

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
имени М.В.ЛОМОНОСОВА»

---

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

Кафедра магнетизма

**БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

**Ферромагнитные аморфные провода для проведения  
эндоваскулярных вмешательств**

Выполнил студент  
419 группы  
Рубцов Василий  
Дмитриевич

---

Научный  
руководитель:  
дфмн., профессор  
Шалыгина Елена  
Евгеньевна

---

Допущена к защите  
« » июня 2017 года.  
Зав. кафедрой магнетизма  
проф. Перов Н.С.

Москва 2017

## **Оглавление**

|  |    |
|--|----|
| ВВЕДЕНИЕ   | 3  |
| Глава 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ                                | 4  |
| 1.1. Аморфные материалы.                                 | 4  |
| 1.2. Магнитные свойства аморфных материалов.             | 5  |
| 1.3. Получение аморфных микропроводов.                   | 8  |
| 1.4. Виды микророботов.                                  | 9  |
| 1.5. Микророботы, приводимые в движение магнитным полем. | 10 |
| Глава 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ИЗУЧАЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ       | 13 |
| 2.1. Изучаемые образцы.                                  | 13 |
| 2.2. Методы исследования магнитных характеристик         | 14 |
| 2.3. Ошибки измерений                                    | 16 |
| Глава 3. ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ           | 17 |
| 3.1. Магнитные измерения.                                | 17 |
| 3.1.1. Результаты магнитных измерений микропроводов.     | 17 |
| 3.1.2. Результаты магнитных измерений микророботов.      | 19 |
| Основные результаты и выводы                             | 22 |
| Список литературы.                                       | 23 |

## **Введение**

В последние годы в физике магнитных явлений появилось новое перспективное направление, связанное с разработкой микророботов (микропловцов), способных существенно повлиять на решение многих проблем в медицине. Микропловцы представляют собой класс искусственных нано- или макромасштабных частиц, способных превращать внешнюю энергию в движение. Они похожи по поведению на природных микропловцов, таких как бактерии, а, следовательно, заслуживают внимания и дальнейшего изучения. Кроме того, микророботы (микропловцы) перспективны для практических приложений. При перемещении микророботов по физиологическим жидкостям, можно выполнять диагностику [1], доставлять лекарственные препараты [2] к различным участкам человеческого организма, осуществлять разнообразные операционные вмешательства.

В настоящее время предложено несколько различных методов, обеспечивающих перемещение микророботов, основанных на использовании как внешней, так и внутренней энергии, например, химических реакций [3-5], света [6,7], акустических волн [8,9] и электромагнитных полей [10-17]. Анализ существующих данных показал, что магнитные поля являются наиболее эффективным способом приведения в движение микророботов, поскольку они не требуют использования токсичных химических веществ и взаимодействуют с микророботом через ткани без какого-либо вмешательства. Это особенно важно при их применении в медицине. Кроме того, микророботы, управляемые магнитными полями, становятся актуальными благодаря их хорошей управляемости и эффективности движения, которые наблюдаются как во влажных, так и в сухих средах. При этом передвижение микророботов может быть осуществлено как с помощью переменного, так и вращающегося магнитного поля.

К настоящему времени предложены следующие структурные конфигурации микророботов: в виде вращающихся спиральных волокон, которые могут быть либо жесткие [18], либо гибкие [19], а также роботы пловцы эллипсоидальной формы, которые могут двигаться под действием магнитного поля [20,21]. Вместе с тем на сегодняшний день проблема

создания новых модификаций микророботов, в том числе, с использованием магнитных материалов по-прежнему заслуживает особого внимания. Наиболее перспективными для этих целей являются аморфные микропровода, характеризующиеся уникальными магнитомягкими свойствами.

## **Глава 1. Обзор литературы:**

### **1.1 Аморфные материалы:**

Аморфные магнитные материалы представляют собой магнетики, характеризующиеся наличием ближнего порядка и отсутствием дальнего порядка расположения атомов. Такое же строение материала характерно для жидкостей с тем лишь различием, что в жидкостях происходит непрерывный обмен между соседними частицами, который затрудняется при увеличении их вязкости. Поэтому аморфное состояние можно рассматривать как переохлажденную жидкость большой вязкости. Для аморфных материалов характерно отсутствие кристаллографической анизотропии и дефектов кристаллического строения.

Кроме того, для аморфных магнитных материалов характерно метастабильное неравновесное термодинамическое состояние. Однако существует интервал температур, в котором перестройка их структуры происходит крайне медленно. Этот интервал определяется разностью температуры кристаллизации аморфной фазы  $T_{\text{кр}}$  и температуры стеклования  $T_{\text{ст}}$ :

$$\Delta T = T_{\text{кр}} - T_{\text{ст}}$$

Доказано, что чем больше интервал  $\Delta T$ , тем стабильнее аморфное состояние. К примеру сплавы на основе магния и железа обладают интервалом  $\Delta T = 61$  К, в сплавах с добавками лантанидов и палладия  $\Delta T = 98$  К, а сплавы на основе циркония обладают максимальным значением области существования переохлажденной жидкости  $\Delta T = 127$  К. При нагревании аморфных материалов выше  $T_{\text{кр}}$  они кристаллизуются. Для основных аморфных сплавов  $T_{\text{кр}}$  лежит в пределах  $600 \div 800$  К.

Используемые в данной работе аморфные сплавы, состоят примерно на 70 % из одного или нескольких переходных металлов (Fe, Co, Ni) и на 30 % из металлоидов. Введение металлоидов позволяет изменять физические свойства аморфных сплавов, а также получать материалы с заданными свойствами. Кроме того, меняя состав аморфного сплава, можно изменять такие его характеристики, как намагниченность насыщения, температура Кюри, удельное сопротивление, прочность, пластичность.

В настоящее время активно используются магнитомягкие аморфные материалы, для которых наблюдаются следующие свойства: высокая индукция насыщения, малое значение коэрцитивной силы, высокое значение магнитной проницаемости, великолепная пластичность. Кроме того, для ряда аморфных магнитных материалов характерны низкие потери на гистерезис, а благодаря высокому сопротивлению,  $\rho$ , – низкие потери на вихревые токи.

Хорошо отработанная технология получения аморфных магнитных материалов, а также перечисленные выше их особенности, позволяют эффективно применять их в самых различных областях. В частности, они используются для изготовления магнитопроводов магнитных головок, магнитных экранов, сердечников трансформаторов, магнитострикционных вибраторов, линий задержки, датчиков деформаций, магнитных сенсоров и т.д.

## **1.2. Магнитные свойства аморфных материалов.**

Ферромагнетизм аморфных проводников обусловлен наличием в их составе переходных металлов (Fe, Co, Ni) с незаполненной 3d-оболочкой. Обменное взаимодействие между локальными магнитными моментами приводит к появлению спонтанной намагниченности. Вместе с тем, следует иметь в виду, что при удалении локальных магнитных моментов атомов на достаточно большое расстояние друг от друга, что обычно реализуется в «разбавленных» сплавах, взаимодействие между ними практически исчезает и сплав становится парамагнитным.

Важнейшими физическими величинами, определяющими различные магнитные свойства ферромагнетиков, являются средний атомный

магнитный момент и температура Кюри. Сравнение этих величин для кристаллических и аморфных ферромагнетиков свидетельствует об уменьшении в аморфных материалах значений среднего атомного магнитного момента и температуры Кюри. Это происходит из-за того, что химический и структурный атомный беспорядок, характерный для аморфного вещества, приводит к возникновению флуктуаций обменного взаимодействия, а также к появлению магнитного момента и одноионной анизотропии. Подобные флуктуации являются следствием сильной зависимости интеграла обмена от расстояния между атомами и от конфигурации связей. Аморфизация оказывает наибольшее влияние на магнитные моменты 3d-металлов из-за делокализации неспаренных электронов. Локальный магнитный момент при этом определяется не только положением, но типом и числом ближайших к нему соседних атомов. Следует отметить, что в случае редкоземельных элементов, у которых 4f-электроны экранированы сильнее, эффект флуктуаций локальных магнитных моментов значительно уменьшается.

Как и для кристаллических ферромагнетиков, для аморфных магнитных материалов характерно явление гистерезиса, магнитного насыщения и наличие доменной структуры. Намагниченность насыщения магнитомягких аморфных металлических сплавов достигается в полях меньше 100 Э. Изначально предполагалось, что магнитная анизотропия в аморфных материалах отсутствует, но в дальнейшем макроскопическая магнитная анизотропия была обнаружена во многих аморфных сплавах.

В случае одноосной магнитной анизотропии в аморфных ферромагнетиках ее энергия определяется выражением:

$$U_K = K_{\text{эфф}} \sin^2 \varphi,$$

а поле анизотропии:

$$H_K = 2K_{\text{эфф}}/M_S,$$

где  $K_{\text{эфф}}$  – эффективная константа одноосной анизотропии,  $\varphi$  – угол между вектором намагниченности  $M_s$  и осью легкого намагничивания.

Основной причиной магнитной анизотропии в аморфных ферромагнетиках является магнитоупругая энергия, которая определяется соотношением:

$$U_{\sigma} \sim -3/2 \lambda_s \sigma,$$

где  $\lambda_s$  – магнитострикция насыщения, а  $\sigma$  - механические напряжения.

Магнитоупругая анизотропия существует во всех аморфных сплавах, полученных методом закалки расплава на быстровращающемся барабане, поскольку при этом способе изготовления материалы всегда испытывают действие как внутренних, так и внешних напряжений. Величина этих напряжений и соответственно энергия магнитоупругой анизотропии могут быть существенно уменьшены путем термической обработки материала. Вместе с тем, усиление одноосной магнитной анизотропии может быть достигнуто при отжиге аморфных материалов в магнитном поле (термомагнитная обработка) и при воздействии на аморфные образцы механических напряжений. Первая модель направленного упорядочения атомов при рассмотрении наведенной магнитной анизотропии была предложена Ван Флеком в 1937 году. Позже японские ученые применили подобную модель для объяснения наведенной магнитной анизотропии в аморфных магнитных материалах. В соответствии с этим механизмом пары ближайших соседних атомов ориентируются в образце вдоль определенного направления, задаваемого приложенным внешним магнитным полем или механическим напряжением.

### **1.3. Получение аморфных микропроводов**

Существует много различных способов получения аморфных материалов [22 - 24]. В данной работе изучаются аморфные микропровода, полученные с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора, в

котором вместо капельного метода получения металлического микропровода в стеклянной оболочке применяется «непрерывный» метод литья микропровода предложенный в ИМЕТ РАН. Метод заключается в том, что металлическое ядро плавится и одновременно покрывается стеклянной оболочкой толщиной вплоть до 15 мкм, а потом быстро охлаждается и вытягивается в проволоку с диаметром магнитной жилы,  $d$ , вплоть до 200 мкм. В этом методе обеспечивается всестороннее охлаждение расплава. При этом скорость вытяжки аморфного микропровода почти на два порядка ниже, чем скорости, используемые в других методах быстрой закалки расплава при изготовлении микропроводов с аналогичным значением  $d$ .



*Рис 1. Получение аморфных микропроводов с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора*

Стеклянная оболочка микропроводов слабо сцеплена с металлической жилой. Вследствие этого она может быть легко удалена механически и практически не оказывает влияния на магнитные свойства микропроводов. Микропровода характеризуются высоким уровнем пластичности и прочности, могут стягиваться в узел и скручиваться в спираль без разрушения.



Следует отметить, что модернизация метода Улитовского-Тейлора была реализована в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН. В лаборатории аморфных и нанокристаллических сплавов были разработаны составы, технология и оборудование для получения описанных выше микропроводов, а также плотных гибких спиралей на их основе, предопределивших создание микророботов пловцов.

Особенности структурных и магнитных свойств «толстых» Со- и Fe-обогащенных микропроводов диаметром вплоть до 160 мкм были изучены в работе [26].

#### **1.4 Виды микророботов**

В настоящее время развитие микророботов пловцов развивается в нескольких направлениях. Причем передвижение микророботов осуществляется различными способами, в том числе с помощью моторов [26], химических реакций, ультразвука [27] и магнитных полей.

*Микророботы, управляемые ультразвуком*, очень напоминают по форме и по поведению бактерии. В основном их применяют в биоаналитике, мониторинге окружающей среды и доставке лекарств. Основным преимуществом в использовании таких роботов является то, что ультразвук, особенно в Мегагерцовых частотах, обеспечивает хорошую энергетическую эффективность и хорошую управляемость роботом.

*Пловцы приводимые в движение мотором* имеют также огромные перспективы. Они могут использоваться в различных областях биомедицины. Эти микророботы отличаются высокой скоростью передвижения и возможностью удобного дистанционного управления. Однако, поскольку они приводятся в движение каталитическими микро- и нанодвигателями с топливом на основе водорода и гидразина, совместимость которых с биологическими системами проблематична, то их использование в естественных условиях затрудняется. В настоящее время многие ученые занимаются разработкой моторов с более безопасным топливом.

*Каталитические микророботы (приводимые в движение за счет химических реакций)*. Эти микророботы приводятся в движение растворением топлива, содержащегося на корпусе пловца. Как правило в качестве топлива используется перекись водорода, содержащаяся на

платиновой поверхности. Такие двигатели обладают достаточно высокой мощностью, необходимой для выполнения различных биомедицинских задач (доставка препаратов). Одной из основных проблем при использовании таких роботов является управление движением для адресной доставки лекарств. В настоящее время направление движения контролируется и изменяется при помощи магнитных полей, а скорость перемещения регулируется действием внешних раздражителей (катализаторов). В работе [28] был продемонстрирован первый пример использования микроробота для доставки лекарств в нужную точку. Следует отметить, что пока созданный учеными прототип устройства является достаточно громоздким. Однако исследования в этой области продолжаются.

Наиболее популярными в настоящее время являются микророботы пловцы, приводимые в движение *магнитными полями*.

### 1.5 Микророботы, приводимые в движение магнитным полем.

Микророботы, приводимые в движение *магнитным полем*, при использовании их в биологической системе имеют ряд преимуществ, таких как бесконтактность, отсутствие побочных продуктов, выделяемых при движении за счет топлива, относительная легкость управления, а также малый размер. Все эти факторы очень важны для более точной доставки препаратов. Пловцы могут быть классифицированы по типу магнитного поля, которое их приводит в движение: однородное, неоднородное, вращающееся или осциллирующее. Кроме того, они могут быть разделены по типу магнитного материала, на основе которого сделан микроробот: ферромагнитный, парамагнитный или диамагнитный.

В настоящее время существуют три основных конструкции микророботов, управляемых магнитным полем. Первый тип, подробно рассмотренный в работе [20], представляет собой вытянутый эллипсоид, приводимый в движение градиентом магнитных полей.

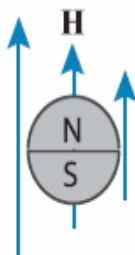


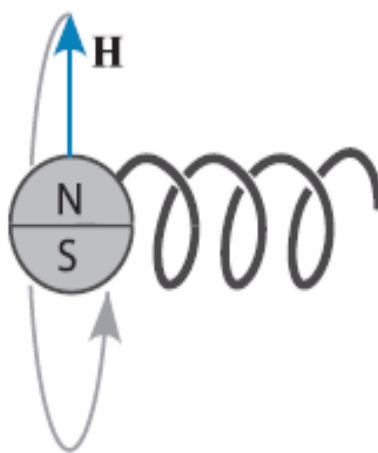
Рис 2. Микроробот в виде эллипсоида

Данный вид микророботов изготавливается из ферромагнетика (никеля), который, к сожалению, оказался бионесовместимым. Предполагается, что такие микророботы целесообразно поместить в капсулы из биосовместимой стали или из полимера, такого как парилен.

Благодаря эффекту анизотропии формы, пловец, так же как игла, всегда намагничивается вдоль его длинной оси. Для того чтобы препятствовать боковому смещению, на эллипсоиде сделаны гребешки (крылья), которые увеличивают сопротивление жидкости по осям, перпендикулярным длинной оси.

Исследования, проведенные в работе [20], свидетельствовали о линейной зависимости силы вязкого лобового сопротивления от скорости микропловца. Было установлено, что необходимый минимальный градиент магнитного поля для преодоления сопротивления жидкости равен  $0,7 \text{ Тл / м}$ .

Второй тип микроробота рассмотрен в статье [18]. Он передвигается в высоковязкой среде с низким числом Рейнольдса путем «ввинчивания».

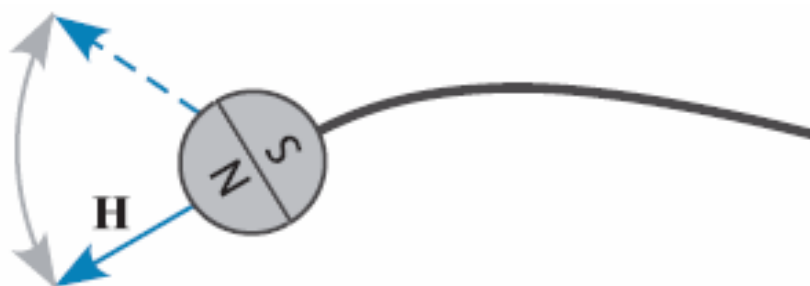


*Рис 3. Микророботы в виде спирали*

Автор работы [18], учитывая механизм передвижения бактерии, смоделировал искусственный бактериальный жгутик, который состоит из спирального хвоста на основе индия-галлия-мышьяка, ( $\text{InGaAs} / \text{GaAs}$ ), обладающего диамагнитными свойствами, а также головки из ферромагнитного металла, содержащего никель/золото/хром ( $\text{Ni} / \text{Au} / \text{Cr}$ ), накрученного в несколько слоев (Рис.3). Движение спирального пловца происходит следующим образом. Головка под воздействием вращающегося

магнитного поля начинает вращаться, и, в результате, осуществляется поступательное движение в направлении, которое зависит от хиральности спирали. Таким образом, вращение магнитной головки приводит к беспроводному управляемому движению микроробота в высоковязкой среде. Направление движения может быть легко изменено вращением магнитного поля в обратном направлении. Позже этой же группой ученых была установлена линейная зависимость скорости пловца от частоты магнитного поля. Было найдено, что максимально возможная скорость пловца равна 18 мкм/с, которая сравнима со скоростью передвижения бактерий.

Третий тип магнитных роботов пловцов представляет собой управляемую переменным магнитным полем магнитную голову с упругим хвостом (Рис. 4). Данный тип подробно рассмотрен в статье [19].



*Рис 4. Микророботы в виде магнитной головы с упругим хвостом*

Головка в форме шара данного магнитного микроробота изготовлена из постоянного неодимового магнита, а хвост – из полиэтилентерефталата. Принцип работы такого пловца заключается в следующем. Вращательные колебания постоянного магнита вызывают изгибание хвоста робота, что и приводит в движение микроробот. Следует отметить, что механизм плавания микроробота этого типа аналогичен плаванию бактерии в жидкости при малых числах Рейнольдса.

Исследования, проведенные в статье [19], показали, что данный тип микророботов плавает так же хорошо, как и бактерии. Скорость передвижения пловца в жидкости зависит от частоты переменного магнитного поля, а также от длины и ширины хвоста. Благодаря своим небольшим размерам, микроробот может перемещаться по артериям и венам в организме человека. Однако для передвижения по капиллярам размеры постоянного магнита необходимо было уменьшить.

В работе [21] было показано, что на практике выгоднее использовать второй или третий тип микророботов пловцов.

Изложенное выше показывает, что в настоящее время ведется активный поиск структурных конфигураций микророботов и способов их передвижения.

Целью данной работы является исследование влияния закручивающих напряжений на магнитные характеристики кобальт-обогащенных  $Co_{84}$  ( $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ ) аморфных микропроводов, полученных с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора, и микророботов, созданных на их основе.

## Глава 2. Изучаемые образцы и методика эксперимента

### 2.1. Изучаемые образцы

Кобальт-обогащенные ферромагнитные аморфные  $Co_{84}$  ( $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ ) микропровода были получены с помощью модернизированного метода Улитовского–Тейлора. Для приготовления сплавов использовались компоненты чистотой не ниже 99.8%. Слиток исходного сплава получали сплавлением исходных компонентов коммерческой чистоты в лабораторной вакуумной печи сопротивления с графитовым нагревателем. Плавку вели в алундовом керамическом тигле объемом 0.5 л (керамика  $Al_2O_3$ ). Технология выплавки включала стадию металлургической очистки: вакуумирование расплава, рафинирование с использованием гелий-водородной смеси и перегрев расплава до 1650°C для достижения равновесного состояния расплава. После завершения процесса плавки проводили отбор прекурсоров. Соответствие отобранных прекурсоров исходному составу контролировали методом химического анализа. Отклонение полученного состава от расчетного не превышало 0.2%. Наилучшие прекурсоры были использованы для получения лент, из которых были изготовлены быстро закаленные литые стержни длиной 40-50 см. Из них с помощью модернизированного метода Улитовского–Тейлора были получены микропровода в стеклянной оболочке. Микропровода  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  имели диаметр магнитной жилы,  $d$ , равный 60 мкм.

В дальнейшем микропровода были использованы для изготовления трех видов микророботов следующих модификаций:

1) спиральная структура из аморфного микропровода диаметром 0,2 мм и длиной 10 мм;

2) спиральная структура из аморфного микропровода диаметром 0,2 мм и длиной 10 мм с однослойной головкой из накрученного на конце микропровода диаметром 0,32 мм и длиной 1 мм;

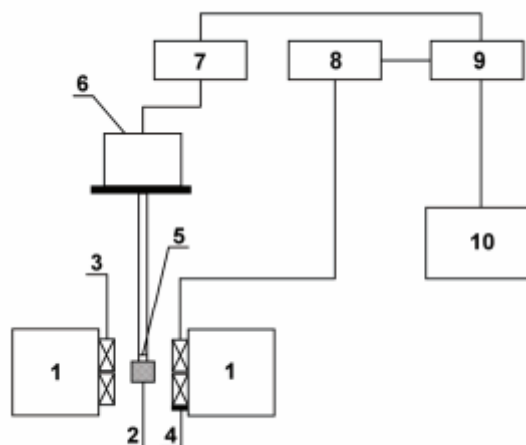
3) спиральная структура из аморфного микропровода диаметром 0,2 мм и длиной 10 мм с трехслойной головкой из накрученного на конце микропровода диаметром 0,56 мм и длиной 1 мм.

Следует отметить, что согласно существующим оценкам, головка может способствовать более эффективному управлению микророботом.

## **2.2. Метод исследования магнитных характеристик изучаемых образцов**

Магнитные характеристики изучаемых образцов были измерены на автоматизированном вибрационном магнетометре «*LakeShore VSM 7400*». Блок схема установки приведена на рисунке 5.

Образец крепится на кварцевый штوك при помощи специального клея и фторопластового уплотнительного материала. Шток с образцом приводится в движение под действием генератора механических колебаний с частотой 60 Гц. Из-за колебаний образца изменяется магнитный поток, пронизывающий измерительные катушки. Изменение потока внутри катушек приводит к возникновению ЭДС индукции в катушках. Четыре катушки соединены последовательно и расположены навстречу друг к другу. Сигнал ЭДС усиливается, попадая на АЦП; преобразовывается в цифровой и записывается в память ЭВМ. Этот сигнал пропорционален магнитному моменту образца. Поле, создаваемое электромагнитом, измеряется при помощи датчика Холла, помещенного в непосредственной близости от образца. Ток через датчик Холла равен 90 мА. Напряжение на датчике считывается с помощью АЦП и передается в компьютер. Управление блоком питания осуществляется с помощью ЦАП-платы. Измерительные катушки, датчик Холла, генератор механических колебаний, источник питания электромагнита, температурные вставки соединены напрямую с компьютером посредством АЦП, ЦАП и высокоточных измерительных приборов. В итоге для изменения или считывания каких-либо параметров эксперимента достаточно обратиться только к программе управления.



*Рис 5 Блок-схема вибрационного магнетометра*

1. Электромагнит. 2. Образец. 3. Приемные катушки. 4. Датчик Холла.
5. Термопара. 6. Вибратор. 7. Генератор низкочастотных колебаний.
8. Усилитель. 9. Синхронный детектор. 10. Персональный компьютер.

#### **Основные параметры установки:**

1. Максимальное поле, достигаемое на установке: 16 кЭ
2. Дискретность изменения поля: 10 Э
3. Точность измерения поля: 0.5 Э
4. Стабильность температуры выбирается программно: 0,001 – 1 К (точность определяется из соотношения: необходимая точность/длительность измерений)
5. Точность измерения величины магнитного момента:  $10^{-7}$  Гс·см<sup>3</sup> (emu).

### **2.3 Ошибки измерений.**

Ошибки в измерениях разделяются на два типа – систематические и случайные.

К систематическим ошибкам можно отнести:

- погрешности измерений используемых в установке приборов;
- погрешности настройки величин на приборах;

- наводки от других приборов и коммуникаций.
- ошибку математической модели расчета величин магнитных характеристик по входящим данным

К случайным ошибкам можно отнести:

- недостаточно точное определение легкой оси образца;
- недостаточно хороший выбор шага измерений;
- недостаточно хорошее крепление образца к держателю;

Систематические ошибки минимизируются покупками нового более точного оборудования и установкой экранирования измерительных частей приборов от внешних полей. Также периодические измерения контрольных образцов, для которых известны характеристики, позволяют своевременно узнавать об увеличении размеров систематических ошибок, связанных со старением оборудования.

Случайные ошибки минимизируются благодаря особенностям измерений. Измерение для каждой точки на графике длится не менее 10 секунд, во время которых происходит усреднение непрерывно поступающих данных. Благодаря тому, что измеренные точки сразу появляются на графике, оператор установки видит явно ошибочные измерения и может сразу их перемерить.

Чувствительность измерения величины магнитного момента –  $10^{-7}$  Гс·см<sup>3</sup> (emu). Погрешность измерений петель гистерезиса не превышает 5%.



## Глава 3. Полученные результаты и их обсуждение

### 3.1 Магнитные измерения

Исследование магнитных характеристик изучаемых образцов было выполнено в следующей последовательности.

1) Было изучено влияние закручивающих напряжений на магнитные характеристики микропроводов. Учитывая тот факт, что микропровода должны находиться в замкнутом пространстве (в сосудах человеческого организма), измерения были выполнены на исходных микропроводах, а также капсулированных исходных образцах и микропроводах, к которым предварительно были приложены закручивающие напряжения. (Капсулирование: помещение микропровода в прозрачную ампулу длиной практически совпадающей с длиной измеряемого образца и диаметром, незначительно превышающим диаметр микропровода, а также жесткое его закрепление с двух сторон ампулы, обеспечивающее фиксирование приложенных к образцам напряжений).

2) Измерение магнитных характеристик микророботов.

#### 3.1.1. Результаты магнитных измерений микропроводов

На рисунках 6-9 приведены петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного и капсулированных микропроводов в исходном состоянии и образцах, к которым были приложены закручивающие напряжения.

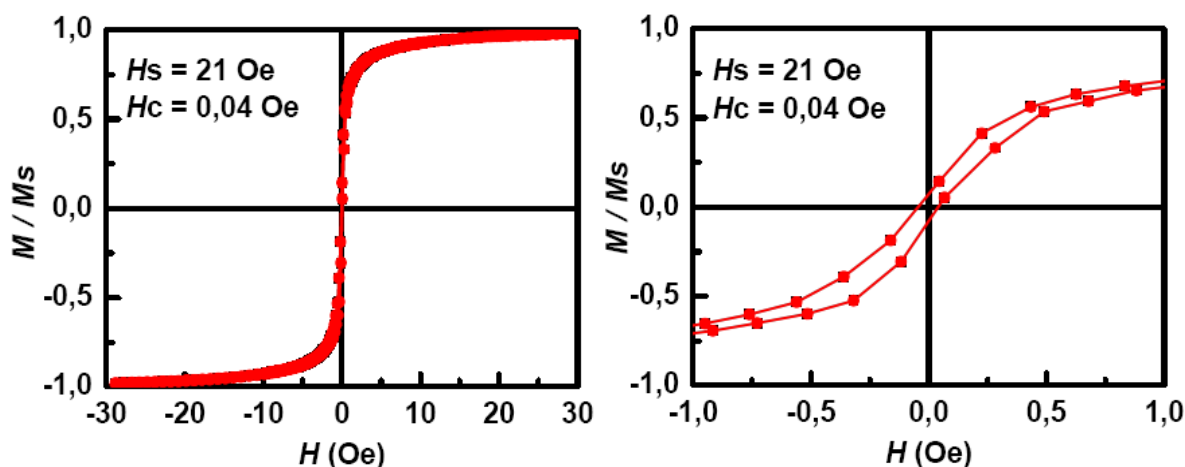


Рис. 6. Петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного микропровода

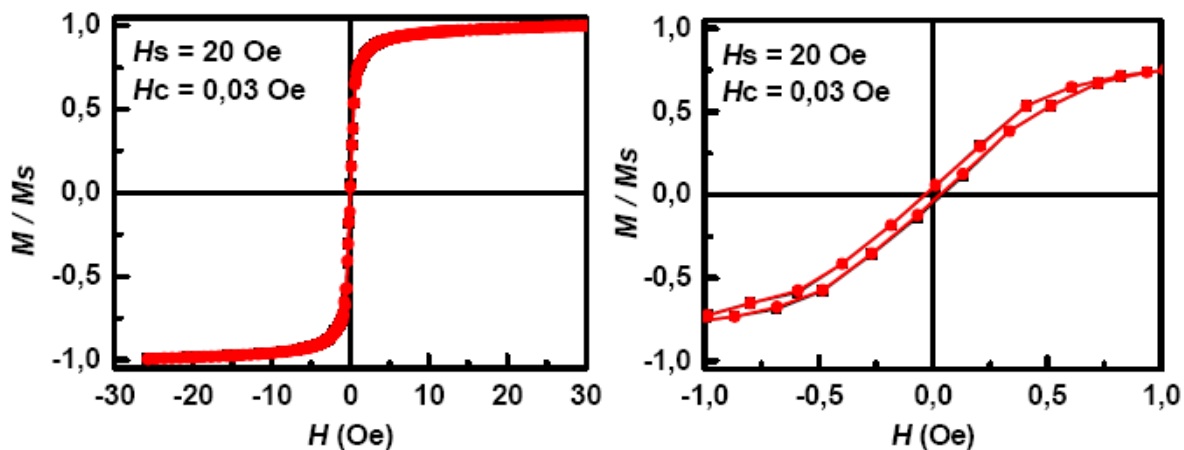


Рис. 7. Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного исходного микропровода

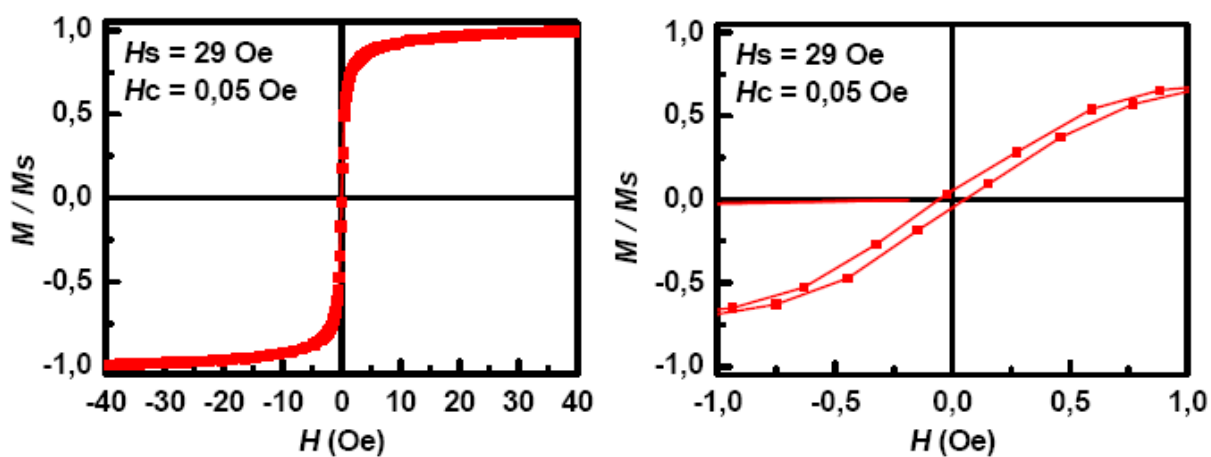


Рис. 8. Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного микропровода, закрученного на 0,33 об/см

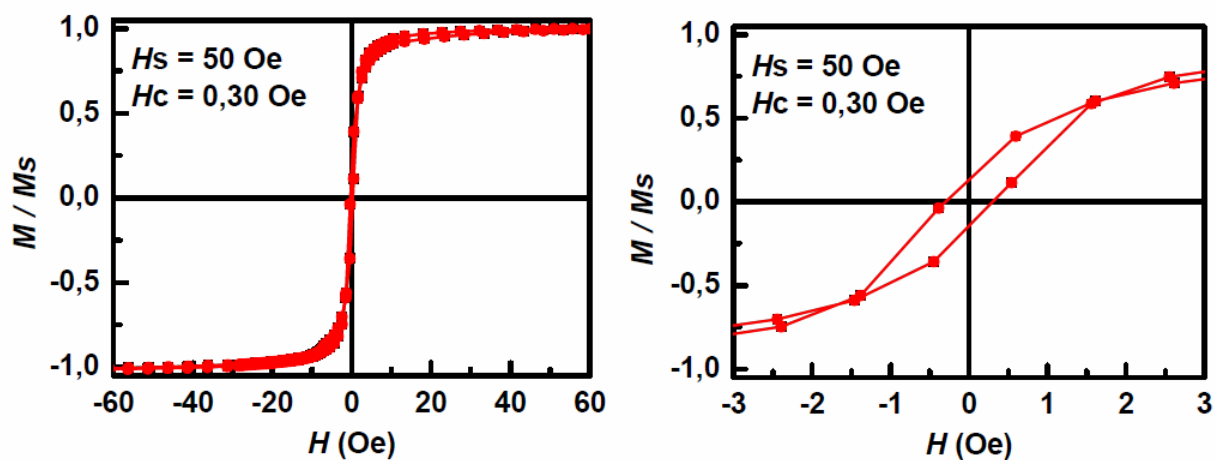


Рис. 9. Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированных двух сильно скрученных микропроводов

Анализ приведенных выше данных показал следующее. Значения поля насыщения и коэрцитивной силы исходного образца в свободном и капсулированном состоянии в пределах ошибки эксперимента совпадают (Рис. 6 и 7). Это означает, что капсулирование микропроводов не влияет на магнитные характеристики изучаемых образцов. В связи с этим дальнейшие измерения были выполнены на капсулированных образцах.

Представленные на рисунках 8 и 9 результаты измерений магнитных характеристик капсулированных микропроводов, к которым были приложены закручивающие напряжения, свидетельствуют об изменении поля насыщения и коэрцитивной силы. В частности, в случае двух сильно скрученных микропроводов поле насыщения увеличивается в 2.5 раза по сравнению с исходным образцом. Объяснение этого факта состоит в следующем. Известно, что поле насыщения микропроводов в основном определяется упругими напряжениями, существующими в процессе его изготовления ( $H_s \sim 3/2 \lambda_s \sigma$ ). Приложение закручивающих напряжений к микропроводу увеличивает значение  $\sigma$ , что сопровождается ростом  $H_s$ .

### 3.1.2. Результаты магнитных измерений микророботов

На рисунках 10 - 12 представлены петли гистерезиса, наблюдаемые для микророботов, созданных на основе проводов  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ .

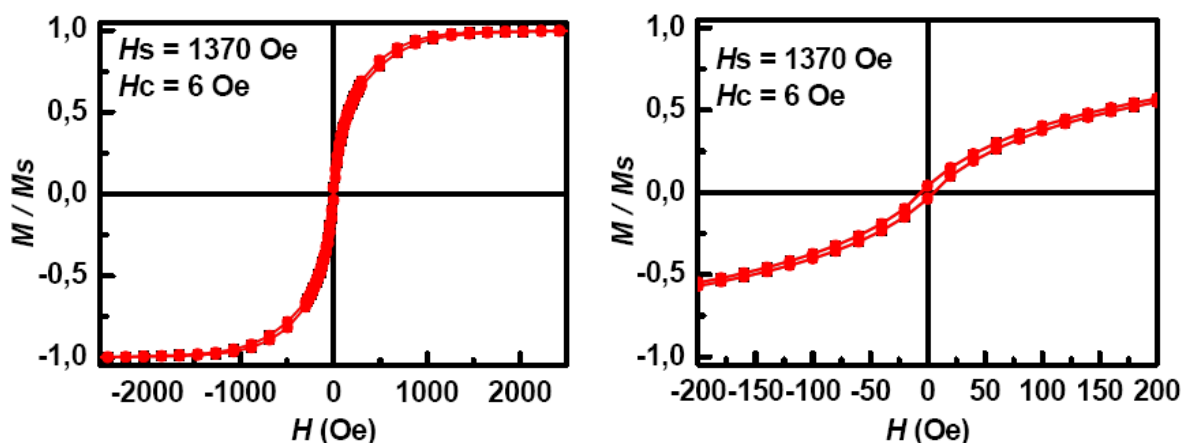


Рис. 10. Петли гистерезиса, наблюдаемые для  $Co_{84}$  микроробота без головки

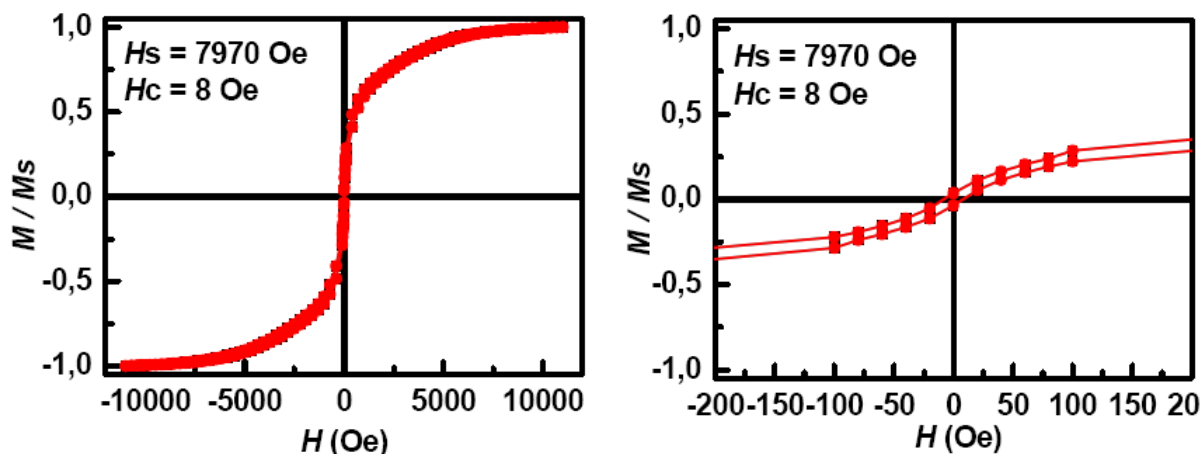


Рис. 11. Петли гистерезиса, наблюдаемые для Co84 микроробота с головкой

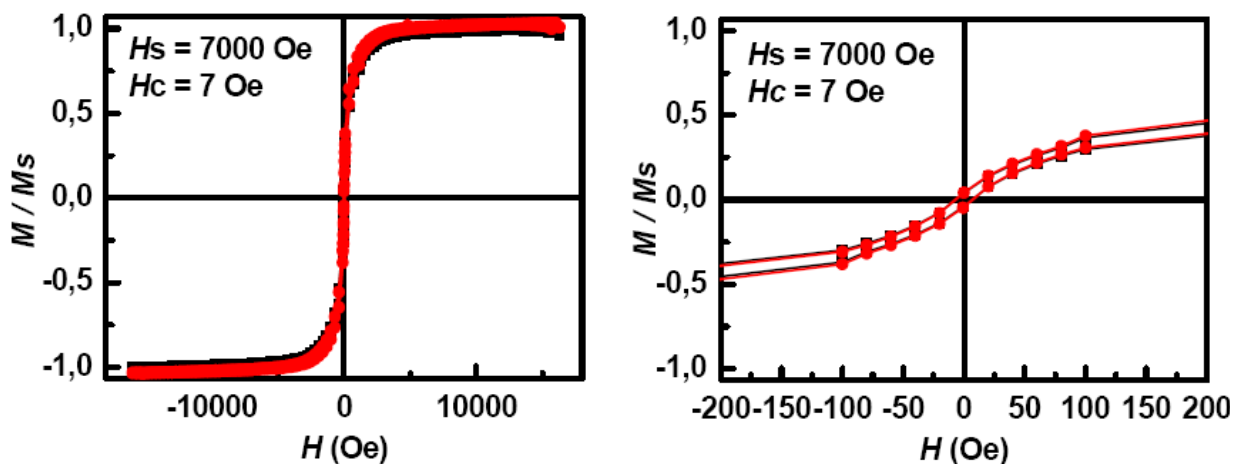


Рис. 12. Петли гистерезиса, наблюдаемые для Co84 микроробота с головкой (провод намотан в 3 слоя)

Сравнение данных, приведенных на рисунках 6 и 10, показывает, что поле насыщения микроробота без головки возрастает в 68 раз по сравнению с исходным образцом. Этот факт можно объяснить изменением размагничивающего фактора микроробота с головкой по сравнению с исходным образцом. Кроме того, магнитные характеристики микророботов с головкой (рис. 11 и 12) увеличиваются по сравнению с микророботом без головки (рис. 10). При этом размер головки влияет на магнитные характеристики микророботов, что может быть объяснено различием размагничивающего фактора в указанных образцах.

Ниже для наглядности приведены сводные таблицы экспериментальных результатов, полученных для изучаемых образцов.

*Таблица 1. Результаты измерений магнитных характеристик  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  микропроводов*

| $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$<br>$\lambda_s \cong -0,1 \cdot 10^{-6}$ | Исходный<br>$d = 60$ мкм | Капсулированные |                              |                          |
|--|--------------------------|-----------------|------------------------------|--------------------------|
|  |                          | исходный        | закрученный на<br>0,33 об/см | Два сильно<br>скрученных |
| $H_s, Oe$  | <b>21</b>                | <b>20</b>       | <b>29</b>                    | <b>50</b>                |
| $H_c, Oe$  | <b>0,04</b>              | <b>0,03</b>     | <b>0,05</b>                  | <b>0,3</b>               |

*Таблица 2. Результаты измерений магнитных характеристик микророботов*

| $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$<br>$\lambda_s \cong -0,1 \cdot 10^{-6}$ | Без головки,<br>$d = 60$ мкм | С головкой,<br>$d = 60$ мкм | С головкой в три слоя,<br>$d = 60$ мкм |
|--|------------------------------|-----------------------------|--|
| $H_s, Oe$  | <b>1370</b>                  | <b>7970</b>                 | <b>7000</b>                            |
| $H_c, Oe$  | <b>6</b>                     | <b>8</b>                    | <b>7</b>                               |

Данные таблицы 1 свидетельствуют о том, что закручивание микропровода на 0,33 об/см увеличивает значение поле насыщения практически в 1,5 раза, а сильное скручивание двух микропроводов – в 2,5 раза по сравнению с исходным образцом. Как уже отмечалось выше, поле насыщения микропроводов пропорционально упругим напряжениям, действующим на образец ( $H_s \sim 3/2 \lambda_s \sigma$ ). Приложение закручивающих напряжений увеличивает значение  $\sigma$ , что сопровождается ростом  $H_s$ .

Из таблицы 2 видно, что поле насыщения микророботов в виде спиралей из аморфных магнитных микропроводов существенно увеличивается по сравнению с исходным образцом. Наличие головки сопровождается дальнейшим увеличением поля насыщения. Все эти факты объясняются изменением размагничивающего фактора образцов. Однако, как уже говорилось выше, добавление головки необходимо для обеспечения более высокой управляемости и устойчивости микророботов.

## Основные результаты и выводы

- ▶ Магнитные характеристики (поле насыщения и коэрцитивная сила) исходного образца в свободном и капсулированном состояниях в пределах ошибки измерений не различаются.
- ▶ \*Поле насыщения микропровода, закрученного на 0,33 об/см, увеличивается в 1.5 раза, а сильно скрученных микропроводов в 2,5 раза по сравнению с исходным образцом.
- ▶ Поле насыщения микроробота без головки увеличивается в 68 раз по сравнению с исходным микропроводом.
- ▶ Головка и ее размеры влияют на магнитные характеристики микророботов.
- ▶ Поле насыщения микропровода с однослойной и трехслойной головкой увеличивается почти в 400 и 350 раз, соответственно, по сравнению с исходным микропроводом.
- ▶ Поле насыщения микропровода с однослойной и трехслойной головкой увеличивается в 6 и 5 раз, соответственно, по сравнению с микророботом без головки.

\*Измерения были выполнены на капсулированных образцах.

## Список литературы:

1. Wu, J.; Balasubramanian, S.; Kagan, D.; Manesh, K. M.; Campuzano, S.; Wang, J. *Nat. Commun.* 2010, 1, 36.
2. Nelson, B. J.; Kaliakatsos, I. K.; Abbott, J. J. // *Microrobots for minimally invasive medicine* // *Annu. Rev. Biomed. Eng.* 2010, 12, 55–85.
3. Paxton, W. F.; Kistler, K. C.; Olmeda, C. C.; Sen, A.; St. Angelo, S. K.; Cao, Y.; Mallouk, T. E.; Lammert, P. E.; Crespi, V. H. J. // *Catalytic Nanomotors: Autonomous Movement of Striped Nanorods* // *Am. Chem. Soc.* 2004, 126 (41), 13424–31.
4. Kline, T. R.; Paxton, W. F.; Mallouk, T. E.; Sen, A. // *Catalytic Micropumps: Microscopic Convective Fluid Flow and Pattern Formation* // *Angew. Chem. Int. Ed.* 2005, 44 (5), 744–746.
5. Howse, J. R.; Jones, R. A.; Ryan, A. J.; Gough, T.; Vafabakhsh, R.; Golestanian, R. // *Self-Motile Colloidal Particles: From Directed Propulsion to Random Walk* // *Phys. Rev. Lett.* 2007, 99 (4), 048102.
6. Ibele, M.; Mallouk, T. E.; Sen, A. // *Schooling behavior of light-powered autonomous micromotors in water* // *Angew. Chem., Int. Ed. Engl.* 2009, 48 (18), 3308–12.
7. Hong, Y.; Diaz, M.; Córdova-Figueroa, U. M.; Sen, A. // *Light-driven titanium-dioxide-based reversible microfireworks and micromotor/micropump systems.* // *Adv. Funct. Mater.* 2010, 20 (10), 1568–1576.
8. Wang, W.; Castro, L. A.; Hoyos, M.; Mallouk, T. E. // *Autonomous Motion of Metallic Microrods Propelled by Ultrasound* // *ACS Nano* 2012, 6 (7), 6122–6132.
9. Kagan, D.; Benchimol, M. J.; Claussen, J. C.; Chuluun-Erdene, E.; Esener, S.; Wang, J. // *Acoustic Droplet Vaporization and Propulsion of Perfluorocarbon-Loaded Microbullets for Targeted Tissue Penetration and Deformation* // *Angew. Chem., Int. Ed.* 2012, 51 (30), 7519–7522.
10. Dreyfus, R.; Baudry, J.; Roper, M. L.; Fermigier, M.; Stone, H. A.; Bibette, J. // *Microscopic artificial swimmers.* // *Nature* 2005, 437 (7060), 862–865.
11. Zhang, L.; Abbott, J. J.; Dong, L. X.; Kratochvil, B. E.; Bell, D.; Nelson, B. J. // *Artificial bacterial flagella: Fabrication and magnetic control* // *Appl. Phys. Lett.* 2009, 94 (6), 064107.
12. Ghosh, A.; Fischer, P. // *Controlled Propulsion of Artificial Magnetic Nanostructured Propellers* // *Nano Lett.* 2009, 9 (6), 2243–2245.
13. Gao, W.; Sattayasamitsathit, S.; Manesh, K. M.; Weihs, D.; Wang, J. J. // *Magnetically Powered Flexible Metal Nanowire Motors* // *Am. Chem. Soc.* 2010, 132 (41), 14403–5.
14. Tottori, S.; Zhang, L.; Qiu, F.; Krawczyk, K. K.; Franco-Obregón, A.; Nelson, B. J. // *Magnetic helical micromachines: fabrication, controlled swimming, and cargo transport.* // *Adv. Mater.* 2012, 24 (6), 811–816.

15. Tierno, P.; Golestanian, R.; Pagonabarraga, I.; Sagues, F. // Controlled swimming in confined fluids of magnetically actuated colloidal rotors. // *Phys. Rev. Lett.* 2008, 101 (21), 218304.
16. Loget, G.; Kuhn, A. // Electric field-induced chemical locomotion of conducting objects // *Nat. Commun.* 2011, 2, 535.
17. Chang, S. T.; Paunov, V. N.; Petsev, D. N.; Velev, O. D. // Remotely powered self-propelling particles and micropumps based on miniature diodes // *Nat. Mater.* 2007, 6 (3), 235–240.
18. Zhang, L., Abbott, J. J., Dong, L. X., Kratochvil, B. E., Bell, D. and Nelson, B. J. (2009). // Artificial bacterial flagella: fabrication and magnetic control. // *Applied Physics Letters*, 94: 064107.
19. Sudo, S., Segawa, S. and Honda, T. (2006). // Magnetic swimming mechanism in a viscous liquid. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* // 17: 729–736.
20. Yesin, K. B., Vollmers, K. and Nelson, B. J. (2006). // Modeling and control of untethered biomicrobots in a fluidic environment using electromagnetic fields. // *The International Journal of Robotics Research*, 25(5–6): 527–536.
21. Nelson, B. J., Abbott, J. J., Peyer, K. E. and Kaliakatsos, I. K. (2009) // How Should Microrobots Swim? // *The International Journal of Robotics Research* 28(11):1434-1447
22. К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото, *Аморфные металлы*, М., *Металлургия*, (1987) 25-28.
23. К. Хандрих, С. Кобе, // *Аморфные ферро- и ферримагнетики*, М., *Мир*, //(1982) 56-57.
24. И.В. Золотухин, // *Физические свойства аморфных металлических материалов*, // М., *Металлургия*, (1986) 176.
25. Шалыгина Е.Е., Родионова В.В., Умнова Н.В., Умнов П.П., Молоканов В.В., Шалыгин А.Н., Рожновская А.А. // “Особенности магнитных свойств «толстых» микропроводов, полученных методом Улитовского-Тейлора”. // *ФТТ*, 54 2 (2012) 271-276.
26. Loai K. E. A. Abdelmohsen, Fei Peng, Yingfeng Tu and Daniela A. Wilson // Micro- and nano-motors for biomedical applications // *J. Mater. Chem. B*, 2014,2, 2395-2408
28. Rao KJ, Li F, Meng L, Zheng H, Cai F, Wang W. // Force to Be Reckoned With: A Review of Synthetic Microswimmers Powered by Ultrasound. // *Small*. 2015 Jun 24;11(24):2836-46.



## **Слова благодарности**

Автор выражает благодарность своему научному руководителю проф. Шалыгиной Елене Евгеньевне за предложенную идею исследования, мнс Анне Михайловне Харламовой за помощь в проведении измерений, а также лаборатории Института Metallургии и Материаловедения им. А.А. Байкова РАН под руководством Молоканова Вячеслава Владимировича, предоставившей образцы для измерений. Кроме того, автор выражает благодарность всему преподавательскому составу кафедры магнетизма за постоянную помощь и поддержку в ходе обучения на кафедре.