривая намагниченности ферромагнитного микропровода с круговой доменной структурой.

Для сплавов с низкой магнитострикцией петля гистерезиса имеет S-образную форму с небольшим гистерезисом за счет движения осевых доменных стенок [55], как показано на рисунке 8. Поскольку магнитострикционная анизотропия мала, реализуется очень высокая начальная восприимчивость.

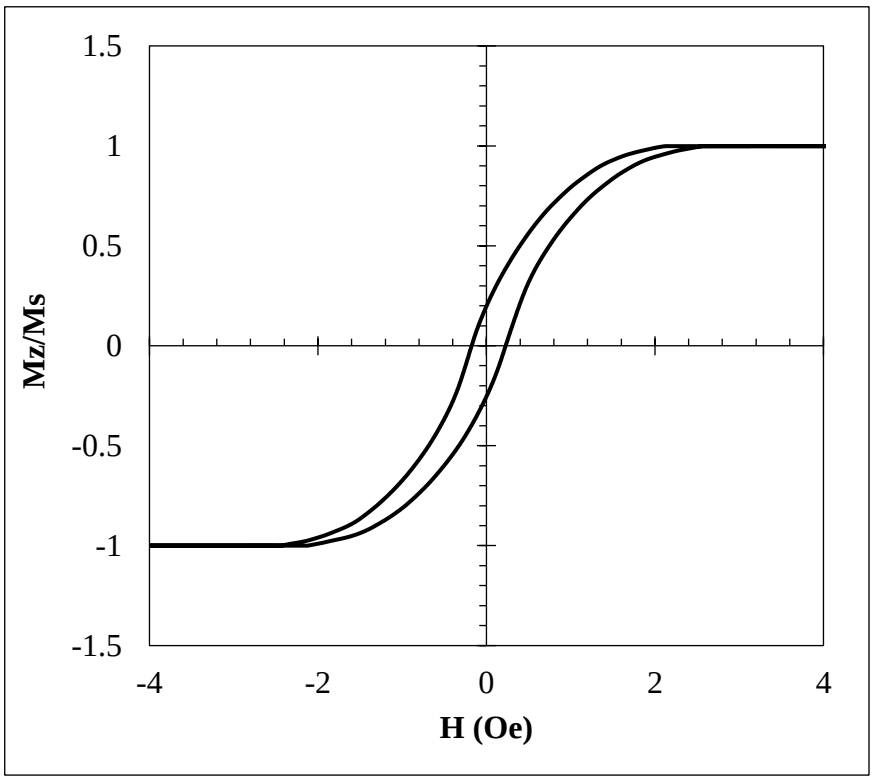


Рисунок 8 – Петля гистерезиса ферромагнитного микропровода с круговой доменной структурой на поверхности и осевой доменной структурой в центре провода.

Кривая гистерезиса микропроводов из сплавов на основе железа с положительной магнитострикцией имеет прямоугольную форму (см. рисунок 9). Это означает, что намагниченность может иметь два устойчивых значения ($\pm M_s$, M_s-намагниченность насыщения), переходы между которыми осуществляются скачком. Такое явление получило название магнитной би-стабильности. Поскольку поле переключения зависит от внешних воздействий, такие провода также используются для разработки миниатюрных сенсорных элементов.

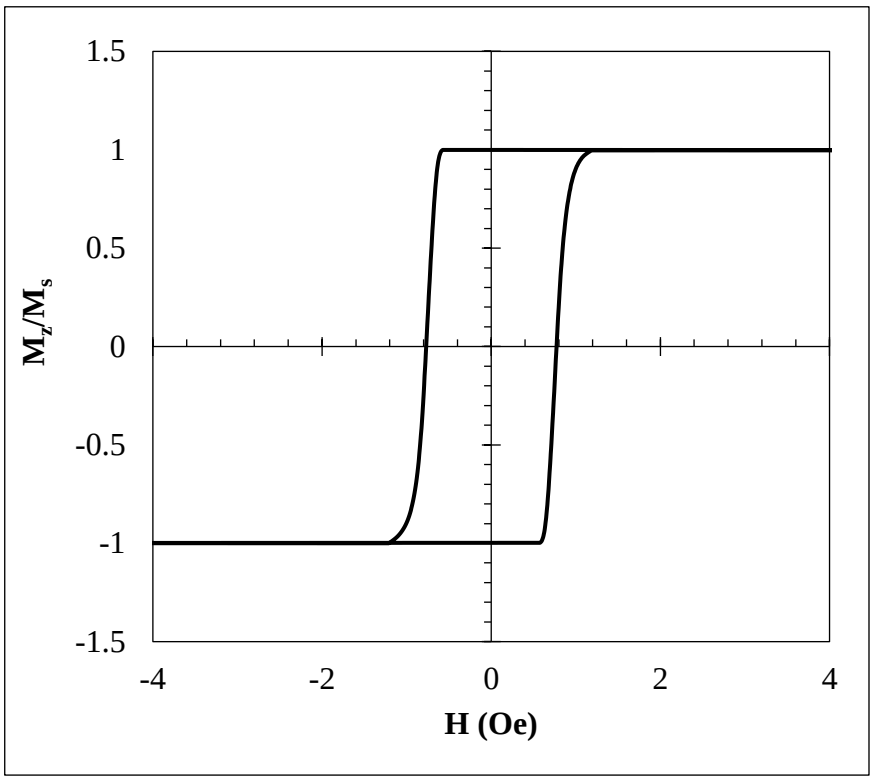


Рисунок 9 – Петля гистерезиса ферромагнитного микропровода с осевыми доменами в центральной области и радиальными доменами вблизи поверхности.

1.3. Магнитоимпеданс (МИ) в АФМ

При повышенных частотах электрическое напряжение, измеряемое на концах ферромагнитного образца, может значительно изменяться под действием магнитного поля. С практической точки зрения этот эффект сопоставим с гигантским магнитосопротивлением, что вызвало большой интерес. В случае переменного тока происходит изменение импеданса в результате воздействия магнитного поля, поэтому этот эффект получил название магнитоимпеданс (МИ) [50]. Импеданс образца Z может быть выражен как сумма его реальной составляющей R и мнимой составляющей X [56].

$$Z = R + iX \qquad (2)$$

Распределение переменного тока внутри провода с определенной доменной структурой может быть использовано для расчета импеданса. В приближении эффективной среды микроскопические вихревые токи, i_{mi}, созданные движущимися доменными стенками, концентрируются вблизи стенок

и обнуляются внутри доменов. Таким образом, проблема может быть сведена к однородной среде, которая характеризуется эффективной магнитной проницаемостью, включающей в себя магнитные моменты, обусловленные i_{mi}. Далее, импеданс магнитного провода определяется из решений уравнения Максвелла для распределения электрических и магнитных полей [51].

При повышенных чстотах ток концентрируется на поверхности проводника, что известно как скин-эффект. МИ основан на том, что в случае сильного скин-эффекта импеданс обратно пропорционален $\sqrt{\delta}$, где δ – величина скин-слоя. Этот параметр определяется из экспоненциального затухания электрических полей внутри проводника. Сильный скин эффект определяется условием $\delta << a$, где a – радиус провода. Величина скин-слоя для провода с однородной магнитной проницаемостью μ и электрической проводимостью σ определяется уравнением

$$\delta = [2/ \omega \sigma \mu]^{1/2} \qquad (3)$$

В уравнении (3), ω - круговая частота. В зависимости от частоты переменного тока выделяют три режима МИ:

- Низкие частоты (10-100 кГц) - магнитоиндуктивность
- Средние частоты (1-100 МГц) - МИ
- Высокие частоты (> 100 МГц) – МИ и магнито-дипольный эффект

1.3.1. Режим МИ на низких частотах

При невысоких частотах скин-эффект несущественен, то есть ток однородно распределен внутри провода. Изменение импеданса в первую очередь связано с изменением внутренней индуктивности проводника. Это известно как магнитоиндуктивный эффект, а напряжение, которое возникает в образце, называется магнитоиндукционным напряжением V_L.

$$V = IR + V_L \qquad (4)$$

В уравнении (4), V – измеряемое напряжение на проводнике, I — сила тока, R - сопротивление постоянному току.

Индуктивное напряжение V_L пропорционально частоте тока и эффективной магнитной проницаемости в циркулярном направлении μ_φ. В проводах с циркулярной магнитной структурой величина μ_φ может достигать значений порядка 10^5, что обусловлено смещением круговых доменных стенок в магнитном поле, генерируемом током. Внешнее осевое магнитное поле, разворачивающее намагниченность вдоль оси, приводит к резкому падению циркулярного магнитного потока, а значит μ_φ и V_L. На частоте 10 кГц, отношение $V_L/\ V$ достигает нескольких процентов, и индуктивная компонента легко может быть измерена с помощью мостиковых схем. Следует отметить, что, измеряя индуктивное напряжение, можно восстановить циркулярную петлю намагничивания, из анализа которой можно определить такие параметры, как начальную проницаемость, максимальную дифференциальную проницаемость. Поведение этих параметров может быть различно при разных условиях возбуждения, что представляет интерес для оптимизации эксперимента.

1.3.2. Режим МИ на средних частотах

При увеличении частоты в МГц область наблюдается изменение полного напряжения под действием внешнего магнитного поля, включая действительную и мнимую части. При таких частотах глубина скин-слоя должна быть порядка или несколько меньше радиуса провода (δ ~a). Для провода кругового сечения с однородной и скалярной магнитной проницаемостью импеданс определяется из точного решения уравнений Максвелла для электрического и магнитного полей. Справедлива следующая формула [22]:

$$Z = R\frac{(ka)J_0(ka)}{J_1(ka)}, \qquad k = \frac{1+i}{\delta} \tag{5}$$

В уравнении (5) i-мнимая единица, J_0, J_1 – функции Бесселя нулевого и первого порядков. Можно показать, что уже при умеренном скин-эффекте (δ <~a)

изменение магнитной проницаемости на порядок приводит к существенным изменениям в импедансе. Следует отметить, что в этой области частот основной вклад в магнитную проницаемость вносят процессы вращения намагничинности. Поэтому в случае циркулярной магнитной структуры проницаемость увеличивается при воздействии внешнего магнитного поля. Интересно отметить, что при релаксационной дисперсионной зависимости магнитной проницаемости, что справедливо для доменных процессов, при увеличении частоты основной вклад в импеданс дает резистивная компонента.

1.3.3. Режим МИ на высоких частотах (δ <<a)

При условии сильного скин-эффекта (δ <<a) уравнение (5) имеет следующее асимптотическое приближение

$$Z = R\frac{a}{2\delta}$$

Это означает, что полный импеданс пропорционален $\sqrt{\mu}$. Более точный анализ показывает влияние статической намагниченности и импеданс пропорционален $\sqrt{\mu}\ (\cos\theta)^2$, где θ – угол между статической намагниченностью и осью провода. В этой области частот необходимо учитывать полную дисперсию магнитной проницаемости, обусловленную ферромагнитным резонансом. Оценки показывают, что значительное изменение импеданса (порядка100%)сохраняется на ГГц частотах, которые в слабых магнитных полях соответствуют «хвосту» ферромагнитного резонанса. Если модуль магнитной проницаемости все еще больше нескольких единиц, то сильная зависимость импеданса от поля наблюдается в области малых полей, при которых происходит поворот намагниченности от циркулярного направления к оси.

На ГГц частотах реализуется также магнито-дипольный эффект [22]. Короткий провод является микроантенной, электрический дипольный момент которой зависит от магнитных свойств через импеданс. Это представляет интерес для разработки встраиваемых сенсорных элементов.

1.4. Влияние термообработки на магнитную структуру АФМ

В аморфных ферромагнетиках магнитокристаллическая анизотропия мала. Обычно предполагается, что магнитные свойства и процессы перемагничивания определяются магнитоупругой анизотропией, K_{me}, аморфных микропроводов со стеклянным покрытием. Внутренние напряжения σ_{in} и коэффициент магнитострикции λ_s влияют на эту анизотропию. Этот коэффициент, с другой стороны, зависит от химического состава аморфного сплава [60].

Внутренние напряжения в аморфных микропроводах в первую очередь обусловлены процессами быстрого отвердевания из расплава. Другой источник внутренних напряжений связан с разницей в коэффициентах теплового расширения между стеклянным слоем и ферромагнитным металлическим сердечником [57,60]. Внутренние напряжения в микропроводах определяются ρ-отношением между диаметром металлического сердечника d и общим диаметром D ($\rho = d/D$) [57]. Константа магнитоупругой анизотропии в значительной степени определяется ρ-отношением и уменьшается при его увеличении.

Внутренние напряжения σ_{in} возникают в процессе охлаждения из-за сжатия как металлического сердечника, так и стекла, которые характеризуются различными коэффициентами теплового расширения, и определяются следующим уравнением:

$$\sigma (T) = E_m (\alpha_g - \alpha_m) \Delta T \qquad (6)$$

Где E_m —модуль Юнга металлического сердечника, α_g и α_m - коэффициенты теплового расширения металлического сердечника и стеклянного покрытия, соответственно, а ΔT - разница между температурой литого микропровода и температурой расплавленного сплава.

Показано, что в литых образцах с остаточными осевыми напряжениями σ_{in} скорость доменной стенки может достигать чрезвычайно высоких значений. Дополнительное напряжение σ_{ex} может быть приложено к микропроводу, что

приводит к полному напряжению $\sigma = \sigma_{in} + \sigma_{ex}$, которое и будет определять магнитную анизотропию.

Для модифицирования магнитной структуры применяются различные тепловые обработки. В процессе отжига происходит релаксация внутренних напряжений. С другой стороны, отжиг также влияет на константу магнитострикции, которая в свою очередь, может завесить от внутренних напряжений. Как обсуждалось в [61], релаксация напряжений, вызванная процессом отжига, может изменять знак магнитострикции.

1.5. Влияние механических напряжений на магнитные свойства АФМ и МИ

Поскольку магнитная анизотропия АФМ в большей степени связана с магнитоупругими взаимодействиями, внешние механические напряжения оказывают значительное влияние на магнитную структуру, и соответственно, на магнитоимпеданс. В проводах с отрицательной магнитострикцией внешние растягивающие напряжения увеличивают циркулярную анизотропию, что приводит к снижению чувствительности импеданса по отношению к полю. Максимум импеданса возникает в больших полях. Соответственно, в присутствии поля будет наблюдаться сильная зависимость импеданса от механических напряжений. Этот эффект получил название стресс-МИ. С целью разработки различных сенсоров механических напряжений, стресс-МИ был в значительной степени изучен на мегагерцовых частотах [57].

Также важно отметить, что дополнительное магнитное поле может модулировать стресс-чувствительность импеданса, особенно в проводах с циркулярной или геликоидальной анизотропией. В случае циркулярной анизотропии чувствительность импеданса относительно растягивающих напряжениий достигает наибольшего значения, когда внешнее магнитное поле равно полю анизотропии ненагруженного провода [58]. Вращая вектор намагниченности, магнитное поле вдоль оси провода увеличивает циркулярную магнитную проницаемость. Внешние растягивающие напряжения, наоборот,

поворачивают вектор намагниченности от оси, что приводит к уменьшению проницаемости [59].

1.6. Влияние температуры на магнитные свойства и МИ

Изменение импеданса в аморфных ферромагнитных микропроводах вызвано изменениями магнитной структуры. Как было показано, внешние факторы, такие как магнитные поля и механические нагрузки, могут вызвать это изменение. Повышение температуры также способно изменить магнитную структуру, что связано с релаксацией напряжений из-за разницы коэффициентов теплового расширения. Однако такая зависимость приводит к температурной нестабильности и оказывается нежелательной для сенсорных приложений. С другой стороны, все магнитные параметры, такие как намагниченность насыщения и магнитострикция, значительно изменяются вблизи температуры Кюри. Эта температурная зависимость может регулироваться и использоваться для мониторинга локализованных температур окружающей среды с помощью датчиков МИ. В системах аморфных сплавов Co/Fe присутствие металлов, таких как Cr и Ni, снижает температуру Кюри, T_c, ниже 90°C [62]. Плавная регулировка значений T_c на несколько градусов может быть достигнута с помощью отжига.

1.7. Практические применения АФМ

Магнитомягкие микропровода используются в различных приложениях, что обусловлено рядом свойств, таких как магнитная бистабильность, гигантский МИ эффект, небольшие размеры (как правило, в диапазоне 1-20 мкм), возможность массового производства и доступные цены. Эти особенности АФМ в качестве сенсорных элементов обсуждались в ряде работ [63-68].

1.7.1. Датчики механических напряжений

Разработка датчиков механических напряжений для беспроводного зондирования представляет значительный интерес. Благодаря двум эффектам, магнитоупругому резонансу и высокочастотному МИ эффекту, аморфные магнитные микропровода являются идеальными кандидатами для использования

в качестве чувствительных компонентов. В микроволновых областях (на ГГц частотах) было обнаружено, что в таких микропроводах возникает магнитоупругий резонанс в отсутствие приложенного поля. Эта особенность вместе с их небольшими размерами дает им явное преимущество перед широко используемыми аморфными лентами, которые в настоящее время используются в качестве магнитных датчиков напряжения [65,69-71].

1.7.2. Полевые датчики

Аморфные ферромагнитные микропровода могут использоваться для нескольких целей в качестве датчиков магнитного поля, включая навигацию и компасы. Инерциальные датчики, в которых используется чувствительный элемент к магнитному полю, а также гироскопы и акселерометры, являются еще одним типом датчиков магнитного поля на основе микропроводов. Указанные датчики могут быть полезны для обнаружения изменений в любом сенсорном устройстве, чувствительном к внешнему магнитному полю [72-75]. Было также предложено использовать МИ сенсоры на основе микропроводов для магнитокардиографии.

1.7.3. Датчики температуры

Температурная стабильность имеет решающее значение во многих сенсорных приложениях, что требует использования материалов с высокой температурой Кюри (T_c). Однако во многих отраслях промышленности, которые работают с температурными диапазонами между 25-100 °C, могут быть востребуемы миниатюрные ферромагнитные элементы с низким значением T_c. Микропровода, полученные из аморфных сплавов на основе CoFe с большим содержанием Cr или Ni, имеют более низкие температуры Кюри [76-80] и, таким образом, подходят для локальных измерений температуры. С другой стороны, аморфные микропровода, изготовленные из нескольких сплавов, например, с добавлением других химических элементов в состав микропроводов, таких как, Mo, для стабилизации аморфной структуры имеют значительные перспективы

для разработки температурных сенсорных устройств на основе их регулируемых магнитных характеристик [76,81-83].

ГЛАВА 2: МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

2.1. Образцы микропроводов

В работе исследовались образцы микропроводов со стеклянным покрытием из сплавов на основе Co следующих составов: $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$, $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$, и $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08.}$ Использование B и Si необходимо для получения аморфного состояния, другие элементы могут входить в состав сплавов для стабилизации аморфного состояния, или для изменения температуры кристаллизации и температуры Кюри. Образцы провода первого сплава имели различные диаметры металлической жилы и толщины стеклянной оболочки. Параметры образцов микропроводов представлены в таблице 1. Образец 1 с меньшими поперечными размерами был полностью аморфным, тогда как образец 2 из того же сплава с большим диаметром был частично кристаллизован (порядка 15%, что определялось из кривых ДСК- дифференциальная сканирующая калориметрия в предыдущих работах [84,85]). Образцы проводов других составов пронумерованы согласно данным таблицы. Все образцы проводов были получены методом Тейлора-Улитовского [86,87].

Таблица 1 - Параметры образцов микропроводов. *D* - общий диаметр, *d*- диаметр металлической жилы, T_{cr} – температура начала кристаллизации.

Образец №	Химический Состав	Геометрия (*d*/*D*) μm	T_c	T_{cr}
1	$Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$	25/30	360 °C	524 °C
2	$Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$	35/43	362 °C	534 °C
3	$Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$	14/26	364 °C	514 °C
4	$Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$	31/37	48 °C	472 °C
5	$Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$	17/29	61 °C	500 °C

Провода из сплавов на основе Co обычно имеют отрицательную магнитострикцию и циркулярный тип легкой анизотропии, поскольку внутреннее напряжение преимущественно осевое. Образец 1 имел небольшую отрицательную магнитострикцию (~-10^{-7}[88-91]), но осевую легкую анизотропию. Образец 2 (провод того же состава с большими диаметрами) имел на порядок большую и положительную константу магнитострикции, что обусловлено частичной кристаллизацией [88,92] и, соответственно, осевую легкую анизотропию. Образец 3 с большим соотношением содержания Co/Fe=15.56 имел константу магнитострикции около $-1.8 \cdot 10^{-7}$ [93-94] и циркулярную легкую анизотропию. Образцы 4 и 5 выбирались так, чтобы температура Кюри была невысокой, поэтому сплавы содержали относительно высокое содержание Ni (отрицательная магнитострикция) или Cr (положительная магнитострикция), соответственно. Температурные параметры, такие как температура кристаллизации T_{cr} и температура Кюри T_c исследуемых образцов, определялись по кривым ДСК с использованием стандартного программного приложения, и представлены выше в таблице 1.

2.2. Отжиг DC током

Образцы проводов отжигали постоянным током на воздухе, используя стабилизированный источник питания с целью модификации магнитной анизотропии и магнитострикции. Длина образцов провода для отжига составляла около 15 см, провода крепились к держателю образца чисто проводящим оловом. Интенсивность постоянного тока для отжига образцов составляла от 25 до 90 мА, причем температура при токовом отжиге всегда была ниже, чем температура кристаллизации. Для токов отжига меньше 60 мА температуру отжига измеряли с использованием температурной зависимости удельного сопротивления в мостиковой схеме. Для более высоких токов отжига температура отжига оценивалась из модельных кривых, полученных на основе энергетического баланса. Подробности приведены в [89].

2.3. Структурные исследования с помощью ДСК (Дифференциальная сканирующая калориметрия)

Для структурной характеристики образцов микропроводов, изученных в данной работе, измерения ДСК выполнялись с использованием (DSC 204F1 Netzsch) калориметра в атмосфере Ar до и после термической обработки. Принципиальная электрическая схема дифференциальной сканирующей калориметрии показана на рисунке 10.

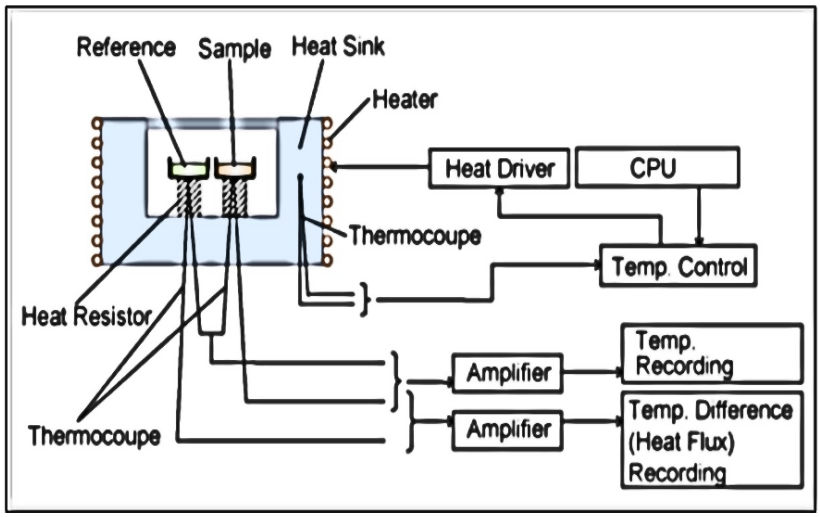


Рисунок 10 - Принципиальная схема ДСК.

Скорость нагрева была установлена на уровне 10 К/мин. Масса образцов находилась в диапазоне от 10 до 15 мг. Степень кристаллизации, T_c и T_{cr} были оценены по кривым ДСК с использованием стандартного ИТ-приложения.

2.4. Измерения кривых намагничивания

Кривые намагниченности были измерены индуктивным методом с использованием двух дифференциальных детектирующих катушек с внутренним диаметром 3 мм и длиной 5 см (см. рисунок 11). Намагничивающее поле в направлении длины провода (осевое направление) с частотой 500 Гц и амплитудой до 1000 А/м было достаточным для перемагничивания используемых проводов. Для повышения точности определения параметров намагниченности мы использовали цифровую обработку индуцированного сигнала напряжения с последующим численным интегрированием.

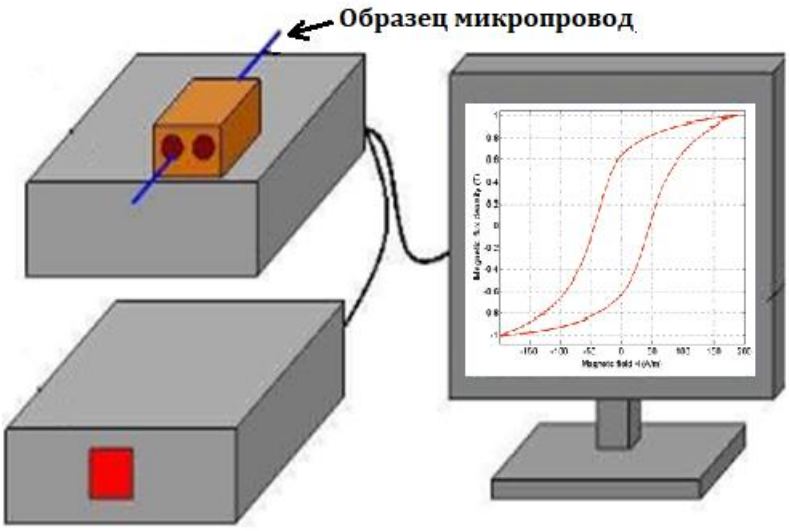


Рисунок 10 - Схема индукционного метода измерения петель гистерезиса. Индуцированный сигнал напряжения и кривая гистерезиса выводятся на ПК.

2.5. Измерение импеданса

Векторный анализатор цепей Hewlett-Packard 8753E (VNA) использовался для измерения импеданса в диапазоне частот от 0,1 до 2,5 ГГц. Усовершенствованный метод калибровки SOLT (Short-Open-Load-Thru) был использован для получения надежных результатов измерений на высоких частотах, для чего были разработаны микрополосковые ячейки (печатные платы) в качестве калибровочных стандартов. Процесс калибровки аналогичен стандарту SOLT/TOSM [95-96], но вместо использования коаксиальных стандартов использовались индивидуальные микрополосковые ячейки. Подробная процедура калибровки описана в следующем разделе (глава 3). Образец микропровода был установлен в измерительную ячейку печатной платы и помещен внутрь катушки Гельмгольца, которая производила медленно изменяющееся магнитное поле до 45 Э (см. рисунок 12). Этот улучшенный метод калибровки позволяет смещать опорные плоскости в сторону конечной точки образца микропровода и измерять только его *S*-параметры.

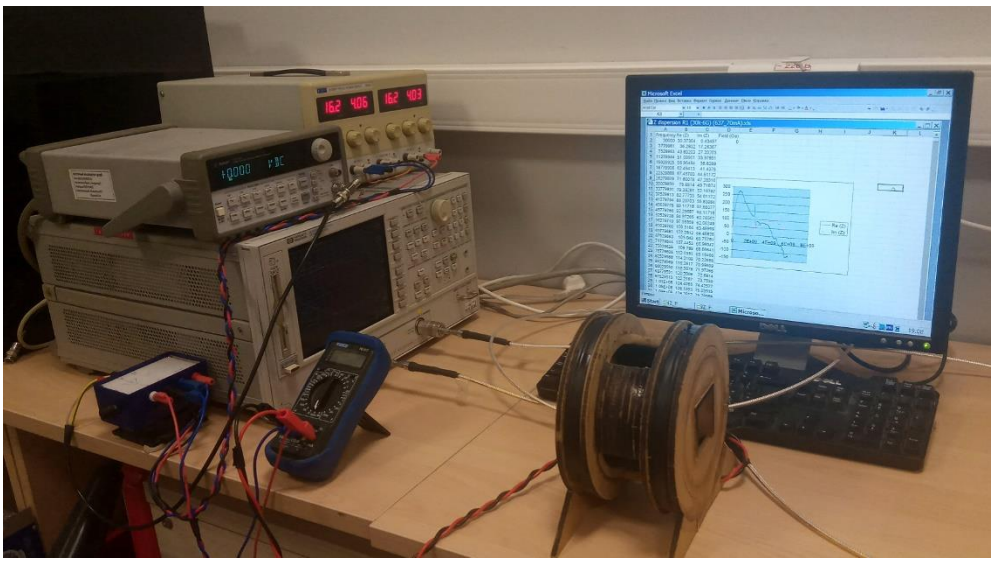


Рисунок 11- Установка для измерения импеданса (НИТУ, МИСиС)

Длина провода для измерения импеданса составляла 1 см. Спектры импеданса выводились из S_{21} параметра с использованием эквивалентной схемы [89].

Для измерения импеданса эталоны были установлены на печатной плате, как показано на рисунке 13 [65]. В калибровочных и измерительных ячейках печатной платы использовался материал FR4 (армированный стеклом эпоксидный ламинат) с относительной диэлектрической проницаемостью 4,35 для частот выше 500 МГц.

При увеличении частоты в ГГц область длина электромагнитных волн вдоль образца становится порядка его длины. В этом случае образец больше не может рассматриваться как сосредоточенный (то есть, характеризоваться параметром, не зависящим от его длины) [65]. Соответственно, определение импеданса должно учитывать эффекты запаздывания. Коррекция может быть сделана с учетом того, что образец, помещенный между полосковыми линиями поверх диэлектрика со сплошным заземлением на его противоположной стороне, представляет собой планарный волновод, как показано на рисунке 13. Его отличие от обычной полосовой линии лишь в геометрии проводника: провод вместо полоска. Таким образом, этот проволочный волновод может быть охарактеризован обычными для планарных волноводов параметрами:

затуханием и временем запаздывания. Затухание, вызванное резистивностью провода, следует отнести к внутренним свойствам образца. Напротив, время запаздывания вызвано преимущественно протяженностью образца и не имеет отношения к его внутренним свойствам. Тем не менее, оно вносит существенные фазовые искажения на высоких частотах. Связь *S*-параметров можно определить с помощью следующего соотношения:

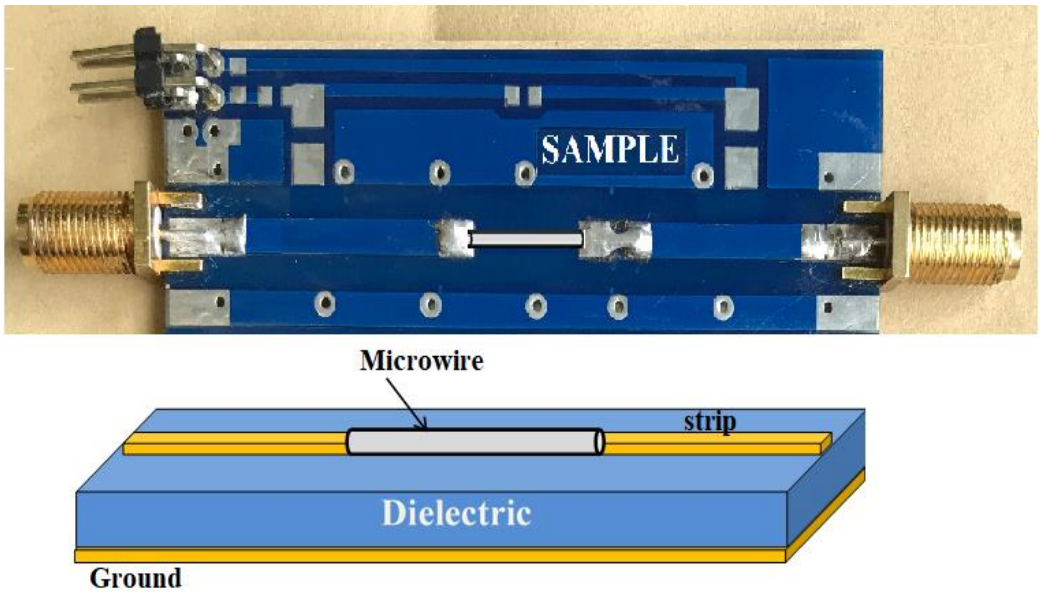


Рисунок 12 - Образец провода в виде планарного волновода, приводящий к фазовому искажению. Верхний рисунок - фотография держателя образца. Нижний рисунок - схематическая иллюстрация.

$$S_{21}(\omega) = \tilde{S}_{21} \exp(i\gamma(\omega)) \exp(-i\omega\Delta t) \qquad (7)$$

Где $\tilde{S}_{21}$ - модифицированный S_{21} – параметр микропровода, $\omega = 2\pi f$ - круговая частота, i - мнимая единица, $\gamma(\omega)$ - фазовая функция, определяемая внутренними параметрами образца, $\exp(-i\omega\Delta t)$ отвечает за фазовое искажение из-за временной задержки Δt. Таким образом, после измерения времени Δt, внутренний $\tilde{S}_{21}$ -параметр может быть восстановлен путем умножения измеренного параметра на $\exp(i\omega\Delta t)$.

Используя уравнение (7), мы можем рассчитать значение импеданса, которое не зависит от свойств волновода, как:

$$Z(\omega,H) = [(1 - \tilde{S}_{21}(\omega,H)) / (\tilde{S}_{21}(\omega,H)] * 100 \qquad (8)$$

2.6. Измерение импеданса под воздействием механических напряжений

Импеданс измеряли под нагрузкой с целью исследования МИ поведения при внешних растягивающих напряжений. Для этого подвешивали нагрузку с резьбой в средней части провода. Вес нагрузки был приложен ко всему проводу, и, таким образом, напряжение в металлическом сердечнике должно быть оценено с учетом различных модулей Юнга металла и стекла [91-92].

2.7. Измерение магнитных свойств и импеданса при различных температурах

Для измерения теплового воздействия на кривые намагничивания и МИ образцы в измерительной катушке (соленоид для измерения намагниченности и катушки Гельмгольца для измерения импеданса) помещали внутрь теплоизолированной камеры (см. рисунок 13), которая производит равномерный нагрев и управляется переключателем. Для измерения температуры вблизи провода была установлена термопара.

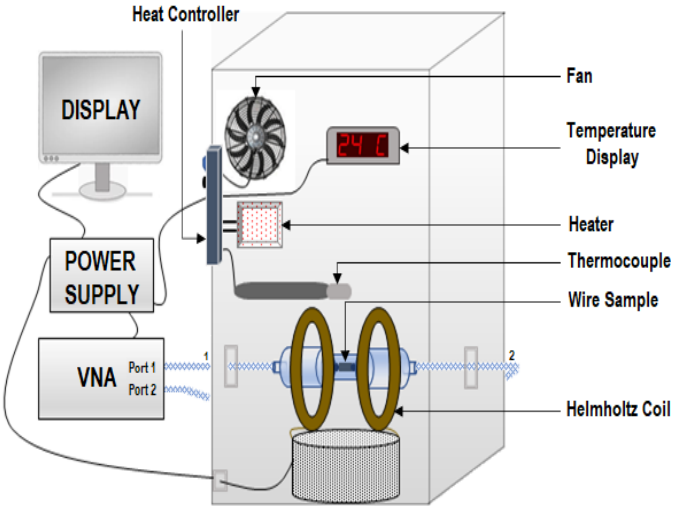


Рисунок 14 - Схема управляемой нагревательной камеры (НИТУ «МИСиС») для измерения температурной зависимости импеданса. Аналогичная система использовалась для измерения температурных зависимостей кривых намагниченности, но провод помещался в соленоид.

ГЛАВА 3: КАЛИБРОВКА ВЕКТОРНОГО АНАЛИЗАТОРА ЦЕПЕЙ (VNA)

3.1. Основные понятия

Для определенных целей необходимо проводить специализированную процедуру калибровки. Для некоторых моделей VNA собственные калибровочные комплекты можно разрабатывать только в виде аналитических моделей, вводя обычные элементы с индуктивностью, емкостью, сопротивлением и линиями задержки. Определить эти параметры непросто. В продвинутых анализаторах более удобным подходом является загрузка файла S1P (для SHORT, OPEN, LOAD) или S2P (для THRU), а не шаблонов для каждого калибровочного стандарта. Метод калибровки и программное обеспечение, описанные в этой работе, предназначены для улучшения функционирования анализаторов предыдущего поколения, позволяя им использовать файлы S1P / S2P в качестве калибровочных стандартов.

Дисперсия комплексного коэффициента отражения содержится в текстовом файле S1P, который состоит из трех частей: частоты *f*, Re [$S_{11}(f)$] и Im [$S_{11}(f)$]. Формат файла S2P обеспечивает дисперсию всех *S*-параметров и имеет девять столбцов: f, Re [$S_{11}(f)$], Im [*S*11(*f*)], Re [*S*21(*f*)], Im [*S*21(*f*)], Re [*S*12(*f*)], Im [*S*12(*f*)], Re [*S*22(*f*)] и Im [*S*22(*f*)]. На другом существующем калиброванном анализаторе можно надежно измерить файлы S1P для коаксиальных подключений SHORT, OPEN, LOAD и S2P для адаптера THRU. SHORT и OPEN подключения могут быть просто сделаны с помощью коаксиальных соединений, а также можно заказать терминалы LOAD и THRU для разъемов SMA и K-типов.

Это может быть сложнее для стандартов, устанавливаемых на печатную плату. Мы не можем напрямую оценить их файлы S1P и S2P в этой ситуации. Однако из-за их небольшого размера можно ожидать, что они будут «почти идеальными» до приблизительно нескольких ГГц, как показывают исследования. Идеальный будет означать, что $S_{(11,\ OPEN)} = 1$, $S_{(11,SHORT)} = -1$, $S_{(11,LOAD)} = 0$, для любых используемых частот. Поскольку микрополоски будут напрямую

связаны для THRU, S_{21}= S_{12}=1, S_{11}=0 и S_{22}= 0. Разработанные калибровочные ячейки печатных плат со стандартами SOLT представлены на рисунке 15.

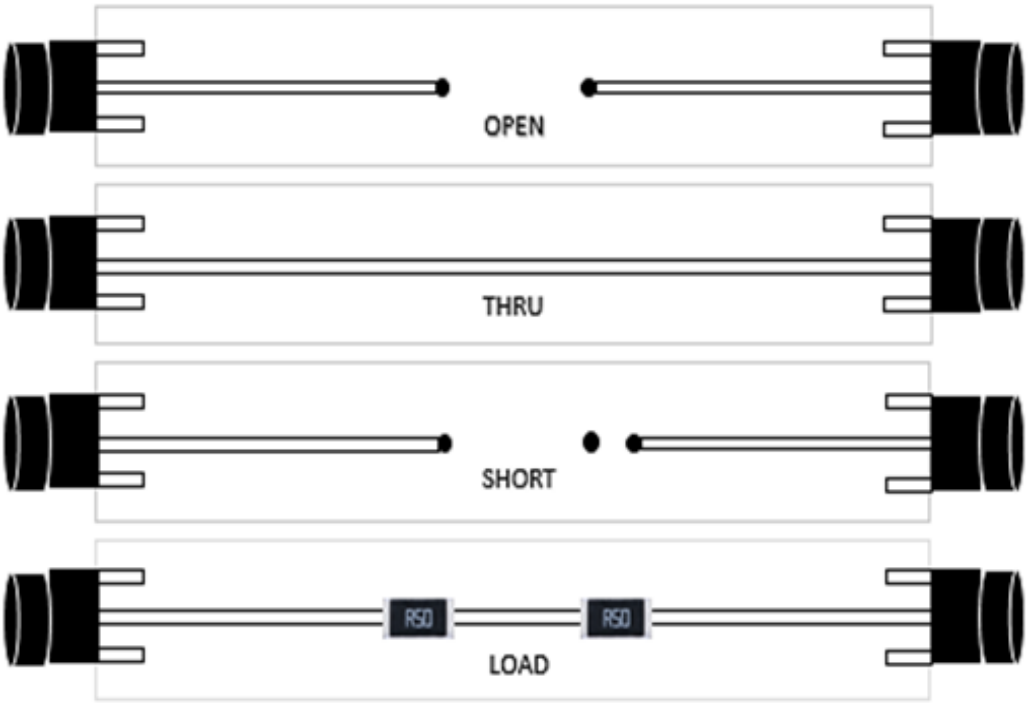


Рисунок 13 - Схема специально разработанных калибровочных ячеек печатных плат со стандартами SOLT. Стандарт THRU использует прямое соединение ("flush THRU") с S21=S12=1, S11=0, S22=0; SHORT реализуется путем подключения сигнальной полоски к земле; LOAD использует два 50-Ом резистора RF Vishay, подключенных к земле параллельно.

3.2. Источники регулярных ошибок в VNA

Для создания реалистичной модели функционирования измерительного порта VNA достаточно будет рассмотреть его упрощенную схему, показанную на рисунке 16. Согласно этой схеме, порт включает в себя синусоидальный генератор переменной частоты, направленный соединитель, приемник тестового сигнала и приемник опорного сигнала (явно не показан). Приемник опорного сигнала регистрирует амплитуду и фазу сигнала возбуждения от генератора. Роль направленного соединителя заключается в передаче только отраженного или поступающего сигнала от внешнего устройства, подключенного к порту. Этот сигнал регистрируется тестовым приемником. При этом сигнал от

генератора не должен поступать в тестовый приемник в обход порта – он отсекается направленным соединителем. Таким образом, идеальная муфта будет функционировать. Однако некоторая утечка сигнала всегда наблюдается от генератора к испытательному приемнику в обход внешнего устройства. Комплексное отношение сигнала утечки к опорному сигналу называется направленностью. Так, мы установили один из источников регулярных погрешностей измерений. Кроме того, утечка сигнала от генератора активного порта к испытательному приемнику пассивного порта может наблюдаться в обход внешнего измерительного трека, т.е. из-за помех внутри VNA. Этот тип утечки называется изоляцией или перекрестными помехами. В современных анализаторах изоляция настолько высока, что данный тип утечки сигнала между портами обычно не учитывается при калибровке.

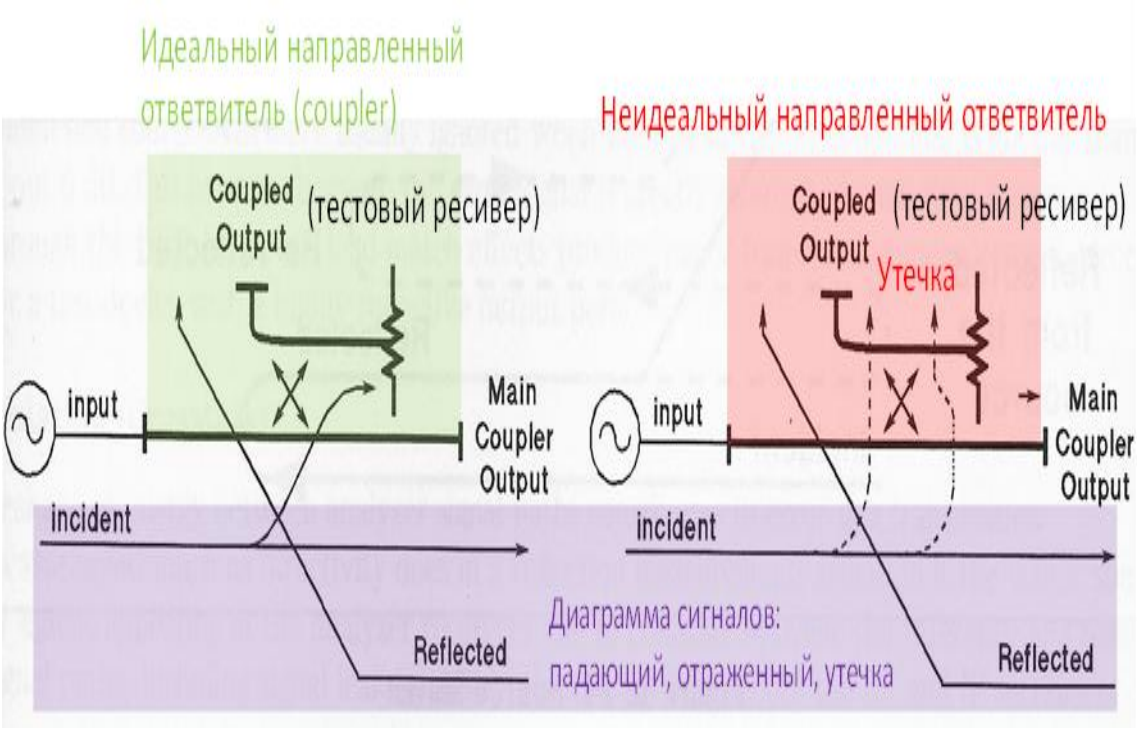
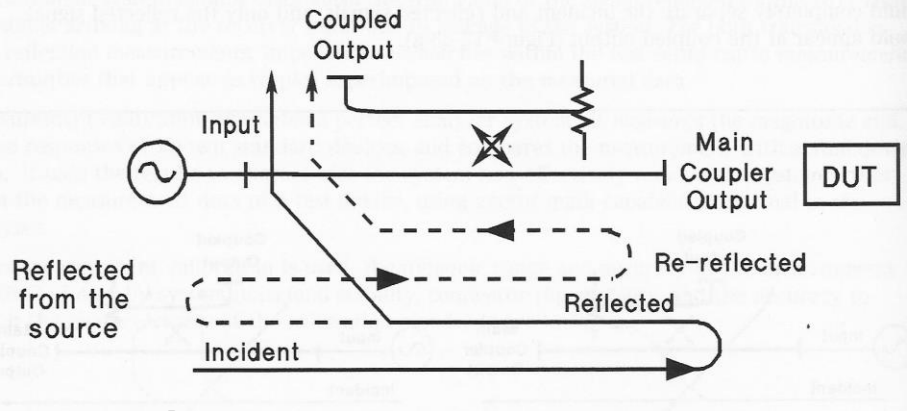


Рисунок 14 - Утечка сигнала от генератора к тестовому приемнику в обход порта в направленном соединителе.

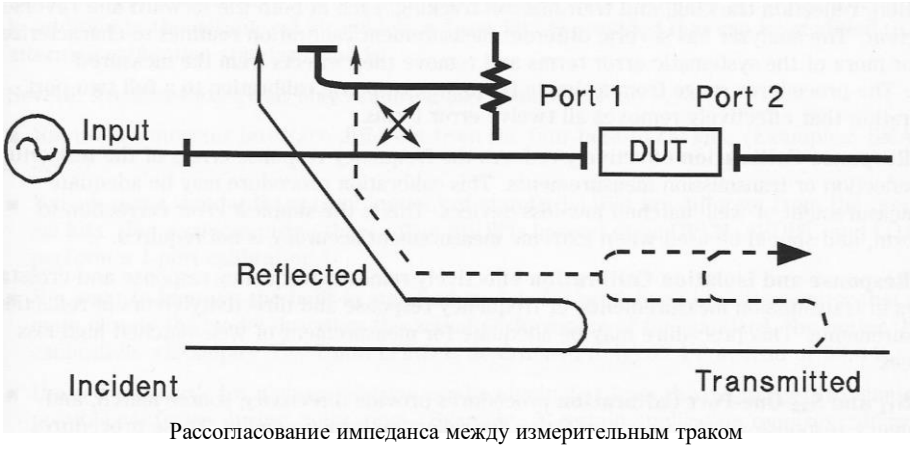
Двумя другими источниками регулярных ошибок являются несогласованность импеданса: (i) между измерительной дорожкой и активным портом (несоответствие источника сигнала) и (ii) между измерительной дорожкой и пассивным портом (несоответствие нагрузки), как показано на

рисунке 17. Оба несогласования приводят к множественным отражениям, которые смешиваются с полезным сигналом в направленных соединителях. Для количественной оценки этих несоответствий могут быть введены соответствующие коэффициенты отражения.

Далее следует учитывать, что любые передающие функции устройства подвержены частотной дисперсии, а значит, даже при отсутствии упомянутых выше регулярных ошибок измеряемый сигнал будет линейно искажаться по амплитуде и фазе. Частотная дисперсия функции передачи сигнала может быть описана соответствующим коэффициентом пропускания.



Рассогласование импеданса между измерительным траком и активным портом (signal source mismatch).



Рассогласование импеданса между измерительным траком и пассивным портом (load mismatch).

Рисунок 15 - Несогласованность импеданса: между измерительным треком и активным портом (i) и измерительным треком и пассивным портом (ii).

3.3. Процедуры калибровки и измерения

Методы калибровки и измерения предполагают определенную последовательность действий, которая позволяет рассчитать скорректированные *S*-параметры или импеданс. Каждый шаг требует создания отдельного цикла файлов для расчетов. Созданные файлы необходимо скопировать в одну папку вместе с консольным приложением (SOLT.exe), которое вычисляет скорректированные значения. После этого запускается программное обеспечение, которое автоматически загружает и обрабатывает файлы.

Как для калибровки, так и для измерений было разработано два различных сценария. Во время калибровки «широкий частотный диапазон» относится к определенному частотному интервалу, который включает в себя набор тестируемых частоту. Например, максимальный диапазон частот [30 КГц, 6 ГГц] для HP8753 может быть выбран с количеством частотных точек 1601 (максимальное).

Как следует из практики, стандарты на печатных платах, которые рассматриваются как «идеальные», позволяют провести точную калибровку до нескольких ГГц. Преимущества стандартов на печатных платах заключаются в том, что они позволяют использовать некоаксиальные компоненты измерительной системы рядом с тестируемым образцом/устройством. Коаксиальные калибровочные стандарты, с другой стороны, могут охватывать широкий диапазон частот, но установленные ими плоскости отсчета могут находиться довольно далеко от образца, что приводит к существенным фазовым и другим ошибкам, которые могут свести на нет их преимущества.

Код калибровочного программного обеспечения был написан на Fortran 90 (Microsoft Developer Studio 4.0) с числовой библиотекой IMSL. Были использованы следующие подпрограммы IMSL: сплайн-интерполяция (DCSIEZ) с пересчетом на новый вектор аргументов и решение линейной системы уравнений со сложными коэффициентами (DLSACG) (первая «D» в названиях подразумевает двойную точность).

3.3.1. Сценарий 1: 2-Порт калибровка с SOLT файлами и 2-Порт измерения

- Создайте папку для вычислений.
- Отключите текущее исправление ошибок VNA.
- Поместите в папку консольное приложение SOLT.exe.
- Скопируйте в папку файлы калибровки S11S.csv, S11O.csv, S11L.csv (для порта 1) и S22S.csv, S22O.csv, S22L.csv (для порта 2). Даже если кабели с одинаковыми разъемами и для их калибровки используются одни и те же стандарты SOL, в любом случае необходимо создать два набора файлов для первого и второго портов.
- Если THRU является адаптером (не flush), скопируйте в папку файлы калибровки S11T.csv, S12T.csv, S21T.csv и S22T.csv для THRU.
- Последовательно подключайте коаксиальные калибровочные эталоны SHORT, OPEN и LOAD к концу кабеля на 1 порт и измеряйте дисперсию их параметров в широком диапазоне частот. Сохраните измеренные S_{11}-параметры в файлах S11MS.csv, S11MO.csv и S11ML.csv. Скопируйте эти файлы в папку.
- Последовательно подключайте коаксиальные калибровочные эталоны SHORT, OPEN и LOAD к концу кабеля на второй порт и измеряйте дисперсию их параметров в широком диапазоне частот. Сохраните измеренные S_{22}-параметры в файлах S22MS.csv, S22MO.csv и S22ML.csv. Скопируйте эти файлы в папку.
- Соедините кабели вместе через THRU (это может быть прямое соединение, если кабели разного пола) и измерьте все четыре *S*-параметра в широком диапазоне частот. Сохраните измеренные *S*-параметры в файлах S11MT.csv, S12MT.csv, S21MT.csv и S22MT.csv. Скопируйте эти файлы в папку.

- Измерьте все четыре S-параметра с внешнего устройства/образца, сохраните их в файлах S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv и S22M.csv и скопируйте в папку.
    - Если измеряется полевая зависимость S-параметров, включая гистерезис, каждый файл должен содержать шесть столбцов: Поле (прямой ход), Re[*S*], Im[S], Поле (обратный ход), Re[S], Im[*S*].
    - Если измеряется частотная дисперсия *S*-параметров, каждый файл должен содержать три столбца: Частота (Гц), Re[S], Im[*S*]. Файлы S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv, и S22M.csv должны содержать те же частотные точки, что и S11MS.csv.
- Запустите программу расчета SOLT.exe и следуйте инструкциям из консоли.

Общее количество CSV-файлов в папке перед вычислениями: 24 или 20 (flush THRU). В подготовленных файлах необходимо удалить все заголовки – оставьте только столбцы со значениями.

После вычислений будет создано пять исправленных файлов: S11corrected.csv, S21corrected.csv, S12corrected.csv, S22corrected.csv и Zcorrected.csv в том же формате, что и файлы S**M.csv (дисперсионные или полевые). Импеданс будет вычислен из S_{21}-параметра.

3.3.2. Сценарий 2:-Идеальная 2-Порт калибровка без SOLT файлов и 2-Порт измерения на печатных платах

- Создайте папку для вычислений.
- Отключите текущее исправление ошибок VNA.
- Поместите в папку консольное приложение SOLT.exe.
- Подключите конец проводного кабеля на первый порт к калибровочным эталонам SHORT, OPEN и LOAD на печатной плате по прямой линии и измерьте дисперсию их S_{11}-параметра в широком диапазоне частот. Сохраните файлы S11MS.csv, S11MO.csv и S11ML.csv с измеренными *S*-параметрами. Поместите эти файлы в соответствующую папку.

- Измерьте дисперсию их S_{22}-параметра в большом диапазоне частот, подключив конец кабеля на второй порт к калибровочным стандартам SHORT, OPEN и LOAD на печатной плате. S22MS.csv, S22MO.csv и S22ML.csv — это файлы, содержащие измеренные S-параметры. Поместите эти файлы в соответствующую папку.
- Подключите кабели через THRU на печатных платах (которое всегда flush) и измерьте все четыре S-параметра в широком диапазоне частот. S11MT.csv, S12MT.csv, S21MT.csv и S22MT.csv являются файлами, содержащими измеренные S-параметры. Поместите эти файлы в соответствующую папку.
- Проведите измерения всех четырех S-параметров с внешнего устройства/образца на печатной плате, сохраните их в файлах S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv и S22M.csv и поместите их в папку.
  - Каждый файл должен иметь шесть столбцов, если вычисляется полевая зависимость *S*-параметров, включая гистерезис: Поле (прямой ход), Re[S], Im[*S*], Поле (обратный ход), Re[S], Im[*S*].
  - Каждый файл должен иметь три столбца: Частота (Гц), Re[*S*] и Im[*S*], если оценивается дисперсия частот *S* -параметров. Частотные точки в файлах S11M.csv, S12M.csv, S21M.csv и S22M.csv должны быть такими же, как и в S11MS.csv.
- Запустите вычислительную программу SOLT.exe и следуйте инструкциям на экране.

До расчетов в папке было создано 14 CSV-файлов. Все заголовки должны быть удалены из подготовленных файлов, оставив только столбцы, содержащие значения.

После вычислений будут созданы пять исправленных файлов в том же формате, что и файлы S**M.csv: S11corrected.csv, S21corrected.csv, S12corrected.csv, S22corrected.csv и Zcorrected.csv (дисперсионный или полевой). Для определения импеданса будет использоваться параметр S_{21}.

Следует отметить, что при 2-Порт измерениях параметры S_{21} и S_{12} не обязательно симметричны. Параметр S_{12} вообще не определен в 50 Ом спаренных сенсорных сетях, изображенных на рисунке 18 (диагональные и недиагональные магнитоимпедансы), поскольку сигнал будет течь только от порта 1 к порту 2, но не наоборот. Этот параметр, однако, должен быть измерен и записан при запуске приложения (результирующии значения будут на уровне шума). Будет целесообразно рассчитать ударную реакцию цепей путем измерения распространения S_{21} на VNA. В результате VNA может не только использоваться для оценки физических особенностей образцов, но также может быть использован для улучшения сенсорных электронных систем.

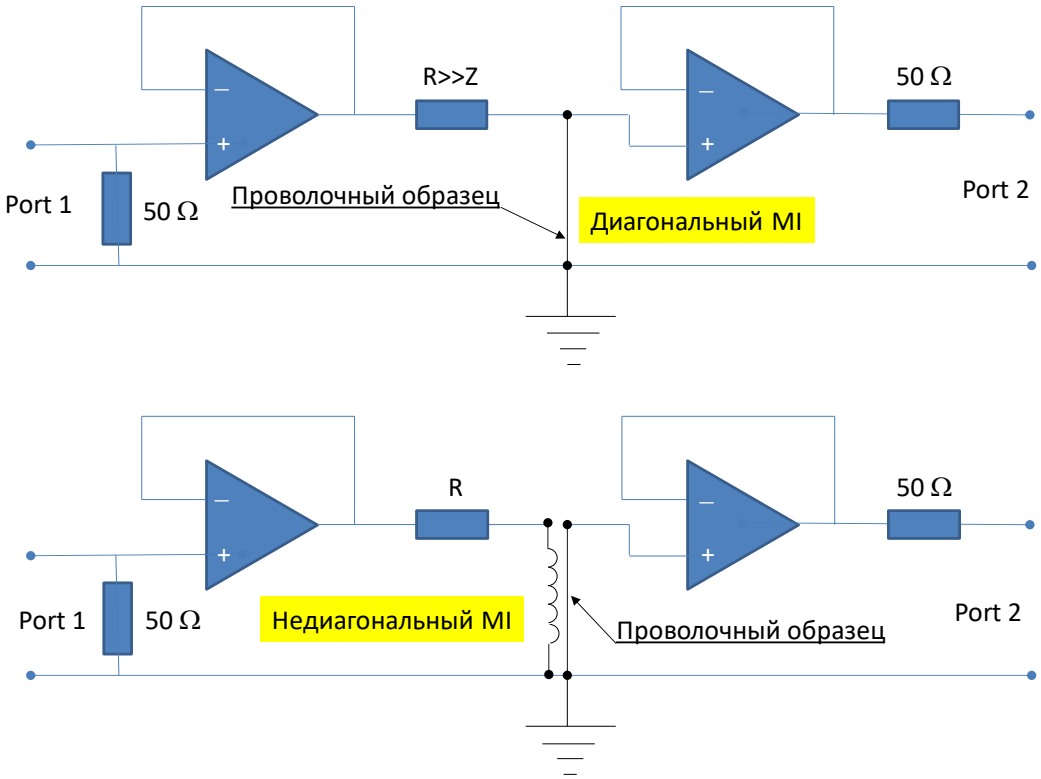


Рисунок 16 - Примеры совпадающих, но не симметричных нетворков, где S_{12}-параметр не определен

3.4. Тестирование сценариев калибровки в модельных сетях

Для отладки программы и проверки корректности расчетов использовались модельные сети и калибровочные эталоны, для которых *S*-параметры могут быть аналитически рассчитаны. Нас в первую очередь

интересовало соответствие алгоритма, а не практичность используемых моделей, поскольку это не повлияло бы на выводы тестирования.

Для стандартов SHORT, OPEN и LOAD использовались модели, представленные на рисунке 19. Для расчета коэффициента отражения S_{11} из стандарта со сосредоточенными LCR-параметрами воспользуемся известной формулой:

$$Z = 50 \times \frac{1+S_{11}}{1-S_{11}} \quad \Rightarrow \quad S_{11} = \frac{Z-50}{Z+50} \tag{9}$$

где Z — импеданс стандарта. Для того, чтобы учесть возможную задержку (Δt) и потери, S_{11} в уравнении (9) необходимо дополнительно умножить на экспоненциальный множитель, ответственный за распространение сигнала внутри стандарта (в обоих направлениях). В результате для SOL-стандартов мы можем получить:

$$\begin{cases} S_{11S} = T_{21S} \times T_{12S} \times \dfrac{Z_S - 50}{Z_S + 50} = \exp\left(-2\alpha_S(\omega) - i2\beta_S(\omega)\right) \times \dfrac{Z_S - 50}{Z_S + 50} \\ Z_S = \dfrac{R_S + i\omega L_S}{1 - \omega^2 L_S C_S + i\omega C_S R_S} \\ T_{21S} = T_{12S} = \exp\left(-\alpha_S(\omega) - i\beta_S(\omega)\right) \end{cases} \tag{10}$$

$$\begin{cases} S_{11O} = \exp\left(-2\alpha_O(\omega) - i2\beta_O(\omega)\right) \times \dfrac{Z_O - 50}{Z_O + 50} = \\ \quad = \exp\left(-2\alpha_O(\omega) - i2\beta_O(\omega)\right) \times \dfrac{i - 50\omega C_O}{i + 50\omega C_O} \\ Z_O = \dfrac{i}{\omega C_O} \end{cases} \tag{11}$$

$$\begin{cases} S_{11L} = \exp\left(-2\alpha_L(\omega) - i2\beta_L(\omega)\right) \times \dfrac{Z_L - 50}{Z_L + 50} \\ Z_L = \dfrac{50 + i\omega L_L}{1 - \omega^2 L_L C_L + i50\omega C_L} \end{cases} \tag{12}$$

Для стандартного THRU будет достаточной следующей модели:

$$\begin{cases} S_{11T} \equiv S_{22T} \equiv 0 \\ S_{21T} \equiv S_{12T} \equiv \exp\left(-2\alpha_T(\omega) - i2\beta_T(\omega)\right) \end{cases} \tag{13}$$

В формулах (10)-(12) индексы S, O, L, T соответствуют SHORT, OPEN, LOAD, THROU схемам, *i*- мнимая единица. Параметры $\alpha(\omega)$ и $\beta(\omega)$ в экспонентах ответственны за потери и фазовое искажение, соответственно, когда сигнал распространяется внутри стандарта. С достаточной точностью можно предположить, что $\beta(\omega) = \omega\Delta t$, где Δt — время задержки. В качестве DUT для 1-Порт сети использовалась модель SHORT, но с другими параметрами (отмеченными индексом A):

$$\begin{cases} S_{11A} = \exp\left(-2\alpha_A(\omega) - i2\beta_A(\omega)\right) \times \dfrac{Z_A - 50}{Z_A + 50} \\ Z_A = \dfrac{R_A + i\omega L_A}{1 - \omega^2 L_A C_A + i\omega C_A R_A} \end{cases} \tag{14}$$

При тестировании алгоритма мы также предположили, что $\alpha(\omega) = 0$.

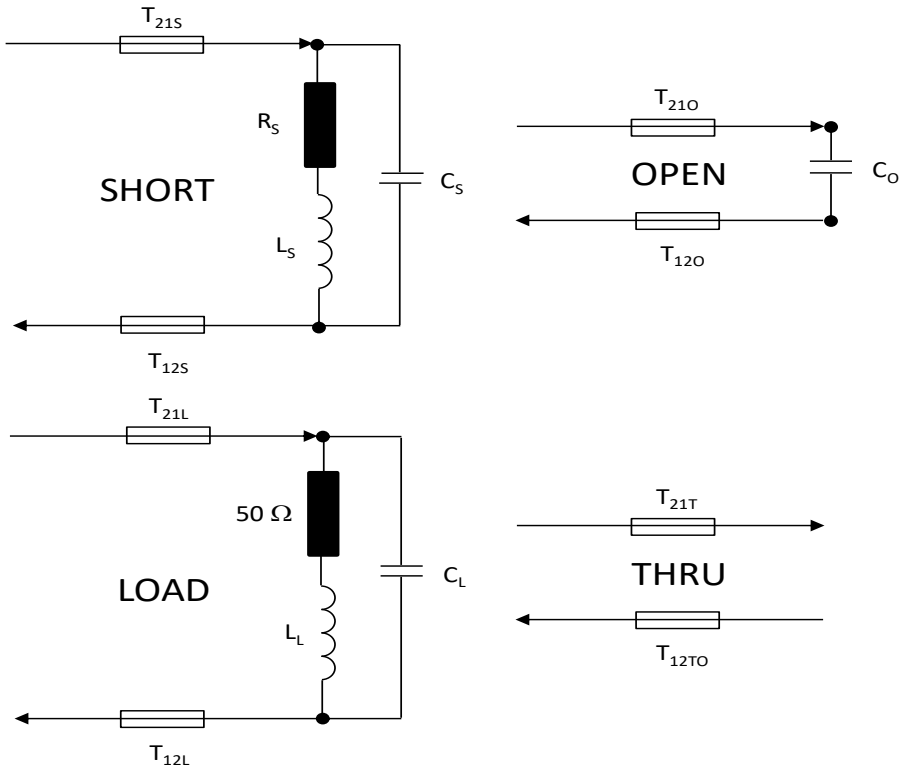


Рисунок 17 - Схемы модели и введенные параметры, используемые для SHORT, OPEN, LOAD и THRU

3.4.1. Тестирование сценариев 1 и 2 для дисперсии

Помимо уже введенных моделей для каждого порта SHORT, OPEN и LOAD, необходимо предложить дополнительную 2-портовую модель, а затем

рассчитать для нее все четыре S-параметра. Для этой цели мы использовали схему, показанную на рисунке 20. Она содержит сосредоточенные LCR-параметры и линии задержки.

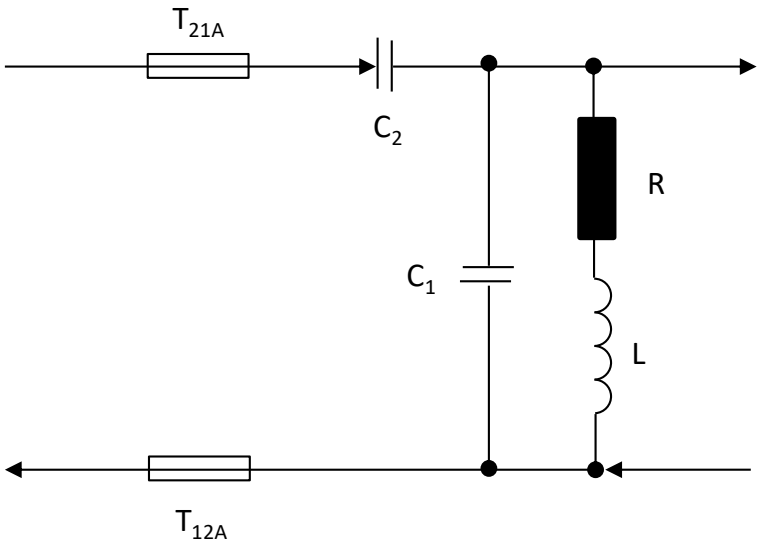


Рисунок 18 - 2-порт схема, используемая для тестирования модели.

Для расчета коэффициентов отражения воспользуемся известной формулой (9) и схемами на рисунке 21. Отметим, что для получения корректных значений цепь должна быть завершена (синие 50 Ом резисторы на рисунке 21). Такое окончание имитирует согласованную нагрузку или неотражающую линию бесконечной длины. Для коэффициентов отражения мы можем получить:

$$\begin{cases} S_{11A} = \exp\left(-2\alpha_A(\omega) - i2\beta_A(\omega)\right) \times \dfrac{Z_1 - 50}{Z_1 + 50} \\ Z_1 = \dfrac{i\omega(50R(C_1 + C_2) - L) - (50\omega^2 L(C_1 + C_2) + 50 + R)}{i\omega C_2(50\omega^2 C_1 L + 50 + R) + \omega^2 C_2(50C_1 R - L)} \end{cases} \quad (15)$$

$$\begin{cases} S_{22A} = \exp\left(-2\alpha_A(\omega) - i2\beta_A(\omega)\right) \times \dfrac{Z_2 - 50}{Z_2 + 50} \\ Z_2 = \dfrac{i\omega(50RC_2 - L) - (R + 50\omega^2 LC_2)}{i\omega(C_1 R + C_2 R + 50C_2 + 50C_2\omega^2 C_1 L) - (\omega^2 L(C_1 + C_2) + 1 - 50\omega^2 C_1 C_2 R)} \end{cases} \quad (16)$$

При тестировании алгоритма мы предположили, $\alpha_A(\omega) = 0$ и $\beta_A(\omega) = \omega\Delta t_A$, где Δt_A — время задержки.

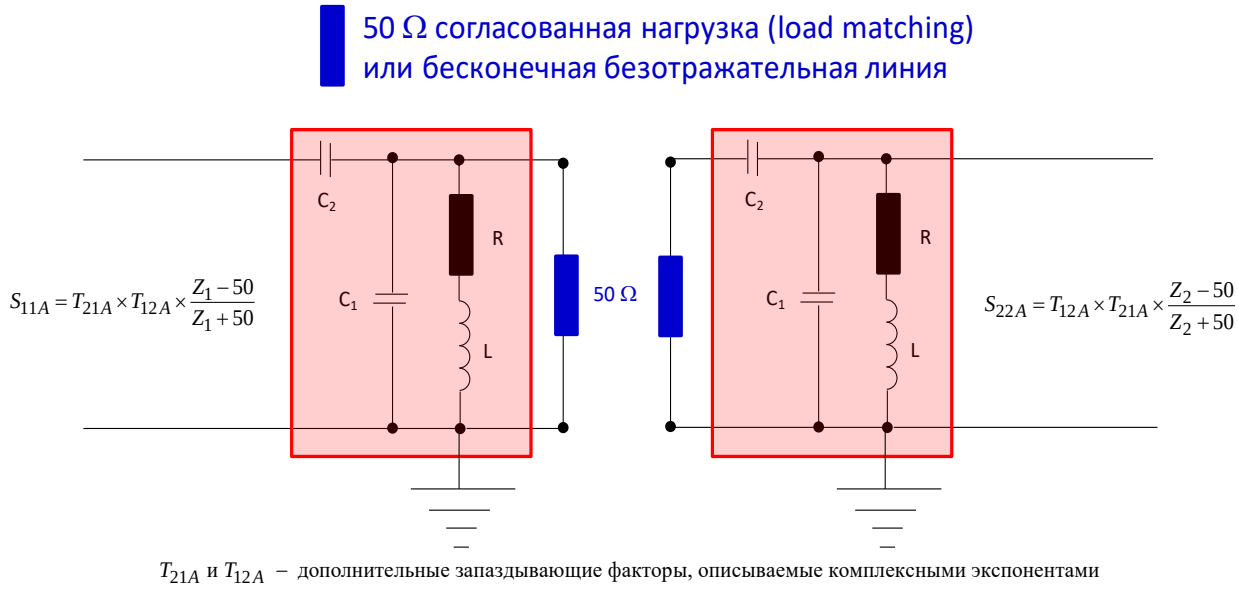


Рисунок 19 - Схемы, используемые для расчета коэффициентов отражения в двух портовой модели.

Чтобы рассчитать коэффициенты пропускания, нам нужно обратиться к общим волновым уравнениям длинных линий, поскольку у нас нет готовых формул для схемы на рисунке 21. Для источника гармонического сигнала разность потенциалов, а также ток вдоль линии распространения, описываются следующими дифференциальными уравнениями:

$$\begin{cases} \dfrac{dV(x)}{dx} = -(R + j\omega L)I(x) \\ \dfrac{dI(x)}{dx} = -(G + j\omega C)V(x) \end{cases} \qquad (17)$$

где x — переменная вдоль линии. В уравнении (17) используются следующие распределенные параметры (система единиц SI): сопротивление сигнальной линии на единицу длины R (Ом/м), индуктивность сигнальной линии на единицу длины L (Гн/м), емкость между сигнальной линией и заземлением на единицу длины c (Ф/м), и проводимость между сигнальной линией и землей («утечка») на единицу длины G (См/m). Решая систему уравнений (17), можно получить:

$$\begin{cases} V(x) = A\exp(-\gamma x) + B\exp(\gamma x) \\ I(x) = \dfrac{A}{Z_0}\exp(-\gamma x) - \dfrac{B}{Z_0}\exp(\gamma x) \end{cases} \quad (18)$$

Где

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega)(G + jC\omega)} \quad (19)$$

$$Z_0 = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \quad (20)$$

В уравнении (18) члены с exp (- γx) и exp (γx) отвечают за исходящие волны (по отношению к источнику) и входящие волны, соответственно. Вместе они составляют амплитуду стоячих волн. Чтобы получить развертку по времени, решения уравнений (18) должны быть умножены на exp (- $i\omega t$).

На рисунке 22 показана бесконечная или 50 Ом согласованная линия, которая прерывается двух-портовой цепью с объединенными LCR-параметрами. Перед цепью мы имеем как исходящие, так и входящие волны разности потенциалов и тока (символы •V (x), •I (x)), в то время как после нее только передаваемые волны (символы V• (x), I• (x)).

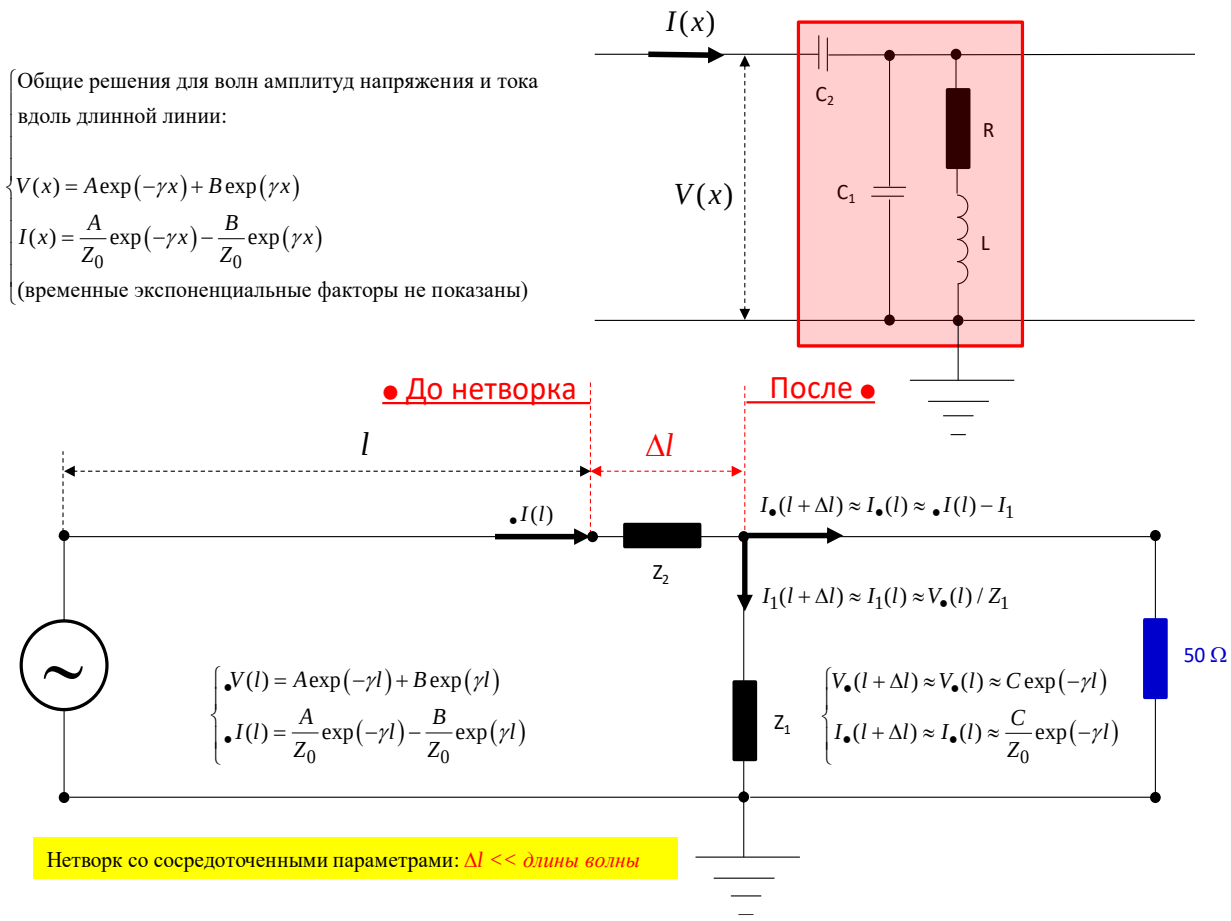


Рисунок 20 - Схема, используемая для расчета коэффициента передачи в двух портовой схеме, предложенной для тестирования.

При расположении цепи на расстоянии l от источника мы можем получить:

$$\begin{cases} {}_\bullet V(l) = A\exp(-\gamma l) + B\exp(\gamma l) \\ {}_\bullet I(l) = \frac{A}{Z_0}\exp(-\gamma l) - \frac{B}{Z_0}\exp(\gamma l) \\ V_\bullet(l) = C\exp(-\gamma l) \\ I_\bullet(l) = \frac{C}{Z_0}\exp(-\gamma l x) \end{cases} \qquad (21)$$

Кроме того, мы можем записать уравнения, связывающие токи и разности потенциалов:

$$\begin{cases} {}_{\bullet}V(l) - V_{\bullet}(l) = Z_2 \times {}_{\bullet}I(l) \\ I_{\bullet}(l) = {}_{\bullet}I(l) - I_1 \\ \\ I_1 = \dfrac{V_{\bullet}(l)}{Z_1} \end{cases} \tag{22}$$

Подставив уравнение (21) в уравнение (22), мы можем получить:

$$\begin{cases} A\exp(-\gamma l) + B\exp(\gamma l) - C\exp(-\gamma l) = Z_2\left(\dfrac{A}{Z_0}\exp(-\gamma l) - \dfrac{B}{Z_0}\exp(\gamma l)\right) \\ \dfrac{C}{Z_0}\exp(-\gamma l x) = \dfrac{A}{Z_0}\exp(-\gamma l) - \dfrac{B}{Z_0}\exp(\gamma l) - \dfrac{C\exp(-\gamma l)}{Z_1} \end{cases} \tag{23}$$

Разделив все уравнения в (23) на $A\exp(-\gamma l)$ и учитывая, что по определению $S_{11} = B / A$ и $S_{21} = C / A$, получим:

$$\begin{cases} 1 + S_{11}\exp(2\gamma l) - S_{21} = \dfrac{Z_2}{Z_0} - \dfrac{S_{11}\exp(2\gamma l)Z_2}{Z_0} \\ \dfrac{S_{21}}{Z_0} = \dfrac{1}{Z_0} - \dfrac{S_{11}\exp(2\gamma l)}{Z_0} - \dfrac{S_{21}}{Z_1} \end{cases} \tag{24}$$

Исключая $S_{11}\exp(2\gamma l)$ из (24), получаем полезную формулу, к которой можно свести другие конфигурации цепи:

$$S_{21} = \frac{2Z_0Z_1}{Z_1Z_2 + Z_0Z_2 + 2Z_0Z_1 + Z_0^2} \tag{25}$$

В нашем случае:

$$\begin{cases} Z_1 = \dfrac{iR - \omega L}{i(1 + \omega^2 C_1 L) + \omega R C_1} \\ Z_2 = \dfrac{i}{\omega C_2} \end{cases} \tag{26}$$

Где Z_0 = 50 Ом — волновое (характерное) сопротивление линии. Параметр в уравнении (25) необходимо умножить на коэффициент задержки T_{21A} в одном направлении (сравните с (15) и (16)):

$$S_{21A} = \exp(-\alpha_A(\omega) - i\beta_A(\omega)) \times \frac{2Z_0Z_1}{Z_1Z_2 + Z_0Z_2 + 2Z_0Z_1 + Z_0^2} \quad (27)$$

Поскольку рассмотренная схема является обратной (пассивные LCR компоненты и $T_{21A} = T_{12A}$), то $S_{12A} = S_{21A}$. Поэтому мы нашли все S-параметры модели двух-портовой цепи, предложенные для тестирования.

Стратегия тестирования была следующей:

- В модели, используя генераторы случайных чисел, были созданы комплексные параметры для всех сигналов в цепи E_{DF}, E_{SF}, E_{RF}, E_{LF}, E_{TF}, E_{DR}, E_{SR}, E_{RR}, E_{LR} и E_{TR} , N для каждой.
- С помощью уравнений (10)-(12) были созданы файлы S11MS.csv, S11MO.csv, S11ML.csv, S22MS.csv, S22MO.csv и S22ML.csv учитывая N частотных точек. В сценарии 2 все параметры в уравнениях (10)-(12) должны быть приравнены к нулю.
- С помощью уравнений (10)-(12) были созданы файлы S11S.csv, S11O.csv, S11L.csv, S22S.csv, S22O.csv и S22L.csv с количеством частотных точек M≠N. В сценарии 2 эти файлы не используются.
- С помощью уравнений (13) были созданы файлы S11T.csv, S21T.csv, S12T.csv и S22T.csv с количеством частотных точек M≠N. В сценарии 1 с Flush-THRU и в сценарии 2 эти файлы не используются.
- С помощью уравнений (15)-(17) были созданы файлы S11M.csv, S21M.csv, S12M.csv и S22M.csv с количеством частотных точек N.
- С помощью уравнений (13) были созданы файлы S11MT.csv, S21MT.csv, S12MT.csv и S22MT.csv с количеством частотных точек N.

Затем запускалась программа SOLT.exe, которая работала с созданными файлами. Далее, используя известную модель для двух портовых измерений с учетом 10 членов для определения ошибок, введенные сигналы E_{DF}, E_{SF}, E_{RF}, E_{LF}, E_{TF}, E_{DR}, E_{SR}, E_{RR}, E_{LR} и E_{TR} были найдены так, как будто они были неизвестны.

- Файлы S11corrected.csv, S21corrected.csv, S12corrected.csv и S22corrected.csv были созданы с дисперсией *S*-параметров цепи, которые также могут быть рассчитаны непосредственно из уравнений (15)-(16) и (27). Таким образом, проверялась возможность восстановления «чистой» дисперсии цепи с использованием S11M.csv, S21M.csv, S12M.csv и S22M.csv.

3.4.2. Тестирование сценариев 1 и 2 для полевой зависимости

Здесь всего несколько этапов были разными:

- В модели с использованием произвольных непрерывных функций (например, комплексных экспонент) дискретной переменной (серийного номера) были созданы комплексные параметры E_{DF}, E_{SF}, E_{RF}, E_{LF}, E_{TF}, E_{DR}, E_{SR}, E_{RR}, E_{LR} и E_{TR}.
- Этапы (2)-(4) такие же, как и для частотной дисперсии
- В уравнениях (15), (16) и (27) LCR-параметры цепи модулировались непрерывными функциями дискретной переменной, имитирующими «зависимости от поля». Используя уравнения (15), (16) и (27), были созданы файлы S11M.csv, S21M.csv, S12M.csv и S22M.csv с «зависимостями от поля» S-параметров и имеющие структуру, которая соответствует файлу SOLT.exe (шесть столбцов): Дискретная переменная, Re[*S*], Im[*S*], дискретная переменная, Re[*S*], Im[*S*]. Количество строк было равно Q. Гистерезис не был смоделирован.
- То же самое, что и для дисперсии.

Затем запускалась программа SOLT.exe, которая работала с созданными файлами.

- То же самое, что и для дисперсии.
- Файлы S11corrected.csv, S21corrected.csv, S12corrected.csv и S22corrected.csv были созданы с «зависимостями от поля» S-параметров

цепи, которые также могут быть вычислены непосредственно из уравнений (15), (16) и (27).

Сценарии 1 и 2 были полностью проверены. Графики тестовых расчетов мы не приводим, так как они не дают дополнительной информации.

3.5. Аналитические модели калибровочных эталонов: экспериментальная верификация простейшего случая

По этому вопросу рекомендуется применение **Note 8510-5B** от Agilent, которое можно свободно загрузить из Интернета. Обычно схемы используются в качестве моделей калибровочных эталонов, где:

$$\begin{cases} \text{SHORT:} \\ R_S = 0 \\ C_S = 0 \\ L_S(f) = L_0 + L_1 \times f + L_2 \times f^2 + L_3 \times f^3 \\ (\text{cubic polynomial; } f - \text{ frequency}) \end{cases} \tag{28}$$

$$\begin{cases} \text{OPEN:} \\ C_O(f) = C_0 + C_1 \times f + C_2 \times f^2 + C_3 \times f^3 \\ (\text{cubic polynomial; } f - \text{ frequency}) \end{cases} \tag{29}$$

$$\begin{cases} \text{LOAD:} \\ R_L = 50 \\ C_L = 0 \\ L_L = 0 \end{cases} \tag{30}$$

LC-параметры в уравнениях (28) и (29) оказываются функциями частоты, что является экспериментально наблюдаемым фактом. Эти функции стандартно аппроксимируются кубическими многочленами. Что касается распределенных параметров T_{21} (ω) и T_{12} (ω), выраженных через комплексные экспоненты, то они могут включать как фазовые, так и релаксационные аргументы. Более того, допускается также, что характеристическое сопротивление этих линий может отличаться от характеристического импеданса системы. В коммерческих калибровочных наборах (механических или электронных) модели, описываемые

уравнениями (28)- (30), уже созданы и сохранены. Также пользователь может попробовать создать модели по собственным стандартам, что является непростой задачей. Приведем здесь выдержку из мануала Note 8510-5B, упомянутого выше:

«Модификация калибровочного комплекта дает возможность адаптироваться к калибровке измерений в других типах разъемов или генерировать более точные модели ошибок из существующих комплектов. При наличии соответствующих стандартов модификация комплекта Cal может быть использована для установления плоскости отсчета в той же среде передачи, что и испытательные устройства, и в указанной точке, как правило, в точке соединения/вставки устройства. После калибровки результирующая измерительная система, включая любые адаптеры, которые снижают направленность системы, полностью корректируется, а систематические погрешности измерений математически удаляются. Кроме того, функция модификации позволяет пользователю вводить более точные физические определения для стандартов в данном наборе Cal»

Используя калибровочные стандарты на печатной плате (сценарий 2), мы можем предположить, что они идеальны: $L_S\,(f) = 0$, $C_O\,(f) = 0$ и $T_{21}\,(\omega) = T_{12}\,(\omega) = 1$ (без потерь и нулевое время задержки). Это самая простая модель. Однако в случае со стандартами печатных плат она оказывается достаточно точной до нескольких гигагерц. В современных анализаторах предусмотрен специальный тип калибровочных эталонов, называемый «Идеальный калибровочный комплект», для применения такой калибровки. В устаревших анализаторах, где такая опция отсутствует, мы могли бы попытаться модифицировать модель для калибровочного комплекта, сделав ее идеальной.

На рисунке 23 показан пример дисперсии импеданса аморфного микропровода, измеренной с помощью модифицированной калибровки SOLT (идеальный калибровочный комплект пользователя, созданный на VNA).

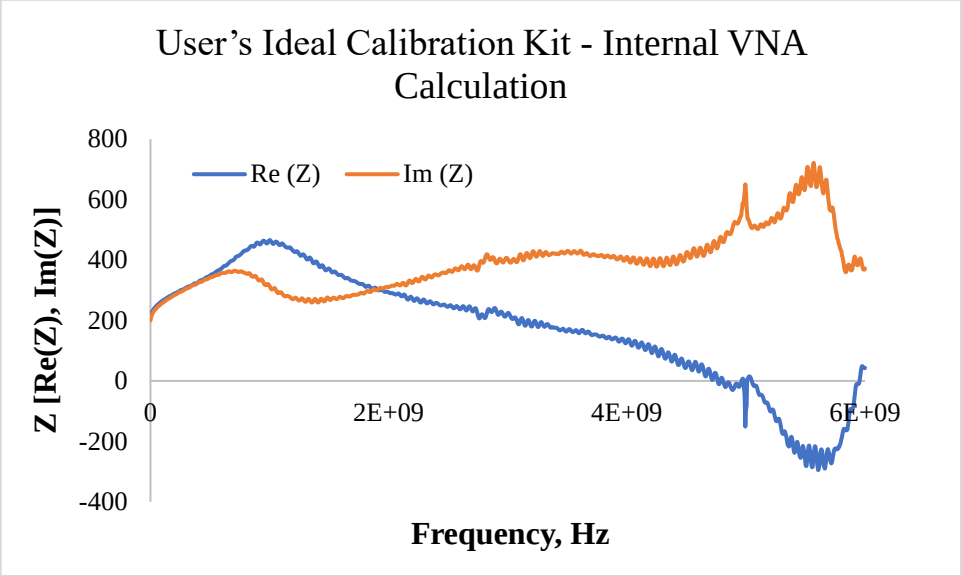


Рисунок 21 - Дисперсии импеданса аморфного $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (d=25 мкм и D=35 мкм) микропровода, полученного с помощью пользовательского идеального калибровочного комплекта, созданного на VNA.

Из приведенного выше рисунка видно, что реальная часть импеданса начинает уменьшаться с увеличением частоты, становясь отрицательной, в то время как мнимая часть растет, становясь положительной. Это нефизическое поведение вызвано временной задержкой, которая может зависеть от свойств материала провода или ее покрытия, поскольку образцы провода с почти одинаковым диаметром металлического сердечника могут демонстрировать совершенно разные времена задержки. Для устранения этого эффекта с помощью созданной программы была применена дополнительная корректировка. Процедура расчета временной задержки и фазового сдвига описана в следующем разделе.

3.6. Процедуры расчета временной задержки и фазового искажения

При измерении S_{21}-параметра образца во всем диапазоне используемых частот можно отобразить фазу на экране VNA. При этом наблюдается хотя бы один скачок фазы. Используя МАРКЕР на передней панели VNA, можно определить предельные частоты от f_l и до f_h ($[f_l, f_h] \in [f_{min}, f_{max}]$), в диапазоне которых фаза имеет почти линейное поведение. Заметим, что для некоторых

образцов f_l и f_h могут совпадать с калибровочными частотами f_{min} и f_{max}. Далее нужно сохранить результаты измерения S_{21}-параметра в файле **S21.csv** с тремя столбцами: Частота (Гц), Re[S21], Im[S21].

В файле S21.csv нужно отбросить частоты, меньшие f_l и большие f_h, использованные при измерении. Подготовленный файл помещается в отдельную папку вместе с консольным приложением "DelayTimeRecovery.exe". Консольное приложение рассчитает время задержки для данного образца и сохранит его в файле **Delay_time_along_sample.txt**.

Полученное время задержки будет использоваться в консольных приложениях "PhaseRemovalDispersion.exe" или "PhaseRemovalField.exe" для коррекции зависимости измеренного параметра S_{21} от частоты или поля. Эти консольные приложения также будут вычислять импеданс (его частотную или полевую зависимости). Спектры импеданса после фазовой компенсации показаны на рисунке 24.

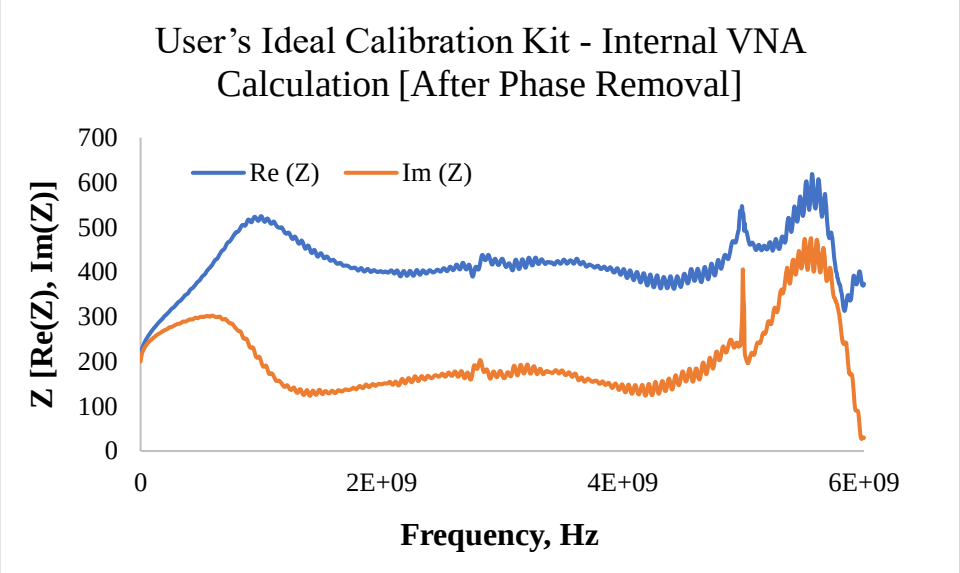


Рисунок 22 - Дисперсии импеданса аморфного $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (d=25 мкм и D=35 мкм) микропровода, полученные с помощью пользовательского идеального калибровочного комплекта, созданного на VNA после компенсации сдвига фазы [65].

Резонанс, наблюдаемый на частоте около 5 ГГц, представляет собой паразитный электрический резонанс, связанный с открытыми терминалами на калибровочной ячейке печатной платы. Его нельзя убрать, и в этом частотном диапазоне необходима своего рода плавная интерполяция. Эти резонансы хорошо локализованы и могут быть легко заменены гладкими функциями.

ГЛАВА 4: РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

В данной главе представлены экспериментальные данные о статических магнитных свойствах и импедансных характеристиках исследуемых образцов. Представлены результаты о влиянии отжига электрическим током на петли гистерезиса и, соответственно, на МИ характеристики при воздействии механических напряжений и температуры (для микропроводов с низкой температурой Кюри, T_c).

Исследование было разделено на две части: i) изучение высокочастотного импеданса при воздействии механического напряжения (стресс-МИ), что может быть интересно для разработки миниатюрных датчиков механических напряжений, ii) изучение высокочастотного МИ вблизи температуры Кюри (T_c) для разработки датчиков температуры. Для первой части использовались три типа образцов (далее – образцы 1, 2 и 3, приведенные в Таблице 1), для второй – два типа (обозначаются как образцы 4 и 5, см. Таблицу 1).

4.1. Стресс- МИ на повышенных частотах (ГГц область)

4.1.1. DC свойства АФМ из сплавов на основе Co

В аморфных материалах магнитокристаллическая анизотропия мала из-за усредняющего эффекта обменного взаимодействия. Другой важный вклад в энергию магнитной анизотропии E_m вносят магнитоупругие взаимодействия. С помощью отжига в магнитном поле или в присутствии механических напряжений также можно сформировать одноосную индуцированную анизотропию. Если анизотропия формы не важна, E_m имеет вид:

$$E_m = E_{cr} + E_u + E_{me} \quad (31)$$

$$E_{cr} = -K(\boldsymbol{n_k} \cdot \boldsymbol{m})^2,\ E_u = -K_u(\boldsymbol{n_u} \cdot \boldsymbol{m})^2,\ E_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_s(\hat{\sigma}\boldsymbol{m}) \cdot \boldsymbol{m}, \quad (32)$$

В уравнениях (32) K, K_u и $\boldsymbol{n_k}, \boldsymbol{n_u}$ – величины и направления усредненной кристаллической анизотропии и индуцированной анизотропии, соответственно, $\boldsymbol{m} = \boldsymbol{M}/M_s$ - единичный вектор намагниченности, M_s - намагниченность

насыщения, λ_s константа магнитострикции, $\hat{\sigma}$ – тензор механических напряжений, который включает внутренние напряжения $\hat{\sigma}_{in}$ и внешние $\hat{\sigma}_{ex}$. Соответственно, существует широкая возможность варьировать магнитную структуру аморфных микропроводов.

Для исследования влияния механических напряжений на МИ были выбраны микропровода из сплавов на основе Co с очень близким относительным содержанием Co и Fe (см. Таблицу 1). Ожидалось, что все они будут иметь отрицательную и небольшую константу магнитострикции и наклонную петлю гистерезиса. Измерения показали, что образцы 1 и 3 действительно имели отрицательную магнитострикцию $\lambda_s = -10^{-7}$ и $-1.8 \cdot 10^{-7}$, соответственно [91,93]. Образец 2 имел положительную магнитострикцию порядка 10^{-6} [92], что объяснялось частичной кристаллизацией в процессе производства из-за большего диаметра.

На рисунке 25 представлены петли гистерезиса для всех образцов. Интересно, что образец 1 имел прямоугольную петлю гистерезиса, несмотря на отрицательную магнитострикцию. Это может быть обусловлено остаточной магнитокристаллической анизотропией E_{cr}, направленной вдоль оси, поскольку величина λ_s мала. Образец 2 также демонстрирует прямоугольную петлю в соответствии с $\lambda_s > 0$. В данном случае вклад от E_{cr} может быть значительным. Несимметричная форма петли гистерезиса для этого образца обусловлена неточностью численного интегрирования при быстром перемагничивании. Образец 3 демонстрировал стандартную наклонную петлю с небольшим гистерезисом, так как $E_{me} > E_{cr}$, и $\lambda_s < 0$.

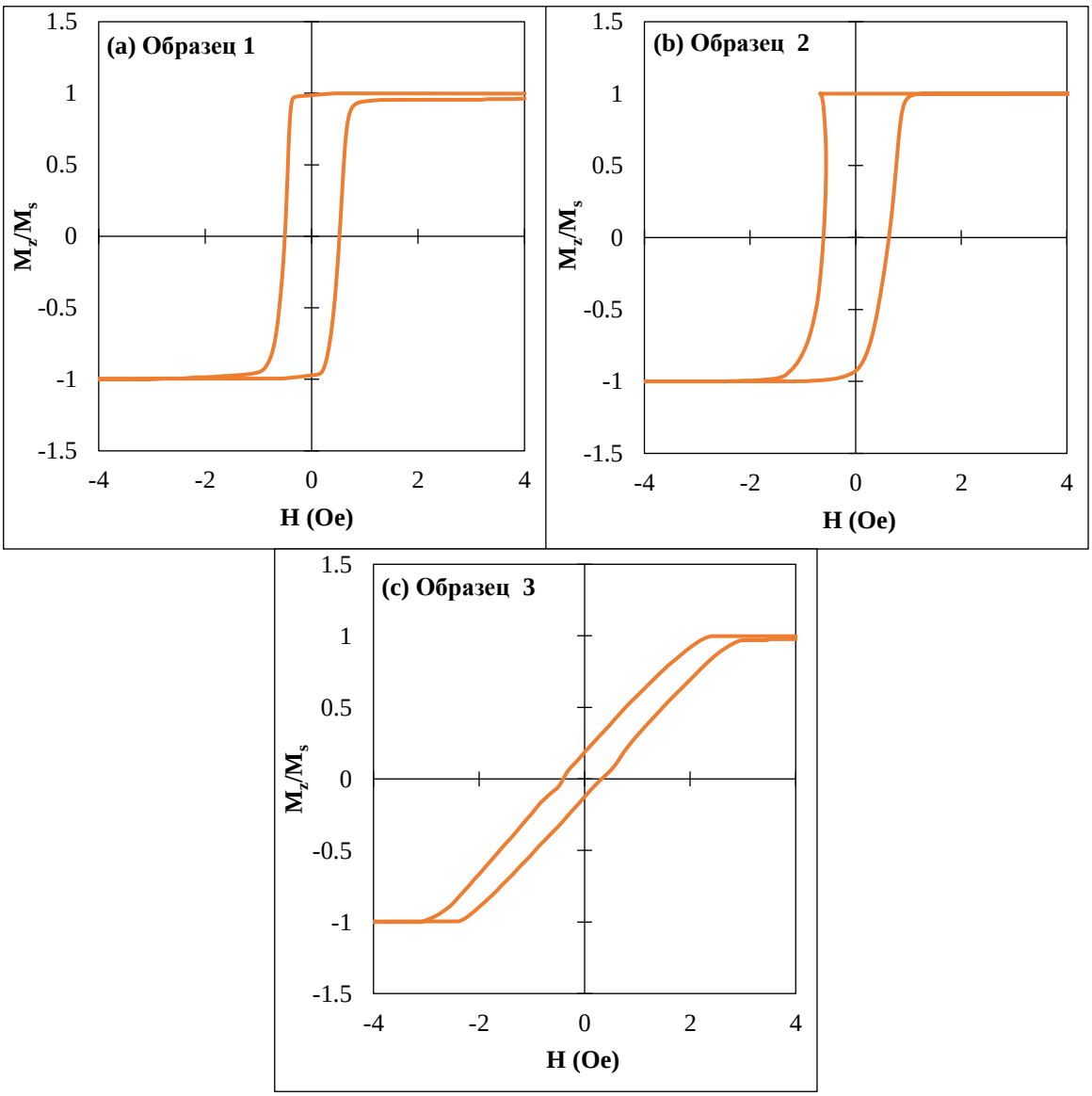


Рисунок 23 - Петли гистерезиса в магнитном поле вдоль оси проводов при комнатной температуре для образцов 1-3 составов: (**a**) 1- $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (*d*/*D*=25/35 мкм)**,** (**b**) 2- $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (*d*/*D*=35/43 мкм) и (**c**) 3- $Co_{66,6}Fe_{4,28}B_{11,51}Si_{14,48}Ni_{1,44}Mo_{1,69}$ (*d*/*D*=14/26 мкм). M_z - компонента намагниченности вдоль оси провода.

Известно, что отжиг в магнитном поле при температурах, меньших температуры Кюри, приводит к формированию одноосной анизотропии вдоль поля [97]. Отжиг также влияет на магнитострикцию, что обусловлено структурной релаксацией и модификацией атомной координации [97-99].

Для анализа возможного влияния индуцированной анизотропии на магнитную структуру и МИ при воздействии механических напряжений

применяли отжиг током (I_{an}), который приводит к нагреву в циркулярном магнитном поле. То есть, такой отжиг должен приводить к индуцированной циркулярной анизотропии E_u. Значительное влияние индуцированной анизотропии наблюдалось в проводах с малой магнитострикцией (образец 1), как видно из рисунка 26 a. Отжиг током 50-60 мА изменяет форму кривой намагниченности, которая становится наклонной из-за увеличивающегося вклада индуцированной циркулярной анизотропии. Если сила тока при отжиге приводит к температурам выше температуры Кюри ($I_{an} > 65$ мA), индуцированная анизотропия не формируется, но может увеличиваться константа магнитострикции. Это усиливало осевую легкую анизотропию, и кривая намагниченности снова приобретает прямоугольную форму. В случае высокой и положительной магнитострикции (образец 2) индуцированная анизотропия была недостаточной по сравнению с магнитоупругой анизотропией, и легкая ось анизотропии оставалась вдоль провода (рисунок 26 b). Между тем отжиг приводил к увеличению коэрцитивности, что свидетельствует об увеличении E_{me} за счет увеличения константы магнитострикции. Интересно, что для образца 3 отжиг с небольшими значения I_{an} не приводил к существенному изменению петли гистерезиса (рисунок 26 c).

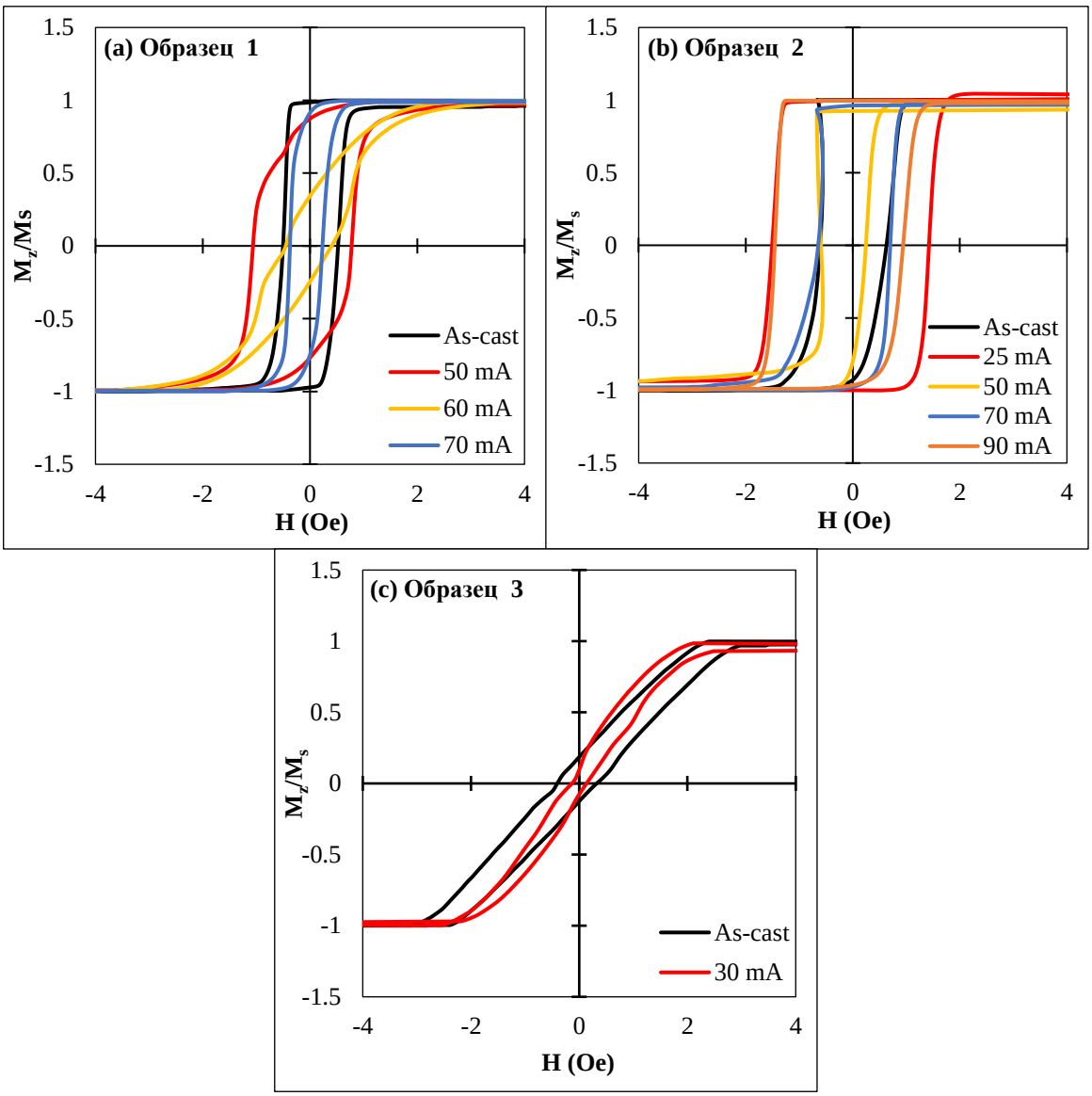


Рисунок 24 – Петли гистерезиса для образцов 1-3 до и после отжига постоянным током в течение 30 минут с различными I_{an} при комнатной температуре: (**a**) 1- $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (*d*/*D*=25/35 мкм)**,** (**b**) 2- $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (*d*/D=35/43 мкм) и (**c**) 3- $Co_{66,6}Fe_{4,28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ (*d*/D=14/26 мкм). M_z - компонента намагниченности вдоль провода.

4.1.2. Эволюция МИ характеристик с различной магнитной структурой при увеличении частоты

Выбранный набор образцов и использование токового отжига позволило проанализировать МИ характеристики в зависимости от частоты и магнитной структуры. Известно, что при высоких частотах, когда глубина скин-слоя

оказывается значительно меньше, чем радиус провода, импеданс пропорционален [100]:

$$Z \sim \sqrt{\tilde{\mu}} \cos^2\theta + \sin^2\theta \qquad (33)$$

В уравнение (33) входит угол θ, который задает статическую ориентацию вектора намагниченности по отношению к оси провода. Он определяется минимизацией магнитной энергии (31) и энергии Зеемана во внешнем магнитном поле. Параметр $\tilde{\mu}$, который определяется через компоненты тензора магнитной восприимчивости [100], соответствует циркулярной динамической магнитной проницаемости (в системе координат относительно статической ориентации вектора намагниченности). Таким образом, если рассматривать изменение импеданса под действием внешних факторов, то вклад дают оба процесса: изменение ориентации статической намагниченности и изменение дисперсии магнитной проницаемости.

На рисунке 27 представлены МИ характеристики (зависимость импеданса от поля) для образца 1 при различных частотах. Провод в исходном состоянии при невысоких частотах (< 200MHz) демонстрирует пик импеданса, что соответствует уравнению (33) с $\theta = 0$. При увеличении частоты пик раздваивается, что может быть обусловлено изменением анизотропии в поверхностном слое. Однако при дальнейшем увеличении частоты наблюдаемые пики не связаны с изменением в ориентации статической намагниченности, а обусловлены резонансном поведении $\tilde{\mu}$. На частоте около 1 ГГц относительное изменение импеданса

$$\frac{\Delta Z}{Z_0} = \left|\frac{Z(H) - Z_0}{Z_0}\right|, Z_0 = Z(H = 0) \qquad (34)$$

составило около 10%/Э. Эта чувствительность оказывается выше, чем при низких частотах, и оставалась на уровне 5–7%/Э до 1,5 ГГц, в то время как максимальная чувствительность на 0,1 ГГц составляла всего 4,5%/Э. При дальнейшем увеличении частоты наблюдается слабый рост импеданса с полем,

так как эти частоты требуют более высоких полей для ферромагнитного резонанса. Аналогичные импедансные характеристики наблюдались для образца 2, который также имел осевую легкую анизотропию. Такое поведение говорит о том, что в случае осевой анизотропии изменение значения анизотропии может сильно влиять на импеданс на повышенных частотах.

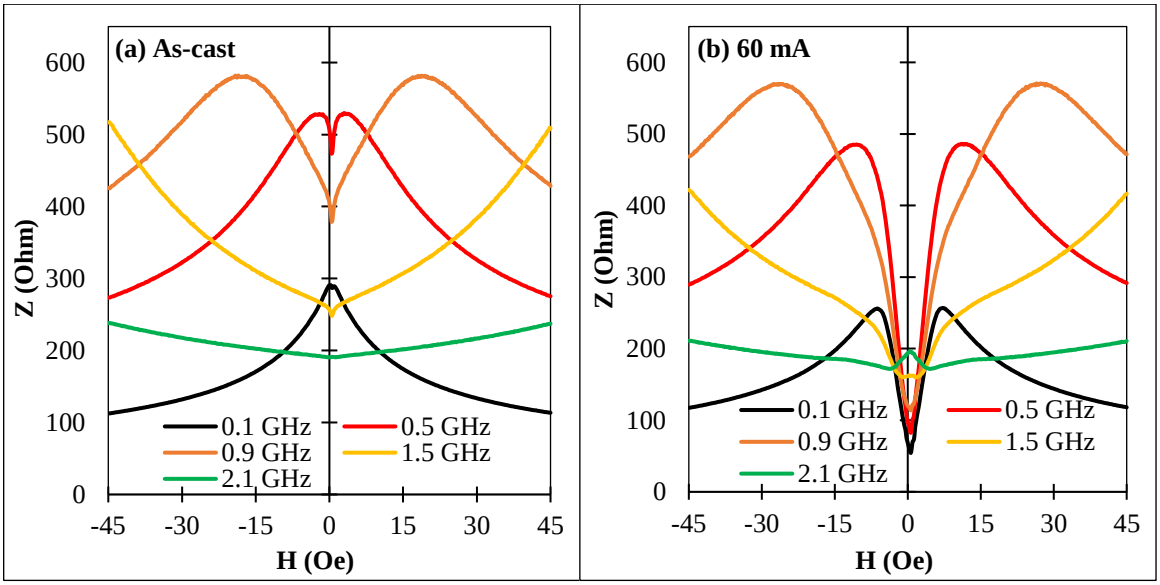


Рисунок 25 – Зависимость импеданса от магнитного поля при различных частотах для образца 1 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, *d*/D=25/35 мкм): (**a**) - в исходном состоянии и (**b**) -после отжига током в течение 30 минут с I_{an} = 60 мА. Z соответствует амплитуде импеданса.

После оптимального токового отжига образец 1 имел индуцированную циркулярную анизотропию. Спектры импеданса показаны на рисунке 27(b). Изменение анизотропии приводит к изменению формы МИ характеристик, которая теперь имеет два симметричных пика, так как имеется вклад от ориентации статической намагниченности (угол θ изменяется от $\pi/2$ до 0 при изменении поля от 0 до $\pm H_K$, H_K- эффективное поле анизотропии). Изменение ориентации намагниченности дает наиболее чувствительный вклад в импеданс. Так, максимальная чувствительность на 1 ГГц составляла около 50%/Э и около 15%/Э для частоты 1,5 ГГц. Отметим здесь также, что после отжига магнитострикция этого образца была положительной. Комбинация циркулярной

(или спиральной) анизотропии и положительной магнитострикции представляет интерес для реализации большого изменения импеданса в нулевом поле при воздействии механических напряжений [89], как обсуждается в следующем разделе.

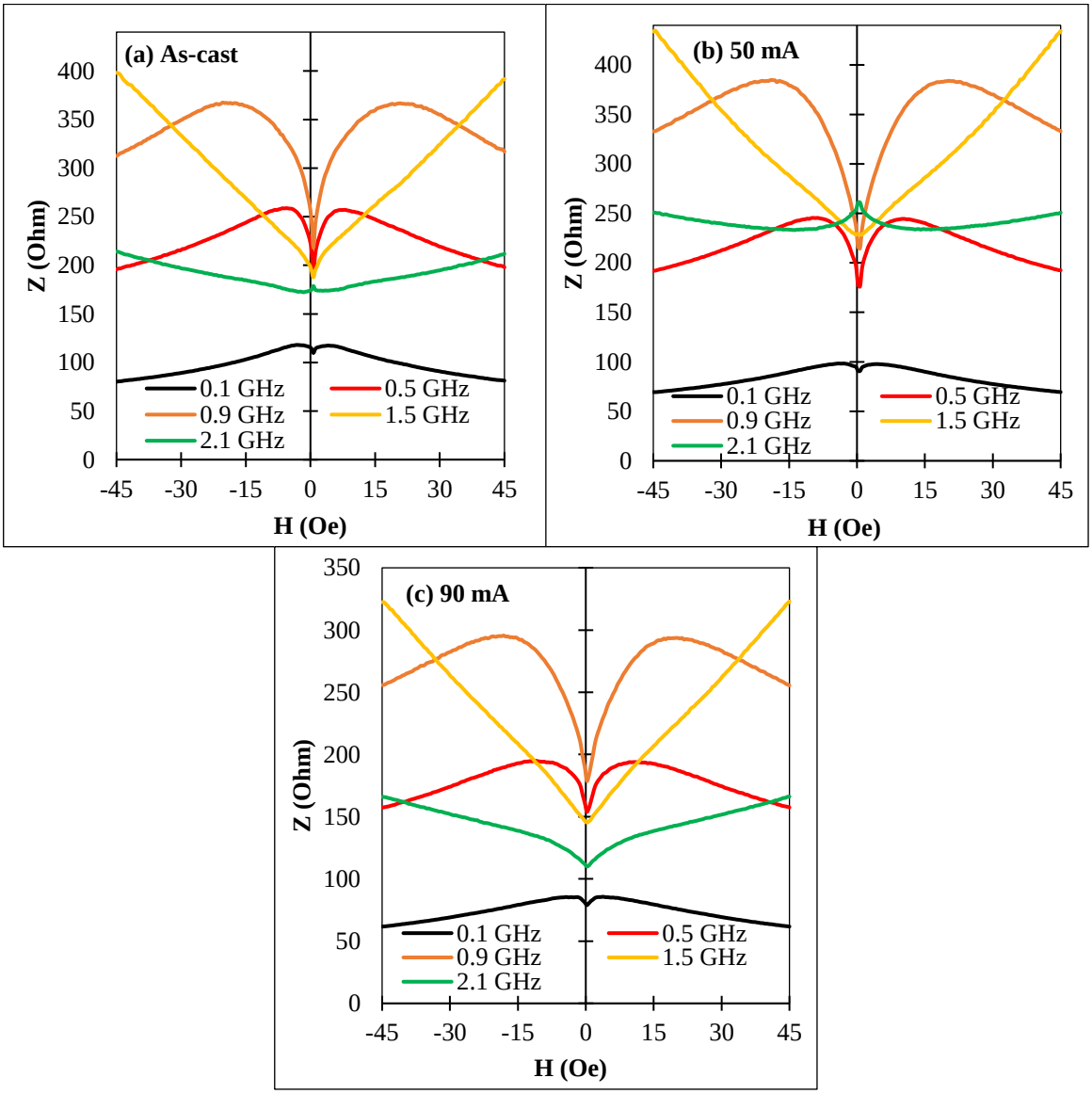


Рисунок 28 – Зависимость импеданса от магнитного поля при различных частотах для образца 2 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, *d/D*=35/43 мкм). (**a**) - в исходном состоянии, (**b**) -после отжига током в течение 30 минут при I_{an} = 50 мА и (**c**) -при I_{an} = 90 мА. *Z* соответствует амплитуде импеданса.

Образец 2- частично кристаллизованный микропровод- обладал осевой анизотропией вне зависимости от отжига. Частотные зависимости импеданса для этого случая представлены на рисунке 28. При низких частотах наблюдаются МИ

характеристики с одним пиком. После отжига током, значение импеданса в нулевом поле уменьшается, что свидетельствует об увеличении осевой анизотропии за счет увеличения магнитострикции. При увеличении частоты, формы МИ характеристик меняются в соответствии с дисперсией магнитной проницаемости, как обсуждалось выше.

Образец 3 в исходном состоянии имел циркулярную анизотропию и демонстрировал значительные изменения импеданса за счет вращения намагниченности вплоть до высоких частот (>2 ГГц), как показано на рисунке 29a. Соответствующие чувствительности составляли 42%/Oe при 1,5 ГГц и 26,6%/Oe при 2,1 ГГц. Отжиг током приводил к уменьшению циркулярной анизотропии (кривая гистерезиса более крутая после отжига), кроме того, отжиг приводил к положительной магнитострикции, которая может дать вклад в осевую составляющую анизотропии, особенно в поверхностных областях. Поэтому в этом случае значительное изменение импеданса за счет переориентации намагниченности становится незначительным при увеличении частоты, как следует из рисунка 29 b.

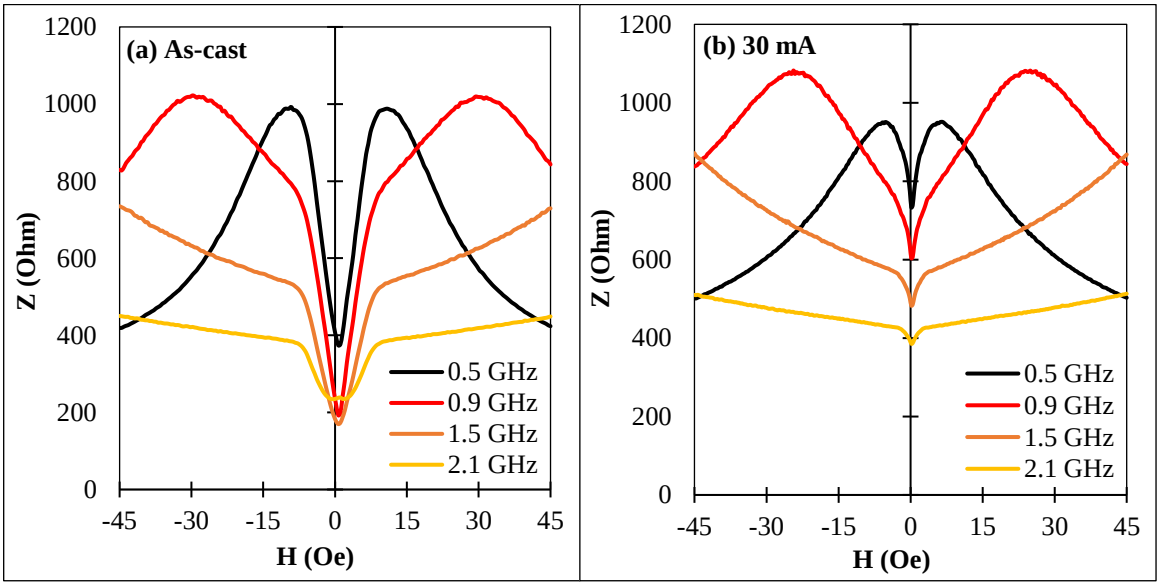


Рисунок 26 - Зависимость импеданса от магнитного поля для различных частот для образца 3 состава $Co_{66.6}Fe_{4.28}B_{11.51}Si_{14.48}Ni_{1.44}Mo_{1.69}$ (*d/D*=14/26 мкм): (**a**) - в исходном состоянии и (**b**) -после токового отжига в течение 30 минут при I_{an} = 30 мА. *Z* соответствует амплитуде импеданса.

4.1.3. Влияние растягивающего напряжения на импеданс

Если в микропроводе реализована комбинация осевой анизотропии и отрицательной магнитострикции или циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции, то внешние растягивающие напряжения будут вызывать переориентацию намагниченности, так как магнитоупругая анизотропия действует в противовес кристаллической или индуцированной анизотропии [83]. Такая комбинация реализуется в образце 1 до отжига (осевая анизотропия и отрицательная магнитострикция) и после отжига (циркулярная анизотропия и положительная магнитострикция). Изменение МИ характеристик под действием растягивающих напряжений σ_{ex} для этого образца представлено на рисунке 30. При нулевом магнитном поле импеданс исходного образца уменьшается при увеличении σ_{ex}, так как эти напряжения разворачивают намагниченность от оси к окружности (угол θ изменяется от 0 до ~ $\pi/2$). Образец после отжига током демонстрирует обратную тенденция в соответствии с изменением угла θ от ~ $\pi/2$ до 0.

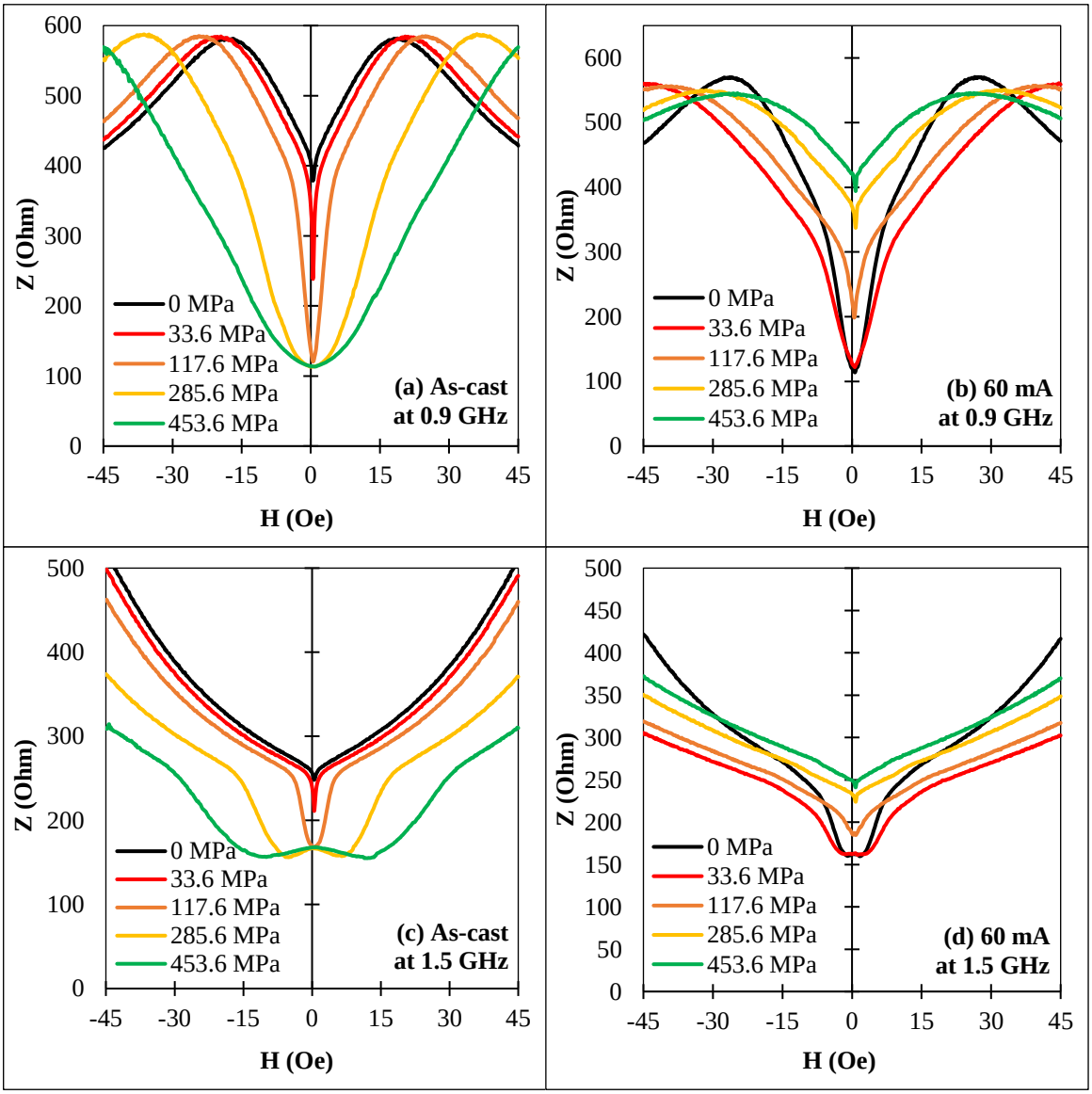


Рисунок 30 - Влияние растягивающего напряжения на МИ характеристики для образца 1 состава $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (*d/D*=25/35 мкм) в исходном состоянии (**a,c**) и после отжига в течение 30 минут с I_{an} = 60 мА (**b,d**) для разных частот. Z соответствует амплитуде импеданса.

Наиболее сильное изменение импеданса в результате воздействия σ_{ex} наблюдалось для провода после отжига током, который имел комбинацию индуцированной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции. Очень большой стресс-МИ сохраняется до частот ~ 1 ГГц, как показано на рисунке 31. Для диапазона 300 МПа импеданс увеличился почти в четыре раза на частоте 0,5 ГГц, и на 60% при частоте 1,5 ГГц.

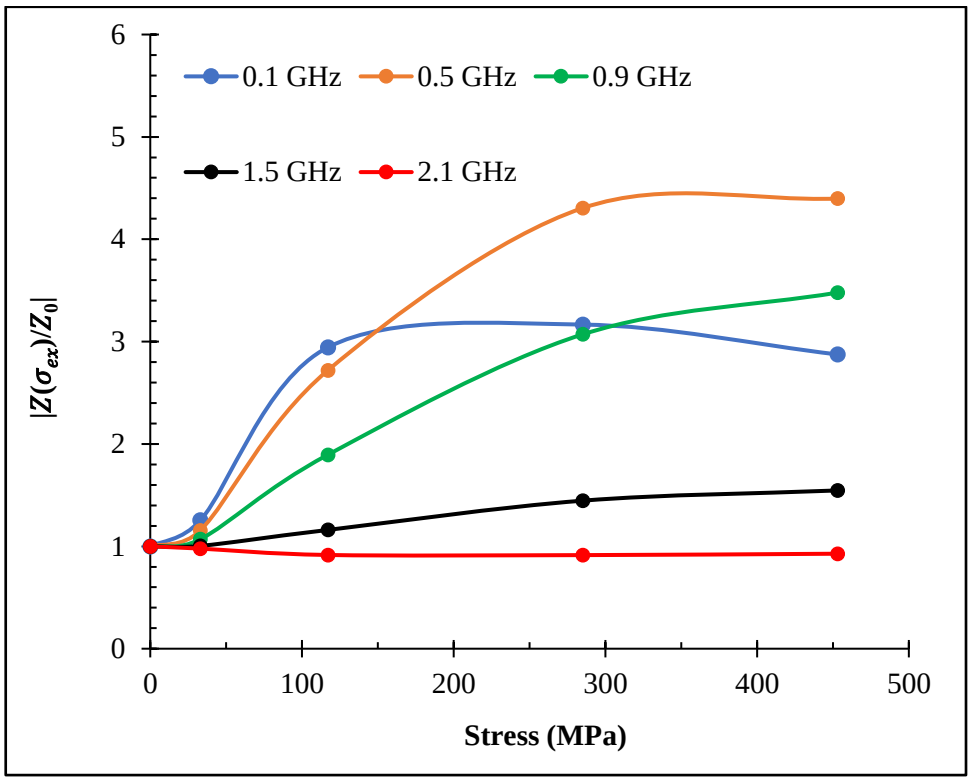


Рисунок 27 - Зависимость модуля импеданса при нулевом поле $|Z|(H=0)$для образца 1 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, *d/D*=25/35 мкм) после отжига током в течение 30 мин при I_{an} = 60 мА для различных частот. $|Z(\sigma_{ex})/Z_0| = |Z(H=0,\sigma_{ex})/Z(H=0,\sigma_{ex}=0)$. σ_{ex} – внешнее растягивающее напряжение.

В случае осевой анизотропии и положительной магнитострикции влияние растягивающего напряжения на МИ может быть обусловлено изменением анизотропии и ее влиянием на частотную дисперсию магнитной проницаемости [65]. На высоких частотах этот эффект оказывается более значительным, чем эффект переориентации намагниченности. На низких частотах значения импеданса уменьшаются с увеличением осевой анизотропии (то есть с увеличением растягивающего напряжения), поскольку импеданс зависит главным образом от поведения начальной вращательной проницаемости, которая обратно пропорциональна анизотропии. С увеличением частоты более высокая анизотропия лучше соответствует условиям ферромагнитного резонанса, и магнитная проницаемость в этой частотной области увеличивается с увеличением анизотропии. В промежуточной области частот наблюдалась немонотонная зависимость импеданса от анизотропии (и напряжения).

Эволюция поведения МИ при воздействии σ_{ex} для образца 2 с осевой анизотропией показана на рисунке 32.

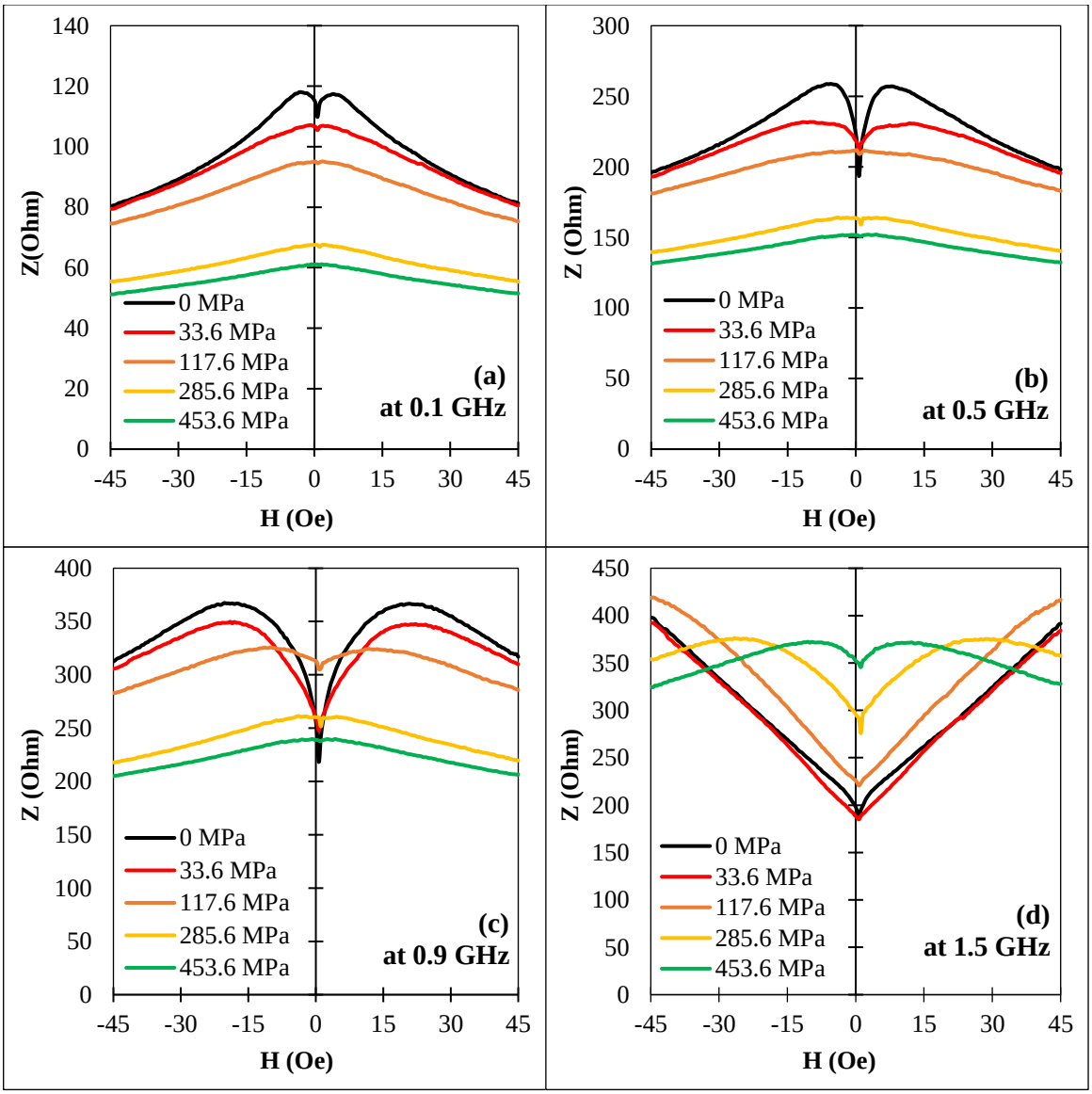


Рисунок 32 – МИ характеристики для образца 2 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, *d*/D=35/43 мкм) в исходном состоянии для различных значений σ_{ex}. (**a**) 0,1 ГГц, (**b**) 0,5 ГГц, (**c**) 0,9 ГГц и (**d**) 1,5 ГГц. Z соответствует амплитуде импеданса [65].

Токовый отжиг приводит к увеличению магнитострикции и, соответственно, к увеличению магнитоупругой анизотропии. Это подтверждается уменьшением импеданса в нулевом поле на низких частотах (<100 МГц) при увеличении тока отжига (см. Рисунок 28). Для $I_{an} = 90$ mA, монотонное увеличение импеданса (при нулевом поле) наблюдалось до частот в несколько ГГц при воздействии растягивающего напряжения, как показано на рисунке 33.

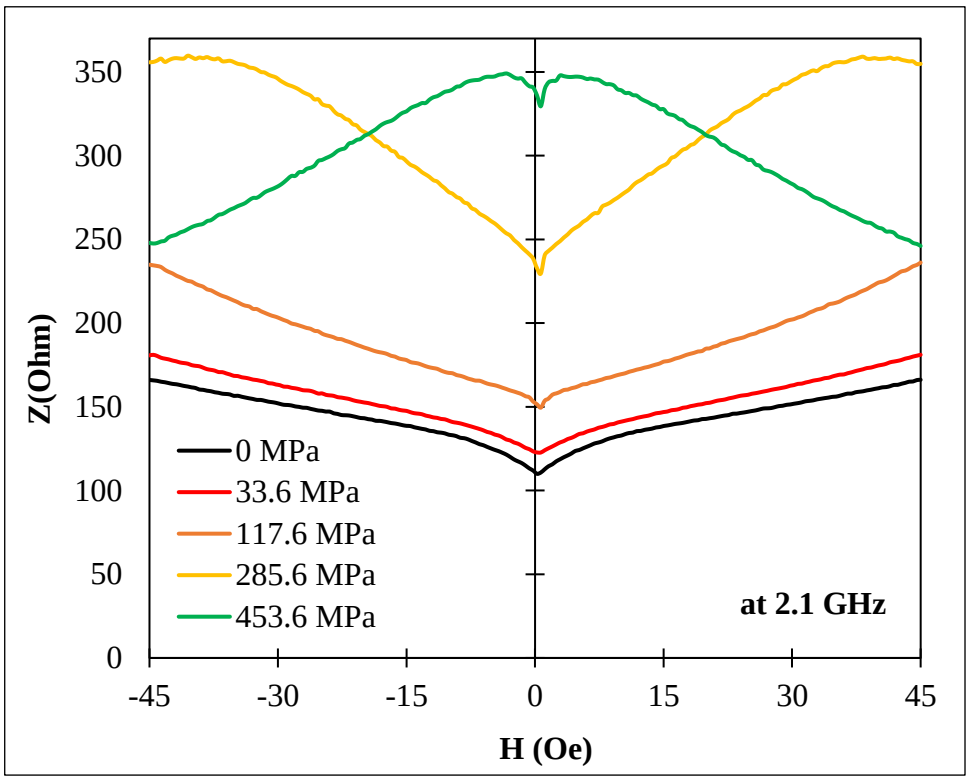


Рисунок 28 - Влияние растягивающего напряжения на поведение МИ на частоте 2,1 ГГц для образца 2 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, *d/D*=35/43 мкм) после отжига током в течение 30 минут при $I_{an} = 90\ mA$. Z соответствует амплитуде импеданса.

На рисунке 34 приводится сравнение поведения импеданса в нулевом поле в зависимости от σ_{ex} для образца 2 после различных условий отжига. Видно, что с увеличением тока отжига чувствительность импеданса к напряжению снижается на более низких частотах, но увеличивается на более высоких частотах. Так, для провода, отожженного током 90 мА, импеданс увеличивался примерно на 300% при $\sigma_{ex} = 450$ Мпа [65].

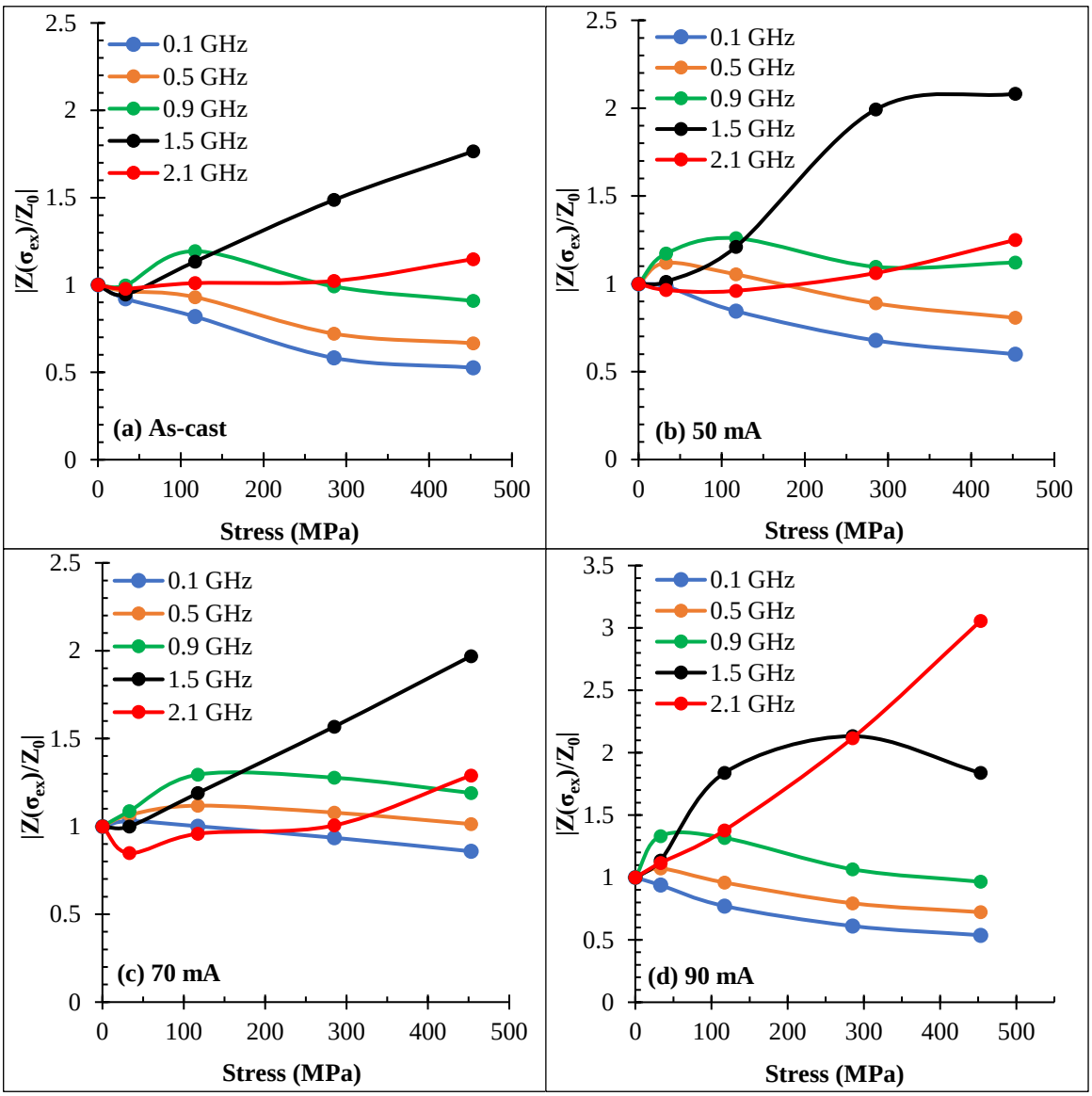


Рисунок 29 - Зависимость модуля импеданса для различных частот при нулевом поле Z(H = 0) для образца 2 ($Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$, d/D=35/43 мкм), в исходном состоянии (**a**) и после отжига током в течение 30 минут с различными I_{an}: 50 мА (**b**), 70 мА (**c**) и 90 мА (**d**)) мА. $|Z(\sigma_{ex})/Z_0| = |Z(H = 0, \sigma_{ex})/Z(H = 0, \sigma_{ex} = 0)$.

В случае образца 3 с циркулярной анизотропией и отрицательной магнитострикцией воздействие растягивающего напряжения приводило к увеличению циркулярной анизотропии и, таким образом, влияние σ_{ex} сводилось к расширению кривых импеданса, как показано на рисунке 35.

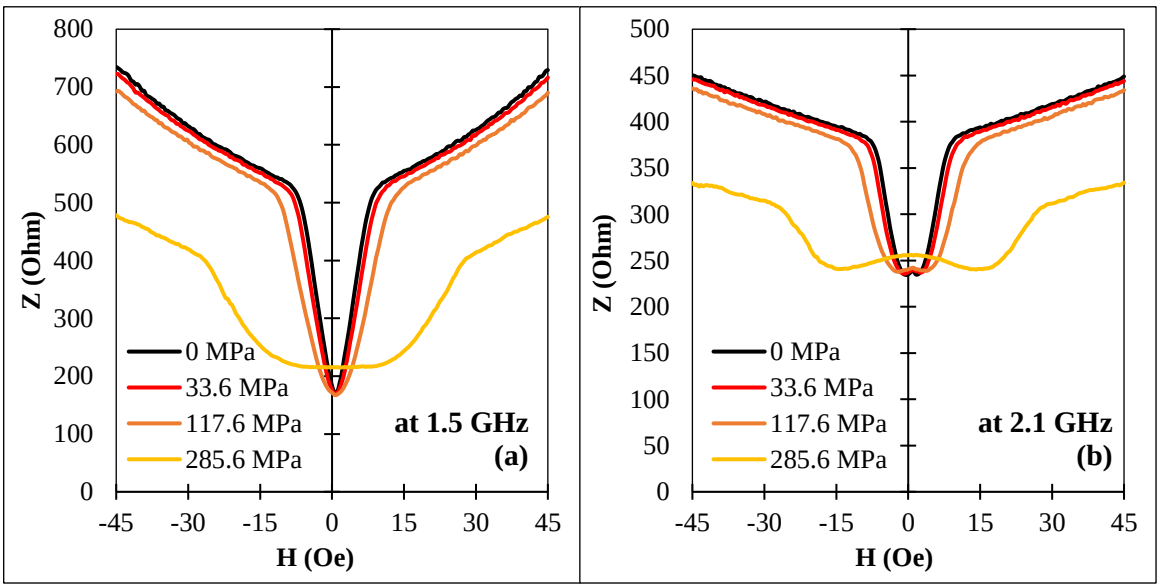


Рисунок 30 - Влияние растягивающего напряжения на МИ характеристики для образца 3 в исходном состоянии ($Co_{66,6}Fe_{4,28}B_{11,51}Si_{14,48}Ni_{1,44}Mo_{1,69}$, *d*/D=14/26 мкм) при разных частотах: (**a**) 1,5 ГГц и (**b**) 2,1 ГГц. *Z* соответствует амплитуде импеданса.

В этом случае значительные изменения импеданса под действием σ_{ex} возможны в присутствии дополнительных полей смещения.

4.2. Влияние температуры на МИ (вблизи температуры Кюри, T_c) на повышенных частотах (ГГц область)

Вблизи температуры Кюри намагниченность насыщения M_s уменьшается, соответственно, уменьшаются и другие магнитные параметры, такие как константы анизотропии и магнитострикции. Это приведет к изменениям в поведении МИ вблизи T_c, как было показано в ряде работ [101-104]. Поскольку характер МИ зависимостей различный для циркулярной и осевой анизотропий, ожидается, что и изменение МИ вблизи T_c будет различным для микропроводов с такими типами анизотропии. Кроме того, представляет интерес исследовать температурное поведение импеданса вблизи T_c на микроволновых частотах порядка ГГц. Надо отметить, что изменение M_s и других зависящих от нее параметров происходит значительно медленней в аморфных сплавах по сравнению с кристаллическими сплавами. Это приведет к плавной

температурной зависимости, что важно для разработки сенсоров с широким рабочим диапазоном. Кроме того, МИ в аморфных сплавах вблизи фазового перехода в парамагнитное состояние может быть использован для исследования критического поведения динамических магнитных параметров, например, магнитной проницаемости. Выбирая провода из сплавов, обладающих положительной или отрицательной магнитострикцией, можно реализовать два предельных типа анизотропии: осевую или циркулярную.

Для исследования были выбраны аморфные ферромагнитные микропровода из двух разных сплавов: $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ (образец 4, T_c = 48 ℃) и $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ (образец 5, T_c = 61 ℃) с разным типом анизотропии, циркулярной и осевой, соответственно. Известно, что аморфные микропровода в стеклянной оболочке могут демонстрировать значительную температурную зависимость статических магнитных свойств, обусловленную релаксацией внутренних механических напряжений, что также проявляется уже при температурах порядка 40-80 ℃ [62,105]. Для устранения температурных эффектов, не связанных с приближением к температуре фазового перехода, проводился отжиг с помощью электрического тока.

4.2.1. Влияние температуры на петли гистерезиса вблизи T_c

На рисунке 36 a, b показаны кривые гистерезиса для разных температур для образца 4 (состава $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$). Видно, что они имеют наклонную форму и с увеличением температуры намагниченность насыщения M_s уменьшается, но при этом форма кривой намагничивания сохраняется до температур близких к T_c. При увеличении температуры выше 45 ℃ (то есть $(1-\frac{T}{T_c}(K)) < 0.009$) сигнал напряжения, индуцируемый при перемагничивании, становится нерегулярным и исчезает при достижении T_c. Следует отметить, что поле анизотропии H_k уменьшается по мере приближения к T_c, что соответствует уменьшению константы анизотропии K быстрее, чем намагниченности: $H_k = \frac{2K}{M_s},\ K \propto {M_s}^n, n = 2-3$ [106].

Отжиг не приводит к изменению характера перемагничивания, так как в этом случае температура отжига выше температуры Кюри и индуцированная анизотропия не образуется. Отжиг частично снимает внутренние напряжения. Между тем, сравнивая кривые гистерезиса, можно сделать вывод, что происходит некоторое увеличение эффективной анизотропии, возможно за счет изменения магнитострикции. Особенно это заметно при приближении к T_c.

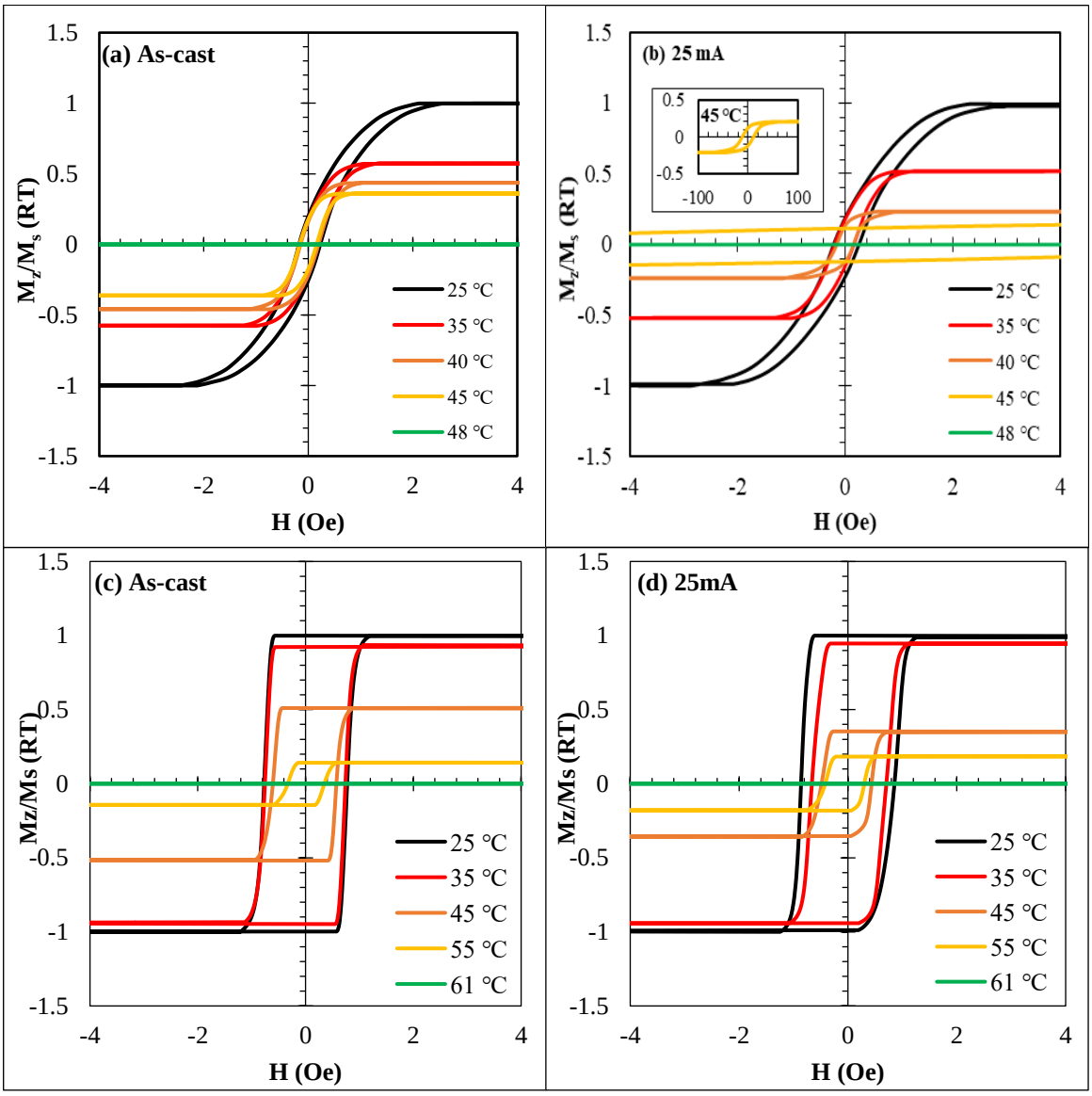


Рисунок 31 – Кривые намагничивания в магнитном поле вдоль оси проводов при различных температурах. **(a,b)** - Образец 4 ($Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$, *d*/*D*=31/37 мкм); (c,d) -Образец 5 ($Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$, *d*/*D*=17/29 мкм). **(b,d)** – после отжига в течение 30 минут с I_{an} = 25 mA [107].

Кривые намагничивания для образца 5 с осевой анизотропией (рисунок 36 c, d) имеют прямоугольную форму и сохраняют ее даже для температур, достаточно близких к T_c, то есть осевая анизотропия существует во всем диапазоне температур до $T < T_c$. Однако значение коэрцитивности уменьшается, что связано с уменьшением магнитострикции вблизи T_c.

4.2.2. Влияние температуры на МИ при подходе к T_c

Изменение констант анизотропии, магнитострикции и намагниченности приводит к значительным изменениям поведения магнитоимпеданса на высоких частотах вблизи T_c. На рисунке 36 приведены МИ характеристики для различных температур (вплоть до T_c) для образца 4 с циркулярной анизотропией. В отсутствии магнитного поля изменение импеданса при увеличении температуры минимально, так как это соответствует минимальным значениям циркулярной магнитной проницаемости, которая определяет значение импеданса.

С увеличением магнитного поля циркулярная магнитная проницаемость возрастает, как за счет переориентации намагниченности вдоль оси, так и за счет приближения к ферромагнитному резонансу. Однако, при приближении к T_c частота резонанса $f_{res} = \gamma\sqrt{(H_K + H)(H_K + 4\pi M)}/2\pi$ уменьшается, и область дисперсии магнитной проницаемости сдвигается в низкие частоты. Таким образом, в присутствии внешнего магнитного поля температурное изменение импеданса оказывается очень значительным. Например, при частоте 0,5 ГГц и поле смещения H=4 Э, монотонное уменьшение импеданса в исходном проводе при приближении к температуре Кюри составляет порядка 78%. Это явление можно назвать температурный-МИ (Т-МИ эффект).

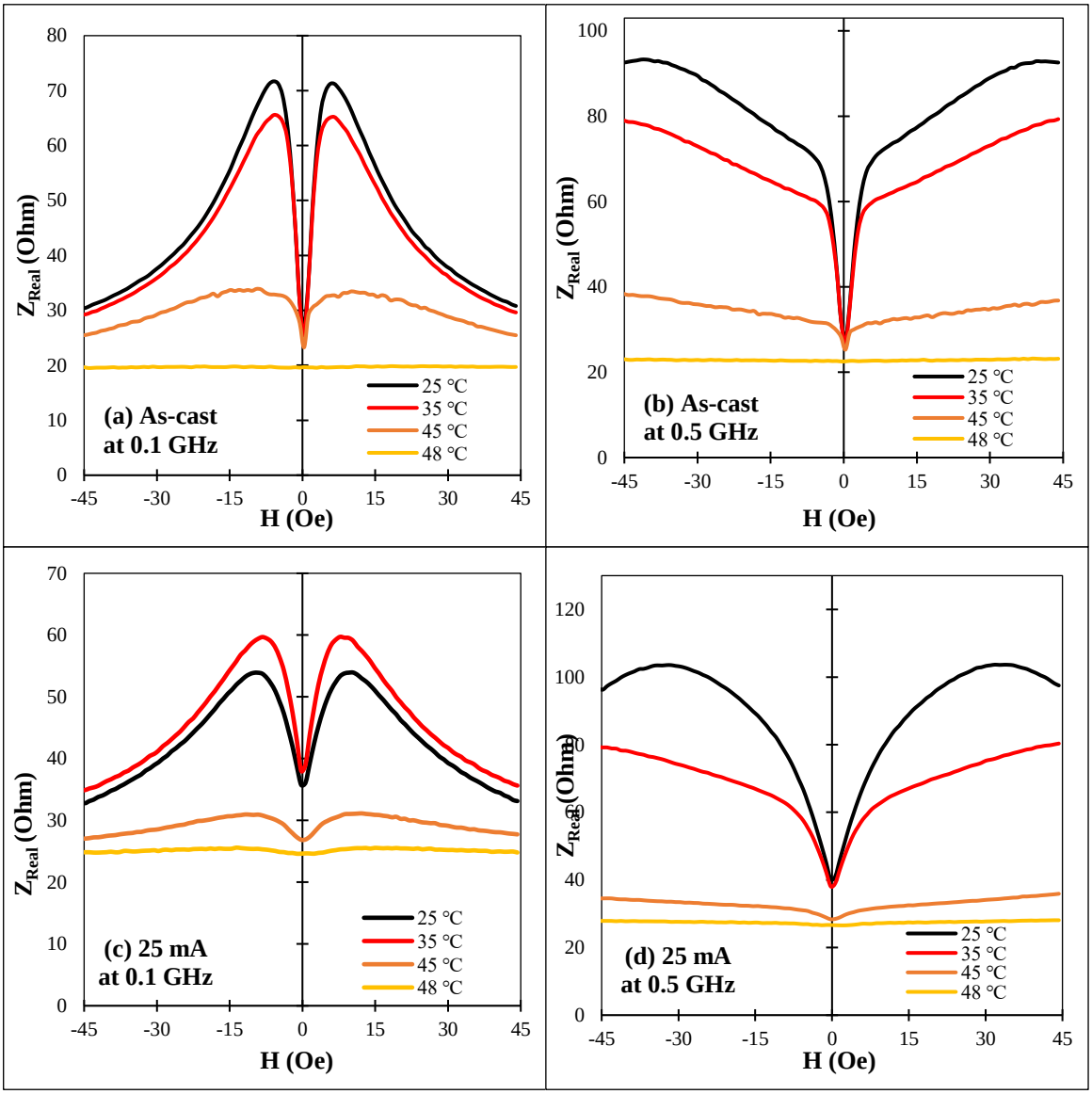


Рисунок 32 - МИ характеристики для образца 4 ($Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$, *d*/*D*=31/37 мкм) при различных температурах. (**a,b**) – в исходном состоянии и (**c,d**) -после отжига в течение 30 минут при I_{an} = 25 мА. Данные приведены для двух частот: 0,1 и 0,5 ГГц. Z_{Real} соответствует реальной части амплитуды импеданса.

Интересно отметить, что для образца после отжига кривая МИ на низких частотах при температуре 35 °C проходит выше, чем при комнатной. Такое увеличение импеданса с температурой может быть обусловлено возрастанием начальной проницаемости, что проявляется на низких частотах [104].

На рисунке 37 для сравнения представлены температурные зависимости относительного изменения импеданса в присутствии поля порядка поля

анизотропии ($H_K = 4$ Э для исходного образца). Высокая чувствительность изменения импеданса по мере приближения к T_c сохраняется до частот порядка 1.5 ГГц и составляет порядка 40 %. Для отожженного образца с более высокой анизотропией температурные изменения импеданса вблизи T_c остаются на уровне 20% для частот порядка 2 ГГц. Для увеличения температурного эффекта на высоких частотах нужны более высокие поля смещения.

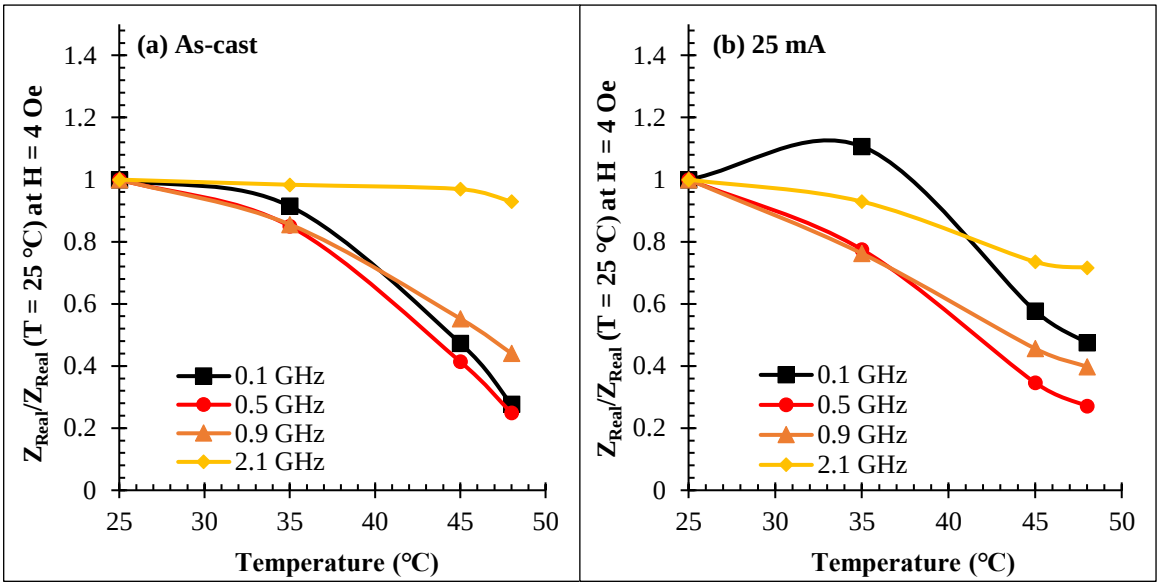


Рисунок 33 - Температурные зависимости импеданса для разных частот в присутствии магнитного поля 4 Э (порядка поля анизотропии (H_k) для исходного образца при комнатной температуре) для образца 4 ($Co_{27,4}Fe_5B_{12,26}Si_{12,26}Ni_{43,08}$, *d/D*=31/37 мкм). **(a)** – исходный провод и **(b)** после отжига в течение 30 минут при I_{an}=25 мА**.** Z_{Real} соответствует реальной части импеданса, а Z_{Real} (T=25℃)— ее значению при комнатной температуре.

На рисунке 38 представлены МИ характеристики для различных температур для образца 5 с осевой анизотропией. В этом случае зависимость импеданса от магнитного поля несущественна, что обусловлено слабой зависимостью магнитной проницаемости от магнитного поля на высоких частотах (гигагерцовом диапазоне). Для образца в исходном состоянии наблюдается монотонное уменьшение импеданса при приближении к температуре Кюри. Для отожжённого образца на более низких частотах (< 0,2

ГГц) наблюдается немонотонное изменение импеданса с температурой, что обусловлено поведением начальной магнитной проницаемости.

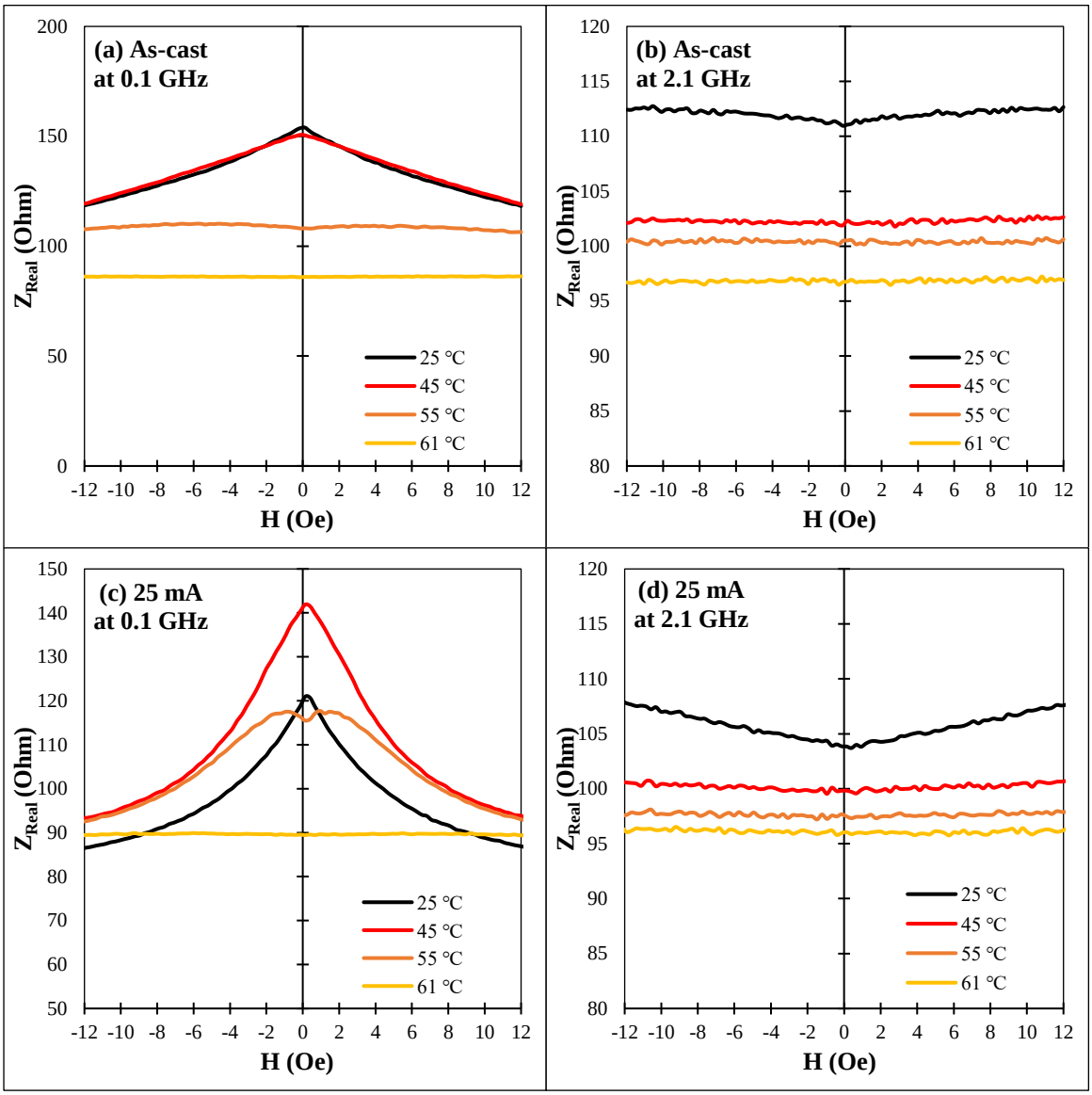


Рисунок 34 - МИ характеристики для образца 5 ($Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$, *d*/D=17/29 мкм) при различных температурах. (**a,b**) – в исходном состоянии и (**c,d**) -после отжига в течение 30 минут при I_{an} = 25 мА. Данные приведены для двух частот: 0,1 и 2,1 ГГц. Z_{Real} соответствует реальной части амплитуды импеданса.

На рисунке 39 для сравнения представлены температурные зависимости относительного изменения импеданса в нулевом поле для различных частот. При низких частотах изменения импеданса с температурой в исходном образце оказываются значительными (порядка 40%) при изменении температуры от 45 °C

до T_c. Для отожженного образца на низких частотах эти изменения немонотонны. С увеличением частоты температурная чувствительность улучшается и достигает максимума на частоте 0,5 ГГц (~70%). Относительно высокая чувствительность изменения импеданса по мере приближения к T_c сохраняется до частот порядка 1.5 ГГц и составляет около 35 %. Для отожженного образца с более высокой анизотропией температурные изменения импеданса вблизи T_c на частоте 2, 1 ГГц остаются на уровне 15%.

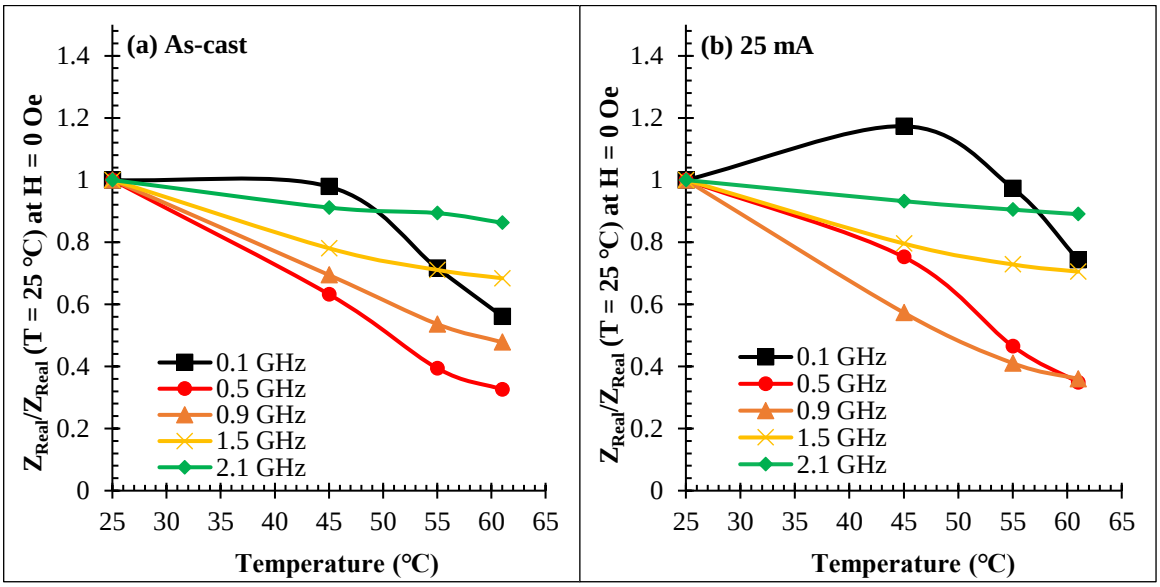


Рисунок 35 - Температурные зависимости импеданса для разных частот в нулевом поле для образца 5 ($Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$, *d*/D=17/29 мкм). **(a)** – исходный провод и **(b)** после отжига в течение 30 минут при I_{an}=25 мА**.** Z_{Real} соответствует реальной части импеданса, а Z_{Real} (T=25°C)— ее значению при комнатной температуре.

Полученные результаты показывают, что для использования Т-МИ, наибольший интерес представляет магнитная конфигурация с максимальным значением магнитной проницаемости, $\tilde{\mu}$, то есть направление легкой оси анизотропии близко к оси микропровода. В данной конфигурации не требуется применение дополнительных полей и токов смещения. Однако в некоторых применениях, связанных с пространственным сканированием температурных изменений влияние внешнего поля может представлять значительный интерес. В

этом случае следует использовать магнитную конфигурацию с циркулярной анизотропией.

ВЫВОДЫ

I. Разработана специализированная SOLT-калибровка с микрополосковыми ячейками для измерения импеданса микропроводов в ГГц области частот с учетом эффектов запаздывания. Модифицированный метод калибровки SOLT со специально разработанными полосковыми ячейками на печатной плате может позволить проводить индивидуальные и точные измерения импеданса в микроволновом диапазоне, что весьма полезно для разработки различных дистанционных датчиков и сенсорных материалов, работающих в микроволновом диапазоне.

II. Для реализации различных комбинаций легкой анизотропии и магнитострикции успешно применялся токовый отжиг аморфных и частично кристаллических проводов. Например, в микропроводах состава $Co_{71}Fe_5B_{11}Si_{10}Cr_3$ (d/D=25/35 μm, образец № 1), подвергнутых токовому отжигу (I_{an} = 60 mA в течении 30 минут), сочетание наведенной циркулярной анизотропии и положительной магнитострикции формировало спиральный тип легкой анизотропии.

III. Исследованы два механизма достижения значительного МИ на ГГц частотах: (i) за счет переориентации статической намагниченности под действием внешних факторов (магнитного поля, механических напряжений); (ii) за счет дисперсии магнитной проницаемости, зависящей от анизотропии, магнитного поля и температуры. В первом случае чувствительность импеданса к внешним факторам уменьшается с увеличением частоты, тогда как второй механизм обуславливает увеличение чувствительности при повышенных частотах.

IV. Проведено исследование влияния механических напряжений на высокочастотный магнитоимпеданс (стресс-МИ) в аморфных и частично кристаллических микропроводах из сплавов на основе Co с различной анизотропией и магнитострикцией. Были продемонстрированы оба

механизма большой чувствительности МИ к механическим напряжениям на ГГц частотах (до 60 % на 100 МПа).

V. Особый интерес для сенсорных приложений может представлять стресс-МИ в частично кристаллизованных микропроводах, подвергнутых токовому отжигу (90 мА), что приводит к увеличению магнитной анизотропии за счет магнитоупругих взаимодействий. В этом случае на частоте 2 ГГц наблюдалось увеличение импеданса на 300% под действием механических напряжений 450 МПа в отсутствие магнитного поля.

VI. Для достижения значительной температурной зависимости МИ были выбраны составы сплавов с повышенным содержанием Ni и Cr, обеспечивающие относительно низкие температуры Кюри (T_c ~ 50-60 ℃), что может быть важно для приложений. Добавление Ni в аморфный сплав позволяет не только снизить T_c, но и уменьшить магнитострикцию, которая становится отрицательной. Это приводит к циркулярной легкой анизотропии. Добавление Cr в аморфные сплавы быстро снижает T_c и увеличивает магнитострикцию до положительных значений, что приводит к осевой легкой анизотропии. Таким образом, выбранные образцы микропроводов составов $Co_{27.4}Fe_5B_{12.26}Si_{12.26}Ni_{43.08}$ (T_c = 48℃) и $Co_{64.82}Fe_{3.9}B_{10.2}Si_{12}Cr_9Mo_{0.08}$ (T_c = 61℃) позволили исследовать поведение МИ вблизи температуры Кюри для различных типов анизотропии.

VII. Было продемонстрировано, что магнитоимпедансные характеристики аморфных микропроводов существенно изменяются при изменении температуры вблизи температуры Кюри, что обусловлено соответствующим поведением намагниченности насыщения и магнитострикции. Соответственно, относительное изменение импеданса $\Delta Z/Z$ зависело от типа анизотропии, постоянного магнитного поля и частоты.

VIII. Для микропроводов состава $Co_{27,4}Fe_5B_{12,26}Si_{12,26}$ $Ni_{43,08}$ с циркулярной легкой анизотропией наибольшее изменение импеданса вблизи T_c происходит при воздействии постоянного поля порядка поля анизотропии

или выше. Это может быть полезно для приложений, в которых поле смещения обеспечивает дополнительные функции. В случае микропроводов состава $Co_{64,82}Fe_{3,9}B_{10,2}Si_{12}Cr_9Mo_{0,08}$ с аксиальной легкой анизотропией изменение импеданса вблизи T_c практически не зависит от присутствия внешнего магнитного поля. Это представляет интерес для использования микропроводов в качестве встроенных сенсорных элементов в естественной среде, когда поле смещения отсутствует. Вблизи T_c в обоих случаях изменения импеданса с температурой могут достигать 40-70% в диапазоне частот 0,1- 1,5 ГГц.

ЛИТЕРАТУРА

[1] Chiriac, H., Lupu, N., Stoian, G., Ababei, G., Corodeanu, S., & Óvári, T. A., Ultrathin nanocrystalline magnetic wires // Crystals, 7(2) (2017) 48.

[2] Vazquez, M., Magnetic Nano- and Microwires: Design, Synthesis, Properties and Applications // second Ed., Woodhead Publ. Elsevier: Cambridge, UK (2020).

[3] Larin, V. S., Torcunov, A. V., Zhukov, A., Gonzalez, J., Vazquez, M., & Panina, L., Preparation and properties of glass-coated microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 249(1-2) (2002) 39-45.

[4] Volchkov, S. O., Pasynkova, A. A., Derevyanko, M. S., Bukreev, D. A., Kozlov, N. V., Svalov, A. V., & Semirov, A. V., Magnetoimpedance of CoFeCrSiB ribbon-based sensitive element with FeNi covering: Experiment and modeling // Sensors, 21(20) (2021) 6728.

[5] Uchiyama, T., Mohri, K., Honkura, Y., & Panina, L. V., Recent advances of pico-Tesla resolution magneto-impedance sensor based on amorphous wire CMOS IC MI sensor // IEEE Transactions on magnetics, 48(11) (2012) 3833-3839.

[6] Zhukova, V., Corte-Leon, P., Ipatov, M., Blanco, J. M., Gonzalez-Legarreta, L., & Zhukov, A., Development of magnetic microwires for magnetic sensor applications // Sensors, 19(21) (2019) 4767.

[7] Vázquez, M., Chiriac, H., Zhukov, A., Panina, L., & Uchiyama, T., Phys. Status Solidi Appl. // Mater. Sci, 208 (2011) 493.

[8] Qin, F., & Peng, H. X., Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials // Progress in Materials Science, 58(2) (2013) 183-259.

[9] Allue, A., Corte-León, P., Gondra, K., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J. M., Gonzalez, J., Churyukanova, M., Taskaev, S., & Zhukov, A., Smart composites with embedded magnetic microwire inclusions allowing non-contact stresses and temperature monitoring // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 120 (2019) 12-20.

[10] Uchiyama, T., & Takiya, T., Development of precise off-diagonal magnetoimpedance gradiometer for magnetocardiography // AIP Advances, 7(5) (2017) 056644.

[11] Óvári, T. A., Rotărescu, C., Atițoaie, A., Corodeanu, S., Lupu, N., & Chiriac, H., Magnetic anisotropy in rapidly quenched amorphous glass-coated nanowires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 410 (2016) 100-104.

[12] Zhukova, V., Blanco, J. M., Ipatov, M., Churyukanova, M., Taskaev, S., & Zhukov, A., Tailoring of magnetoimpedance effect and magnetic softness of Fe-rich glass-coated microwires by stress-annealing // Scientific Reports, 8(1) (2018) 1-14.

[13] Popov, V. V., Berzhansky, V. N., Gomonay, H. V., & Qin, F. X., Understanding of double-curvature shaped magnetoimpedance profiles in Joule-annealed and tensioned microwires at 8–12 GHz // Journal of Applied Physics, 117(17) (2015) 17A322.

[14] Zhao, Y., Wang, Y., Estevez, D., Qin, F., Wang, H., Zheng, X., Makhnovskiy, D., & Peng, H., Novel broadband measurement technique on PCB cells for the field-and stress-dependent impedance in ferromagnetic wires // Measurement Science and Technology, 31(2) (2019) 025901.

[15] Honkura, Y., & Honkura, S., The development of ASIC type GSR sensor driven by GHz pulse current // Sensors, 20(4) (2020) 1023.

[16] Panina, L. V., Yudanov, N. A., Morchenko, A. T., Kostishyn, V. G., Makhnovskiy, D. P., Off-diagonal magnetoimpedance in amorphous microwires for low-field magnetic sensors // Physica status solidi (a), 213(2) (2016) 341-349.

[17] Moya, A., Archilla, D., Navarro, E., Hernando, A., & Marín, P., Scattering of microwaves by a passive array antenna based on amorphous ferromagnetic microwires for wireless sensors with biomedical applications // Sensors, 19(14) (2019) 3060.

[18] Herrero-Gómez, C., Aragón, A. M., Hernando-Rydings, M., Marín, P., Hernando, A., Stress and field contactless sensor based on the scattering of electromagnetic waves by a single ferromagnetic microwire // Applied physics *letters*, *105*(9) (2014) 092405.

[19] Aragón, A. M., Hernando-Rydings, M., Hernando, A., & Marín, P., Liquid pressure wireless sensor based on magnetostrictive microwires for applications in cardiovascular localized diagnostic // *AIP Advances*, *5*(8) (2015) 087132.

[20] Zhao, Y. J., Zheng, X. F., Qin, F. X., Estevez, D., Luo, Y., Wang, H., & Peng, H. X., A self-sensing microwire/epoxy composite optimized by dual interfaces and periodical structural integrity // Composites Part B: Engineering, 182 (2020) 107606.

[21] López-Domínguez, V., García, M. A., Marín, P., & Hernando, A., Measurement of the magnetic pe remeability of amorphous magnetic microwires by using their antenna resonance. Review of Scientific Instruments, 88(12) (2017) 124704.

[22] Panina, L. V., Makhnovskiy, D. P., Beklemisheva, A. V., Salem, M., & Yudanov, N. A., Functional magnetoelectric composites with magnetostrictive microwires // SN Applied Sciences, 1(3) (2019) 1-8.

[23] Kilinc, M., Garcia, C., Eginligil, M., Wang, J., & Huang, W., De-embedding zero-field signal in high-frequency magneto-impedance measurements of soft ferromagnetic materials // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 484 (2019) 424-429.

[24] Zhukov, A., Talaat, A., Ipatov, M., & Zhukova, V., High Frequency Giant Magnetoimpedance Effect of amorphous microwires for magnetic sensors applications // International Journal on Smart Sensing & Intelligent Systems, 7(5) (2014).

[25] Alam, J., Bran, C., Chiriac, H., Lupu, N., Óvári, T. A., Panina, L. V., Rodionova V., Varga, R., Vazquez, M., Zhukov, A., Cylindrical micro and nanowires: Fabrication, properties and applications // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 513 (2020) 167074.

[26] Zhukova, V., Corte-Leon, P., González-Legarreta, L., Talaat, A., Blanco, J. M., Ipatov, M., Olivera, J., & Zhukov, A., Review of domain wall dynamics engineering in magnetic microwires // Nanomaterials, 10(12) (2020) 2407.

[27] Lenz, J., & Edelstein, S., Magnetic sensors and their applications // IEEE Sensors journal, 6(3) (2006) 631-649.

[28] Zhukov, A., Ipatov, M., Corte-Leon, P., Blanco, J. M., & Zhukova, V., Advanced functional magnetic microwires for magnetic sensors suitable for biomedical

applications // In Magnetic Materials and Technologies for Medical Applications, Woodhead Publishing (2022) 527-579.
[29] Durand, J., Magnetic properties of metallic glasses // In Glassy Metal II, Springer, Berlin, Heidelberg (1983) 343-385.
[30] Gonzalez, J., & Zhukov, A., Amorphous magnetic materials for sensors // ChemInform, 40(30) (2009) i.
[31] Herzer, G., Amorphous and nanocrystalline materials // Encyclopedia of Materials: Science and Technology, (2011)149-156.
[32] Jiles, D. C., Recent advances and future directions in magnetic materials // Acta materialia, 51(19) (2003) 5907-5939.
[33] Zhukov, A., Ipatov, M., & Zhukova, V., Advances in giant magnetoimpedance of materials // In Handbook of Magnetic Materials, Elsevier, 24 (2015) 139-236.
[34] Taylor, G. F., A method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses // Physical Review, 23(5) (1924) 655.
[35] Vázquez, M., Handbook of magnetism and advanced magnetic materials // United Kingdom: Wiley, Chichester, (2007) 2193-2226.
[36] Zhukov, A., Vázquez, M., Velázquez, J., Hernando, A., & Larin, V., Magnetic properties of Fe-based glass-coated microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 170(3) (1997) 323-330.
[37] Żuberek, R., Szymczak, H., Gutowski, M., Zhukov, A., Zhukova, V., Usov, N. A., Garcia, K., & Vazquez, M., Internal stress influence on FMR in amorphous glass-coated microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 316(2)(2007) e890-e892.
[38] Baranov, S. A., Magnetic models of cast amorphous microwires // Surface Engineering and Applied Electrochemistry, 47(4) (2011) 308-322.
[39] Ma, J., Hu, J., Li, Z., & Nan, C. W., Recent progress in multiferroic magnetoelectric composites: from bulk to thin films // Advanced materials, 23(9) (2011) 1062-1087.

[40] Sinnecker, E. H. C. P., Páramo, D., Larin, V., Zhukov, A., Vázquez, M., Hernando, A., & González, J., Glass coated microwires with enhanced coercivity // Journal of magnetism and magnetic materials, 203(1-3) (1999) 54-56.

[41] Baranov, S. A., Laroze, D., Vargas, P., & Vazquez, M., Domain structure of Fe-based microwires // Physica B: Condensed Matter, 372(1-2) (2006) 324-327.

[42] Baranov, S. A., Yamaguchi, M., Garcia, K. L., & Vazquez, M., Dimensional absorption high-frequency properties of the cast glass coated microwires // Электронная обработка материалов, (6) (2008) 4-6.

[43] Peng, H. X., Qin, F. X., Phan, M. H., Tang, J., Panina, L. V., Ipatov, M., Zhukova, V., Zhukov, A., & Gonzalez, J., Co-based magnetic microwire and field-tunable multifunctional macro-composites // Journal of Non-Crystalline Solids, 355(24-27) (2009) 1380-1386.

[44] Vazquez, M., Zhukov, A., Pirota, K. R., Varga, R., Garcıa, K. L., Luna, C., Provencio, M., Navas, D., Martınez, J. L., & Hernandez-Velez, M., Temperature dependence of remagnetization process in bistable magnetic microwires // Journal of non-crystalline solids, 329(1-3) (2003) 123-130.

[45] Zhukov, A., Chichay, K., Talaat, A., Rodionova, V., Blanco, J. M., Ipatov, M., & Zhukova, V., Manipulation of magnetic properties of glass-coated microwires by annealing // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 383 (2015) 232-236.

[46] Zhukov, A., Ipatov, M., Talaat, A., Blanco, J. M., Hernando, B., Gonzalez-Legarreta, L., Suñol, J. J., & Zhukova, V., Correlation of crystalline structure with magnetic and transport properties of glass-coated microwires // Crystals, 7(2) (2017) 41.

[47] Zhukov, A., Churyukanova, M., Kaloshkin, S., Semenkova, V., Gudoshnikov, S., Ipatov, M., Talaat, A., Blanco J. M., & Zhukova, V., Effect of annealing on magnetic properties and magnetostriction coefficient of Fe–Ni-based amorphous microwires // Journal of Alloys and Compounds, 651 (2015) 718-723.

[48] Knobel, M., & Pirota, K. R., Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress // Journal of magnetism and magnetic materials, 242 (2002) 33-40.

[49] Zhukova, V., Zhukov, A., Larin, V., Torcunov, A., Gonzalez, J., de Arellano-López, A. R., Quispe Cancapa, J. J., & Pinto-Gómez, A. R., Magnetic and mechanical properties of magnetic glass-coated microwires with different glass coating // In Materials Science Forum, Trans Tech Publications Ltd, 480 (2005) 293-298.

[50] Gudoshnikov, S. A., Ljubimov, B. Y., Palvanov, P. S., Prokhorova, Y. V., Skomarovski, V. S., Usov, N. A., & Torcunov, A. V., Influence of applied tensile stress on the magnetic behaviour of Co-rich amorphous microwires // physica status solidi (a), 206(4) (2009) 625-629.

[51] Chizhik, A., Gonzalez, J., Zhukov, A., & Blanco, J. M., Interaction between Co-rich glass-covered microwires // Journal of Physics D: Applied Physics, 36(9) (2003) 1058.

[52] Orlova, N. N., Aronin, A. S., Bozhko, S. I., Kabanov, Y. P., & Gornakov, V. S., Magnetic structure and magnetization process of the glass-coated Fe-based amorphous microwire // Journal of Applied Physics, 111(7) (2012) 073906.

[53] Basso, V., & Bertotti, G., Hysteresis in soft magnetic materials // Journal of magnetism and magnetic materials, 215 (2000) 1-5.

[54] Chikazumi, S., & Graham, C. D., Physics of ferromagnetism // Oxford University Press, 94 (1997).

[55] Zhao, X., Liu, X., Zhao, Z., Zou, X., Xiao, Y., & Li, G., Measurement and modeling of hysteresis characteristics in ferromagnetic materials under DC magnetizations // AIP Advances, 9(2) (2019) 025111.

[56] Yuan, W., Wang, X., Zhao, Z., Ruan, J., Li, X., & Yang, X., Giant magneto-impedance and low-frequency magneto-resistance effect in NiFeB coated composite wires // Chinese science bulletin, 49(10) (2004) 1002-1005.

[57] Antonov, A. S., Borisov, V. T., Borisov, O. V., Prokoshin, A. F., & Usov, N. A., Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires // Journal of Physics D: Applied Physics, 33(10) (2000) 1161.

[58] Konno, Y., & Mohri, K., Magnetostriction measurements for amorphous wires // *IEEE Transactions on Magnetics*, *25*(5) (1989) 3623-3625.

[59] Chiriac, H., Ovari, T. A., & Zhukov, A., Magnetoelastic anisotropy of amorphous microwires // Journal of magnetism and magnetic materials, 254 (2003) 469-471.
[60] Zhukov, A. P., & Zhukova, V., Magnetic sensors and applications based on thin magnetically soft wires with tunable magnetic properties // Ifsa Publishing (2004).
[61] Zhukov, A., Ipatov, M., Talaat, A., Blanco, J. M., & Zhukova, V., Effect of annealing on off-diagonal GMI effect of Co-rich amorphous microwires // IEEE Transactions on Magnetics, 50(11) (2014) 1-4.
[62] Yudanov, N. A., Evstigneeva, S. A., Panina, L. V., Morchenko, A. T., Zhukov, A., & Peng, X. H., Temperature dependence of the off-diagonal magnetoimpedance in sensor configuration utilizing Co-rich amorphous wires // physica status solidi (a), 213(2) (2016) 372-376.
[63] Sabol, R., Klein, P., Ryba, T., Hvizdos, L., Varga, R., Rovnak, M., Sulla, I., Mudronova, D., Galik, J., Polacek, I., Zivcak, J., & Hudak, R., Novel Applications of Bistable Magnetic Microwires // Acta Physica Polonica, A., 131(4) (2017).
[64] Draganová, K., Blažek, J., Praslička, D., & Kmec, F., Possibile applications of magnetic microwires in aviation // Fatigue of Aircraft Structures (2013).
[65] Alam, J., Nematov, M., Yudanov, N., Podgornaya, S., & Panina, L., High-Frequency Magnetoimpedance (MI) and Stress-MI in Amorphous Microwires with Different Anisotropies // Nanomaterials, 11(5) (2021) 1208.
[66] Lipovský, P., Fil'ko, M., Draganová, K., Heško, F., Novotňák, J., Szőke, Z., & Moucha, V., Magnetic Microwire Sensors for RTD Magnetometer Suitable for Small UAVs // In 2020 New Trends in Aviation Development (NTAD), IEEE, (2020) 151-154.
[67] Brambilla, G., Belal, M., Jung, Y., Song, Z., Xu, F., Newson, T., & Richardson, D., Optical fibre microwire sensors // In 21st International Conference on Optical Fiber Sensors, SPIE, 7753 (2011) 83-86.
[68] Hudák, J., Lipovský, P., Bajús, J., Čverha, A., Klein, P., Varga, R., Onufer, J., & Ziman, J., Fluxgate sensors based on magnetic microwires for weak magnetic fields measurement // Journal of Electrical Engineering, 66(7/s) (2015) 153-156.

[69] Salach, J., Jackiewicz, D., BIEŃKOWSKI, A., Szewczyk, R., & Gruszecka, M., Amorphous Soft Magnetic Fe80B11Sig Alloy in Tensile Stress Sensors Application // Acta Physica Polonica, A., 125(6) (2014).

[70] Marín, P., Wireless stress sensor based on magnetic microwires // Magnetic Sensors—Development Trends and Applications (2017).

[71] Marín, P., Borges, J., Gueye, P. B., & Vélez, M., Wireless Stress Sensor Based on Magnetoelastic Microwires for Biomedical Applications: detection of collagen concentration // In 2020 IEEE MTT-S International Microwave Biomedical Conference (IMBioC), IEEE, (2020) 1-4.

[72] García-Chocano, V. M., & García-Miquel, H., DC and AC linear magnetic field sensor based on glass coated amorphous microwires with Giant Magnetoimpedance // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 378 (2015) 485-492.

[73] Chiriac, H., Hristoforou, E., Neagu, M., Darie, I., & Hison, C., Torsion and magnetic field measurements using inverse Wiedemann effect in glass-covered amorphous wires // Sensors and Actuators A: Physical, 85(1-3) (2000) 217-220.

[74] González-Alonso, D., González-Legarreta, L., Corte-León, P., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J. M., & Zhukov, A., Magnetoimpedance response and field sensitivity in stress-annealed Co-based microwires for sensor applications // Sensors, 20(11) (2020) 3227.

[75] Shakirzyanov, R. I., Astakhov, V. A., Morchenko, A. T., & Ryapolov, P. A., Modeling of magnetic field influence on electrophysical effects in magnetoimpedance microwires // Journal of Nano-and electronic Physics 8 (2016).

[76] Kováč, J., Duša, O., Konč, M., Švec, T., & Sovak, P., Temperature behaviour of magnetization of Fe74− xCrxNb3Cu1Si13B9 amorphous and nanocrystalline alloys // Journal of magnetism and magnetic materials, 157 (1996) 197-198.

[77] Zhukova, V., Blanco, J. M., Ipatov, M., Zhukov, A., Garcia, C., Gonzalez, J., Varga, R., & Torcunov, A., Development of thin microwires with low Curie temperature for temperature sensors applications // Sensors and Actuators B: Chemical, 126(1) (2007) 318-323.

[78] Chiriac, H., Lupu, N., Lostun, M., Ababei, G., Grigoraş, M., & Dănceanu, C., Low TC Fe-Cr-Nb-B glassy submicron powders for hyperthermia applications // Journal of Applied Physics, 115(17) (2014) 17B520.

[79] Nematov, M. G., Kolesnikova, V., Evstigneeva, S. A., Alam, J., Yudanov, N. A., Samokhvalov, A. A., Andreev, N., Podgornaya, S. V., Soldatov, I., Schaefer, R., Rodionova, V., & Panina, L. V., Excellent soft magnetic properties in Co-based amorphous alloys after heat treatment at temperatures near the crystallization onset // Journal of Alloys and Compounds, 890, (2022)161740.

[80] Zhukova, V., Ipatov, M., Zhukov, A., Varga, R., Torcunov, A., Gonzalez, J., & Blanco, J. M., Studies of magnetic properties of thin microwires with low Curie temperature // Journal of magnetism and magnetic materials, 300(1) (2006) 16-23.

[81] Rodionova, V. V., Baraban, I. A., Panina, L. V., Bazlov, A. I., & Perov, N. S., Tunable magnetic properties of glass-coated microwires by initial technical parameters // IEEE Transactions on Magnetics, 54(11) (2018) 1-6.

[82] Sarkar, P., Mallick, A. B., Roy, R. K., Panda, A. K., & Mitra, A., Structural and giant magneto-impedance properties of Cr-incorporated Co–Fe–Si–B amorphous microwires // Journal of magnetism and magnetic materials, 324(8) (2012) 1551-1556.

[83] Panina, L., Dzhumazoda, A., Nematov, M., Alam, J., Trukhanov, A., Yudanov, N., Morchenko, A., Rodionova, V., & Zhukov, A., Soft magnetic amorphous microwires for stress and temperature sensory applications // Sensors, 19(23) (2019) 5089.

[84] Dzhumazoda, A., Panina, L. V., Nematov, M. G., Tabarov, F. S., Morchenko, A. T., Bazlov, A. I., Ukhasov, A., Yudanov, N. A., & Podgornaya, S. V., Controlling the Curie temperature in amorphous glass coated microwires by heat treatment // Journal of Alloys and Compounds, 802 (2019) 36-40.

[85] Nematov, M. G., Salem, M. M., Adam, A. M., Ahmad, M., Yudanov, N. A., Panina, L. V., & Morchenko, A. T., Effect of stress on magnetic properties of annealed glass-coated Co 71 Fe 5 B 11 Si 10 Cr 3 amorphous microwires // IEEE Transactions on Magnetics, 53(11) (2017)1-6.

[86] Chiriac, H., Corodeanu, S., Lostun, M., Stoian, G., Ababei, G., & Óvári, T. A., Rapidly solidified amorphous nanowires // Journal of Applied Physics, 109(6) (2011) 063902.

[87] Baranov, S. A., Larin, V. S., & Torcunov, A. V., Technology, preparation and properties of the cast glass-coated magnetic microwires // Crystals, 7(6) (2017) 136.

[88] Nematov, M. G., Salem, M. M., Adam, A. M., Ahmad, M., Yudanov, N. A., Panina, L. V., & Morchenko, A. T., Effect of stress on magnetic properties of annealed glass-coated Co71Fe5B11Si10Cr3 amorphous microwires // IEEE Transactions on Magnetics, 53(11) (2017) 1-6.

[89] Nematov, M. G., Baraban, I., Yudanov, N. A., Rodionova, V., Qin, F. X., Peng, H. X., & Panina, L. V., Evolution of the magnetic anisotropy and magnetostriction in Co-based amorphous alloys microwires due to current annealing and stress-sensory applications // Journal of Alloys and Compounds, 837 (2020) 155584.

[90] Kostitsyna, E. V., Gudoshnikov, S. A., Popova, A. V., Petrzhik, M. I., Tarasov, V. P., Usov, N. A., & Ignatov, A. S., Mechanical properties and internal quenching stresses in Co-rich amorphous ferromagnetic microwires // Journal of Alloys and Compounds, 707 (2017) 199-204.

[91] Nematov, M. G., Adam, A., Panina, L. V., Yudanov, N. A., Dzhumazoda, A., Morchenko, A. T., Mmakhnovskiy, D. P., Magnetic anisotropy and stress-magnetoimpedance (S-MI) in current-annealed Co-rich glass-coated microwires with positive magnetostriction // Journal of magnetism and magnetic materials, 474 (2019) 296-3.

[92] Salem, M. M., Nematov, M. G., Uddin, A., Panina, L. V., Churyukanova, M. N., & Marchenko, A. T., CoFe-microwires with stress-dependent magnetostriction as embedded sensing elements // In Journal of Physics: Conference Series, IOP Publishing, 903(1) (2017) 012007.

[93] Dzhumazoda, A., Panina, L. V., Nematov, M. G., Ukhasov, A. A., Yudanov, N. A., Morchenko, A. T., & Qin, F. X., Temperature-stable magnetoimpedance (MI) of current-annealed Co-based amorphous microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 474 (2019) 374-380.

[94] Zhukov, A., Churyukanova, M., Kaloshkin, S., Sudarchikova, V., Gudoshnikov, S., Ipatov, M., Talaat, A., Blanco, J. M., & Zhukova, V., Magnetostriction of Co–Fe-based amorphous soft magnetic microwires // Journal of Electronic Materials, 45(1) (2016) 226-234.

[95] Rumiantsev, A., & Ridler, N., VNA calibration // IEEE Microwave magazine, 9(3) (2008) 86-99.

[96] Fitzpatrick, J., Error models for system measurement // Microw. J., 21 (1978) 63–66.

[97] Herzer, G., Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials // Acta Materialia, 61(3) (2013) 718-734.

[98] Thiabgoh, O., Shen, H., Eggers, T., Galati, A., Jiang, S., Liu, J. S., Li, Z., Sun, J. F., Srikanth, H., & Phan, M. H., Enhanced high-frequency magneto-impedance response of melt-extracted Co69.25Fe4.25Si13B13.5 microwires subject to Joule annealing // Journal of Science: Advanced Materials and Devices, 1(1) (2016) 69-74.

[99] Vázquez, M., González, J., & Hernando, A., Induced magnetic anisotropy and change of the magnetostriction by current annealing in Co-based amorphous alloys // Journal of magnetism and magnetic materials, 53(4) (1986) 323-329.

[100] Makhnovskiy, D. P., Panina, L. V., & Mapps, D. J., Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: Helical and circumferential // Physical Review B, 63(14) (2001) 144424.

[101] Kurniawan, M., Roy, R. K., Panda, A. K., Greve, D. W., Ohodnicki, P., & McHenry, M. E., Temperature-dependent giant magnetoimpedance effect in amorphous soft magnets // Journal of electronic materials, 43(12) (2014) 4576-4581.

[102] Bukreev, D. A., Moiseev, A. A., Derevyanko, M. S., & Semirov, A. V., High-frequency electric properties of amorphous soft magnetic cobalt-based alloys in the region of transition to the paramagnetic state // Russian Physics Journal, 58(2) (2015) 141-146.

[103] Chen, G., Yang, X. L., Zeng, L., Yang, J. X., Gong, F. F., Yang, D. P., & Wang, Z. C., High-temperature giant magnetoimpedance in Fe-based nanocrystalline alloy // Journal of Applied Physics, 87(9) (2000) 5263-5265.

[104] Panina, L. V., Dzhumazoda, A., Evstigneeva, S. A., Adam, A. M., Morchenko, A. T., Yudanov, N. A., & Kostishyn, V. G., Temperature effects on magnetization processes and magnetoimpedance in low magnetostrictive amorphous microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 459 (2018) 147-153.

[105] Chizhik, A., Stupakiewicz, A., Zablotskii, V., Tekielak, M., Stupakevich, V., Zhukov, A., Gonzalez, Z., Maziewski, A., Transformation of magnetic structure in amorphous microwires induced by temperature and high frequency magnetic field // Journal of Alloys and Compounds, 63 (2015) 520-527.

[106] Polyakova, T., Zablotskii, V., Maziewski, A., Temperature dependence of magnetic stripe domain period in ultrathin films // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 316(2) (2007) e139-e141.

[107] Alam, J., Zedan, A., Mosharov, D., Nematov, M. G., Yudanov, N.A., Panina, L. V., Kostishin, V. G., High frequency magnetoimpedance (MI) in amorphous microwires with different anisotropy near the Curie temperature // In Book of Abstracts of VIII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism», 2 (2022) 188.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ

1. Panina, L., Dzhumazoda, A., Nematov, M., Alam, J., Trukhanov, A., Yudanov, N., Morchenko, A., Rodionova, V., & Zhukov, A., Soft magnetic amorphous microwires for stress and temperature sensory applications // Sensors, 19(23) (2019) 5089.

2. Alam, J., Bran, C., Chiriac, H., Lupu, N., Óvári, T. A., Panina, L. V., Rodionova V., Varga, R., Vazquez, M., Zhukov, A., Cylindrical micro and nanowires: Fabrication, properties and applications // Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 513 (2020) 167074.

3. Alam, J., Nematov, M., Yudanov, N., Podgornaya, S., & Panina, L., High-Frequency Magnetoimpedance (MI) and Stress-MI in Amorphous Microwires with Different Anisotropies // Nanomaterials, 11(5) (2021) 1208.

4. Nematov, M. G., Kolesnikova, V., Evstigneeva, S. A., Alam, J., Yudanov, N. A., Samokhvalov, A. A., Andreev, N., Podgornaya, S. V., Soldatov, I., Schaefer, R., Rodionova, V., & Panina, L. V., Excellent soft magnetic properties in Co-based amorphous alloys after heat treatment at temperatures near the crystallization onset // Journal of Alloys and Compounds, 890, (2022)161740.