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

ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

# КАФЕДРА МАГНЕТИЗМА

# МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

«Исследование магнитных и структурных свойств аморфных микропроводов для практических применений»

Выполнил студент

219М группы:

Рубцов Василий Дмитриевич

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук, профессор

Шалыгина Елена Евгеньевна

Допущена к защите мая 2019 года Зав. кафедрой магнетизма профессор Перов Н.С.

> Москва 2019

# Оглавление

Введение	3
1 Обзор литературы	10
1.1 Аморфные материалы. Получение аморфных материалов и микропроводов	10
1.2 Особенности физических свойств аморфных материалов	12
1.3 Микромагнитная структура аморфных проводов.	15
1.4 Влияние геометрических размеров и термической обработки аморфных	
микропроводов на их магнитные свойства	18
1.4.1 Геометрические размеры образца	18
1.4.2 Способы обработки аморфных микропроводов	20
1.4.3 Влияние деформаций на свойства аморфных микропроводов	20
2 Методика эксперимента и изучаемые образцы	27
2.1 Изучаемые образцы	27
2.2 Методы исследования магнитных характеристик аморфных микропроводов	28
2.2.1 Атомно-силовая микроскопия и магнитный импеданс	28
2.2.2 Магнитооптический микромагнетометр	30
2.2.3 Вибрационный магнитометр	35
3 Полученные результаты и их обсуждение	39
3.1 Изучение морфологии поверхности микропроводов с помощью атомного силово	ого
микроскопа (АСМ)	39
3.2 Изучение структуры микропроводов при помощи магнитоимпеданса	41
3.3 Изучение приповерхностных локальных магнитных свойств с помощью	
магнитооптического магнетометра	42
3.4 Изучение объемных магнитных характеристик с помощью вибрационного	
магнетометра	43
3.4.1 Результаты исследования влияния геометрических размеров аморфных	
микропроводов на их магнитные свойства	43
3.4.2 Результаты влияния механических деформаций на магнитные свойства	
микропроводов	50
3.4.3 Результаты влияния механических напряжений на магнитные свойства	
микропроводов	53
3.4.4 Результаты влияния состава на магнитные свойства микропроводов	61
3.4.5 Результаты магнитных измерений микророботов	64
3.5 Практическое применение аморфных микропроводов на основе Со84	65
Основные результаты и выводы	69
4 Список литературы	71
5 Приложение	78
5.1 Применение микророботов пловцов	78
5.1.1 Целенаправленная терапия.	79
5.1.2 Удаление тканей.	80
5.1.3 Телеметрия.	80
5.2 Типы микророботов	81
5.3 Микророботы, приводимые в движение магнитным полем	82

#### Введение

В выполняются последние активно теоретические годы И экспериментальные исследования, посвященные изучению различных свойств ферромагнитных аморфных микропроводов. Это связано с необходимостью понимания механизмов формирования свойств одиночных микропроводов и различных систем, созданных на их основе, поскольку многие вопросы, физических причин, определяющих особенности магнитных касающиеся свойств, a также формирования доменной структуры И механизмов перемагничивания микропроводов, требуют дальнейшего рассмотрения и обсуждения.

В настоящее время доказано, что свойства одиночных микропроводов и изделий на их основе зависят от геометрических параметров образцов. В литературе существует много работ, посвященных исследованию влияния размеров микропровода (полного диаметра, диаметра металлической жилы и длины) на его статические и динамические магнитные свойства. Кроме того, на магнитные свойства аморфных микропроводов также влияет химический состав сплава, используемый при их получении. Свойства могут быть изменены при помощи отжига током и термообработки (в магнитном поле или без него, с приложенными напряжениями или без них), химической обработкой.

Современные магнитомягкие аморфные микропровода имеют диаметр металлической жилы от 1 до 400 мкм. При этом они обладают уникальными магнитными свойствами. В частности, коэрцитивная сила аморфных микропроводов на основе кобальта порядка 0.05 Э.

Обнаруженные свойства аморфных микропроводов позволяют широко использовать их вместо традиционных магнитных материалов в различных областях науки и техники. В частности, микропровода используются при изготовлении магнитных экранов, магнитопроводов магнитных головок, магнитных фильтров и сепараторов, различных датчиков, а также при

изготовлении сердечников трансформаторов. Поскольку аморфные сплавы на основе кобальта обладают высокой износостойкостью, их активно используют в качестве материала для изготовления головок магнитной записи и воспроизведения. Кроме того, аморфные микропровода часто применяют в качестве материалов для припоев, катализаторов и абсорбирующих материалов. Сверхпроводящие свойства аморфных сплавов нашли применение в датчиках уровня и термометрах для гелиевых температур.

Наконец, в последние годы аморфные микропровода стали широко использоваться в медицине. В частности, на их основе созданы следующие медицинские инструменты: проводники, эмболы, электроды для кардиостимуляторов, стенты, эндодонтические иглы, тампоны и салфетки с магнитным маркером, салфетки для комплексных физиотерапевтических магнитовибрационных воздействий, приборы для воздействия постоянным и переменным магнитным полем (Магнитер АМТ-02), салфетки (маски) для комплексных косметологических магнитовибрационных воздействий.

Следует отметить, что в последнее десятилетие, в медицине появилось новое перспективное направление, посвященное изучению микророботов– пловцов, которые являются новым классом искусственных микро- или наномасштабных объектов, которые способны за счет внешней энергии двигаться автономно, а также проводить разнообразные манипуляции в среде, например, в кровотоке человека. Такие микропловцы могут в корне изменить способы оперативного вмешательства, решить проблему доставки лекарств в различные органы, улучшить диагностику и др. (см. более подробную информацию в приложении).

Таким образом, исследование магнитных свойств аморфных микропроводов и процессов их перемагничивания, а также оценка возможности использования микропроводов в практических приложениях являются весьма актуальными как

с точки зрения фундаментальных исследований, так и с точки зрения прикладных аспектов.

#### Цели и задачи исследования

Целью данной работы является исследование магнитных и структурных свойств аморфных микропроводов для практических применений.

#### Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Изучение поверхностных структурных характеристик аморфных микропроводов (*Co<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub>* (*Co80*) и *Co<sub>33</sub>Fe<sub>31</sub>Ni<sub>11</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>14</sub>* (*Co40*)), полученных с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора, с диаметрами магнитной жилы 35 – 360 мкм.

2. Измерение модуля магнитоимпеданса вдоль длины микропроводов.

2. Исследование приповерхностных и объемных магнитных свойств микропроводов.

3. Анализ зависимости поля насыщения и магнитного момента от диаметра изучаемых микропровода.

4. Исследование влияния механических деформаций на поле насыщения и коэрцитивную силу микропроводов.

5. Изучение влияния серебра и меди, добавленных в состав аморфных микропроводов, на магнитные свойства образцов.

6. Исследование влияния капсулирования микропроводов на их магнитные свойства.

7. Анализ практического применения аморфных микропроводов.

# Положения, выносимые на защиту:

1. Обнаружено, что *Со<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub> (Co80)* и *Co<sub>33</sub>Fe<sub>31</sub>Ni<sub>11</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>14</sub> (Co40)*) аморфные микропровода характеризуются высоким качеством поверхности, обусловленное ее низкой шероховатостью, не превышающей 2 – 3 нм.

2. Найдено, что изменение модуля магнитоимпеданса вдоль длины микропроводов не превышает 3%, объясненное высокой стабильностью размера диаметров изучаемых образцов.

3. Установлено, что локальные приповерхностные кривых намагничивания аморфных микропроводов, совпадают в пределах ошибки эксперимента (~ 5%), обусловленное однородным составом микропроводов.

4. Найдено, что поле насыщения и коэрцитивная сила микропроводов зависят от диаметра образцов, объясненное влиянием размагничивающего фактора на их магнитные характеристики.

5. Обнаружено, что упругие механические напряжения влияют на магнитные характеристики аморфных микропроводов, объясненное изменением внутренней магнитоупругой энергии изучаемых образцов.

6. Установлено, что скорость движения микроробота с головкой (МК2) под действием градиентного магнитного поля примерно в 1.7 раза больше, чем микроробота без головки (МК1), что объяснено наличием магнитной головки, усиливающей взаимодействие микроробота MP2 с внешним магнитным полем.

#### Научная новизна работы

1. Обнаружено высокое качество поверхности  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  (Co80) и  $Co_{33}Fe_{31}Ni_{11}Cr_4Si_7B_{14}$  (Co40)) аморфных микропроводов, проявляющееся в ее низкой шероховатости, равной 2 – 3 нм.

2. Найдено, что изменение модуля магнитоимпеданса вдоль длины микропроводов не превышает 3%, что является следствием высокой стабильностью размера диаметров изучаемых образцов.

3. Установлено, что локальные приповерхностные кривых намагничивания аморфных микропроводов совпадают в пределах ошибки эксперимента (~ 5%), из-за достаточно однородного состава микропроводов.

4. Найдено, что поле насыщения и коэрцитивная сила микропроводов зависят от диаметра образцов из-за влияния размагничивающего фактора на их магнитные свойства

5. Обнаружено, что упругие механические напряжения влияют на магнитные характеристики аморфных микропроводов, что обусловлено изменением внутренней магнитоупругой энергии изучаемых образцов.

6. Установлено, что скорость движения микроробота с головкой (МК2) под действием градиентного магнитного поля примерно в 1.7 раза больше, чем микроробота без головки (МК1). Причиной этого различия является наличие магнитной головки у микроробота МР2, усиливающее его взаимодействие с внешним магнитным полем.

#### Достоверность результатов

Достоверность полученных в работе результатов обеспечена применением современного оборудования получения образцов и высокочувствительных экспериментальных методик их исследования, взаимодополняющих друг друга, а также проведением детального анализа полученных результатов.

# Практическая значимость работы

Полученные в работе результаты дают информацию о структурных и магнитных характеристиках, кобальт-обогащенных аморфных микропроводов, а

также о созданных на их основе устройств, что необходимо при дальнейшей разработке систем, имеющих практическое применение.

# Апробация работы

#### Тезисы докладов:

• Особенности структурных и магнитных характеристик, кобальтобогащенных аморфных «толстых» микропроводов // Шалыгина Е.Е., Рубцов В.Д., Петров Д.А., Шалыгин А.Н., Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнов П.П., Умнова Н.В. // Сборник трудов НМММ XXIII // МИРЭА – Российский технологический университет // Москва // с. 204-205

• Ferromagnetic amorphous microwires for endovascular interventions // Shalygina E., Kharlamova A., Shalygin A., Rubtsov V., Molokanov V., Chueva T., Umnov P., Umnova n. // Book of abstracts IBCM 2017, // Kaliningrad // c. 53-53

• Ферромагнитные аморфные провода в качестве инструмента для проведения эндоваскулярных вмешательств // Рубцов В.Д., Харламова А.М., Шалыгин А.Н. // ХХІV Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых по фундаментальным наукам "Ломоносов - 2017" // Сборник тезисов, серия Секция "Физика", подсекция "Физика магнитных явлений", // Физический факультет МГУ Москва // с. 604-606

• Особенности структурных и магнитных характеристик, кобальтобогащенных аморфных «толстых» микропроводов // Е.Е. Шалыгина, В.Д. Рубцов, А.Н. Шалыгин, В.В. Молоканов, Т.Р. Чуева, П.П. Умнов, Н.В. Умнова, Д.А. Петров // Известия РАН, 2019, принята к печати.

# Личный вклад автора

На основе прочитанных и проанализированных статей автором был написан литературный обзор по теме диссертации. Данные о магнитных характеристиках изучаемых образцов, приведённые в диссертационной работе, были получены им самостоятельно на вибрационном и магнитооптическом магнитометрах. Измерения на атомно-силовом микроскопе были выполнены в центре коллективного пользования физического факультета под руководством КФМН Каменской Т.П. Автор принимал активное участие в обсуждении и подготовке научных публикаций.

Диссертационная работа состоит из введения, 3 глав, вывода, заключения и списка использованной литературы, включающего 58 наименований. Работа содержит 85 страниц печатного текста, включая 57 рисунков и 5 таблиц.

#### 1 Обзор литературы

# 1.1 Аморфные материалы. Получение аморфных материалов и микропроводов.

Аморфные магнитные материалы обладают магнитными свойствами, характеризующимися наличием ближнего порядка и отсутствием дальнего порядка атомов [1]. Аналогичная структура материала характерна для жидкостей с той разницей, что в жидкостях происходит непрерывный обмен между соседними частицами, который затрудняется при увеличении их Поэтому аморфное состояние вязкости. можно рассматривать как переохлажденную высоковязкую жидкость. Для аморфных материалов отсутствие кристаллографической анизотропии и дефектов характерно кристаллической структуры. Кроме того, для аморфных магнитных материалов определенном интервале температур характерно метастабильное в неравновесное термодинамическое состояние, в котором перестройка их структуры происходит крайне медленно.

С 60-х годов прошлого века начались попытки получения аморфных микропроводов с целью их применения в микроэлектронике. Результаты теоретических расчетов А.И. Губанова [2] и экспериментальное доказательство возможности существования ферромагнитного упорядочения в аморфных материалах, открыли новые перспективы использования аморфных магнитных сплавов.

В настоящее время существует много различных способов получения аморфных материалов [1, 3-4]. Наиболее распространенным является метод закалки расплава из жидкого состояния, предложенный Улитовским и Тейлором [5]. Этот метод был разработан в 1924 году Г.Ф. Тэйлором для изготовления металлических проволок. Позже его доработал А.В. Улитовский. Метод состоял

в том, что металлический сердечник расплавляется и одновременно покрывается стеклянной оболочкой толщиной 3 – 15 мкм, а затем быстро охлаждается и вытягивается в проволоку. Схема изготовления микропроводов в стеклянной оболочке и их фотографии показаны на рисунках 1.1-1а и 1.1-16.



# Рис. 1.1-1 а) Схема изготовления микропроводов в стеклянной оболочке методом Улитовского-Тейлора [6] и б) фотография микропровода, полученная с помощью сканирующего электронного микроскопа [6].

Использование дополнительных технологических приемов (высоких скоростей охлаждения (от  $10^6$  до  $10^7$  C/c) и аморфизаторов (**B**, Cr)) привело к появлению модернизированного метода Улитовского-Тейлора. Особенность этого метода состояла в том, что в нем вместо капельного метода литья «непрерывный» Модернизированный используется метод литья. метод Улитовского-Тейлора была реализован В Институте металлургии И материаловедения им. А.А. Байкова РАН. Составы, технология и оборудование были разработаны в лаборатории аморфных и нанокристаллических сплавов.





Рис. 1.1-2 Лабораторная установка для получения микропровода методом Улитовского-Тейлора: принципиальная схема (а); общий вид (б)[6]

Стеклянная оболочка «толстых» микропроводов, полученных с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора, слабо сцеплена с металлической жилой, легко удаляется и практически не оказывает влияния на магнитные свойства микропроводов. Микропровода проявляли высокий уровень пластичности и прочности.

#### 1.2 Особенности физических свойств аморфных материалов

Согласно существующим данным [2], ферромагнетизм аморфных проволок обусловлен наличием в их составе переходных металлов (*Fe, Co, Ni*) с незаполненной 3d-оболочкой (см. приведенный рис. 1.2-1 иллюстрирующий возможные составы аморфных сплавов).



Рис. 1.2-1 Схема составов аморфных ферромагнитных материалов [6]

Обменное взаимодействие между локальными магнитными моментами приводит к возникновению спонтанной намагниченности.

При удалении локальных магнитных моментов атомов на достаточно большое расстояние друг от друга (что обычно происходит в «разбавленных» сплавах) взаимодействие между ними практически исчезает и сплав становится парамагнитным.

Средний атомный магнитный момент и температура Кюри являются наиболее важными физическими величинами, определяющими различные магнитные свойства ферромагнетиков [2]. Сравнение этих величин для кристаллических и аморфных ферромагнетиков свидетельствует об уменьшении в аморфных материалах значений среднего атомного магнитного момента и температуры Кюри. Это связано с тем, что химический и структурный атомный беспорядок, характерный для аморфного вещества, приводит к флуктуациям обменного взаимодействия, а также к появлению магнитного момента и одноионной анизотропии. Такие флуктуации являются следствием сильной зависимости обменного интеграла от расстояния между атомами и от конфигурации связей. Аморфизация оказывает наибольшее влияние на магнитные моменты 3d-металлов за счет делокализации непарных электронов. В этом случае локальный магнитный момент определяется не только положением, но и типом и числом ближайших к нему соседних атомов. Следует отметить, что в случае редкоземельных элементов, у которых 4fэлектроны экранированы сильнее, эффект флуктуаций локальных магнитных моментов существенно уменьшается.

Как и кристаллические ферромагнетики, аморфные магнитные материалы характеризуются явлением гистерезиса, магнитного насыщения и наличием доменной структуры. Намагниченность насыщения магнитомягких аморфных металлических сплавов достигается в полях, не превышающих 100 Э. Первоначально предполагалось, что в аморфных материалах нет магнитной анизотропии, но позже макроскопическая магнитная анизотропия была обнаружена во многих аморфных сплавах.

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

$$U_{\mathrm{K}} = K_{\mathrm{PP}\phi} \sin_2 \varphi,$$

а поле анизотропии:

$$H_{\rm K} = 2K_{\rm PP}/M_{\rm S},$$

где  $K_{3\phi\phi}$  – эффективная константа одноосной анизотропии,  $\varphi$  – угол между вектором намагниченности *Ms* и осью легкого намагничивания. Основной причиной магнитной анизотропии в аморфных ферромагнетиках является магнитоупругая энергия, которая определяется соотношением:

$$U\sigma \approx -3/2 \lambda_{\rm S}\sigma$$
,

где λs – магнитострикция насыщения, а σ - механические напряжения.

Магнитоупругая анизотропия существует во всех аморфных сплавах, полученных закалкой расплава на быстро вращающемся барабане, так как при таком способе изготовления материалы всегда испытывают действие как внутренних, так и внешних напряжений. Величина этих напряжений и соответственно энергия магнитоупругой анизотропии могут быть значительно уменьшены путем термообработки материала. Кроме того, усиление одноосной магнитной анизотропии может быть достигнуто путем отжига аморфных материалов в магнитном поле (термомагнитная обработка) и воздействием на аморфные образцы механических напряжений.

Первая модель направленного упорядочения атомов при рассмотрении индуцированной магнитной анизотропии была предложена Ван Флеком в 1937 году. В соответствии с этим механизмом пары ближайших соседних атомов ориентируются в образце вдоль определенного направления, определяемого прикладываемым внешним магнитным полем или механическим напряжением.

# 1.3 Микромагнитная структура аморфных проводов.

В процессе изготовления микропровода внутри него возникают упругие напряжения, влияющие на формирование микромагнитной структуры (распределения намагниченности, соответствующей минимуму свободной энергии). Прежде всего, это закалочные напряжения в металлическом сердечнике микропровода. Распределение закалочных напряжений по радиусу микропровода показано на рис. 1.3-1. Их подробный расчет можно найти в [7].



*Рис. 1.3-1 Распределение закалочных напряжений и температуры по радиусу металлической жилы микропровода [7].* 

Кроме того, в микропроводах, изготовленных с помощью метода Улитовского-Тейлора, возникают напряжения, обусловленные разностью коэффициентов теплового расширения металлического сплава и стекла. Расчеты показали, что эти напряжения однородны по сечению микропровода и не могут привести к сложной микромагнитной структуре внутри него. Однако, сосуществуя в проводе с остаточными напряжениями, оболочка влияет на формирование микромагнитной структуры. В [8] было доказано, ЧТО остаточные напряжения в металлическом сердечнике микропровода можно уменьшить путем отжига образца при температурах ниже температуры кристаллизации. Если упругие напряжения существуют В изотропном аморфном материале с ненулевой магнитострикционной постоянной, они определяют направление предпочтительной ориентации магнитного момента. В частности магнитный момент ориентируется перпендикулярно или параллельно направлению напряжений, в зависимости от знака магнитострикции материала  $\lambda_s$  [10].



Рис. 1.3-2 Определение направления преимущественной ориентации магнитного момента в зависимости от направления напряжения и знака константы магнитострикции [9].

Знак  $\lambda_s$  постоянен и зависит от состава металлического сплава, из которого изготавливают микропровод. Знак упругих напряжений можно определить по минимальному значению магнитоупругой энергии:

$$F_{\sigma} = -\frac{3}{2}\lambda_{s}(\sigma_{11}\alpha_{1}^{2} + \sigma_{22}\alpha_{2}^{2} + \sigma_{33}\alpha_{3}^{2} + \sigma_{12}\alpha_{1}\alpha_{2}),$$

при условии  $\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_3^2 = 1$ ., где  $\alpha_i$  – направляющие косинусы в декартовой системе координат,  $\lambda_s$  – константа магнитострикции аморфного сплава,  $\sigma_{ij}$  – компоненты тензора упругих напряжений.

Установлено, что в центральной части металлического сердечника преобладают растягивающие осевые напряжения, а на периферии-сжимающие осевые напряжения, направленные по касательной к поверхности микропровода. Доменная структура для микропроводов из сплавов на основе *Fe* и *Co* с положительной и отрицательной  $\lambda_s$  показана на рисунке 1.3-3.

В микропроводах из сплава на основе *Fe* область аксиально намагниченного керна преобладает в его доменной структуре, в то время как радиальная доменная структура периферии занимает небольшую часть. В микропроводах на основе *Co* осевые растягивающие напряжения в центре

микропровода и циркулярно направленные сжимающие напряжения на периферии приводят к круговой доменной структуре во всем объеме металлической жилы микропровода. Однако резкое увеличение обменной энергии при уменьшении радиуса приводит к появлению тонкого аксиально намагниченного керна.



Рис. 1.3-3 Доменная структура аморфного ферромагнитного микропровода в стеклянной оболочке а) из сплава на основе Fe с положительной константой магнитострикции б) из сплава на основе Co с отрицательной константой магнитострикции [10].

# 1.4 Влияние геометрических размеров и термической обработки аморфных микропроводов на их магнитные свойства

Магнитные свойства тонких аморфных микропроводов существенно зависят от химического состава прекурсора и методов изготовления. Однако существует много способов влияния на магнитные свойства уже изготовленных образцов. Большое число публикаций посвящено последствиям термообработки, отжига током и химической обработки микропроводов. Вместе с тем, влияние геометрических размеров микропроводов на их магнитные свойства также заслуживают внимания.

#### 1.4.1 Геометрические размеры образца

Сравнительно мало работ посвящено влиянию геометрических размеров образца на магнитные свойства микропровода. Одной из первых работ, в которой найдены экспериментальные результаты, подтверждающие

существование некоторой критической длины, начиная с которой нарушается прямоугольность петли гистерезиса бистабильного микропровода, является статья А. М. Северино [11]. Критическую длину бистабильного микропровода было предложено связать с размерами замыкающих доменов на концах микропровода [12]:  $L_{cr} = 2L_{cd}$ , где  $L_{cr}$  – критическая длина бистабильности,  $L_{cd}$  – размер замыкающего домена.

В работе [13] были проведены экспериментальные исследования и сделаны теоретические оценки критических длин микропроводов пяти составов на основе Fe, изготовленных разными методами. При расчете критической бистабильности длины ИХ В статьях учитывался только вклад магнитостатической энергии, величина которой определяется размагничивающим фактором N микропровода.

Распределение намагниченности по длине микропровода было также рассчитано для микропровода из сплава на основе *Co* [15]. Полученные экспериментально и теоретически профили имели идентичный вид. В этой же работе приведен вывод формулы критической длины микропровода, при которой влияние эффектов, появляющихся на концах микропровода, является существенным.

Опубликовано достаточно много работ о влиянии длины микропровода на его свойства, но систематических исследований, связанных с изучением влияния диаметра, обнаружено не было. В то же время, очевидно, что такое влияние должно играть важную роль в формировании свойств микропроводов.

Напряжения, определяющие микромагнитную структуру и магнитные свойства аморфных микропроводов в стеклянной оболочке, в основном обусловлены разницей коэффициентов теплового расширения металлического сплава и стекла. Величина этих напряжений зависит от отношения полного диаметра микропровода к диаметру его металлической жилы, *D/d*, где *d* –

диаметр металлической жилы, а D – полный диаметр микропровода в стеклянной оболочке. Влияние диаметра металлической жилы и отношения диаметров D/d на форму петель гистерезиса микропровода изучено в работах [16, 17]. Установлено, что изменение наклона петли гистерезиса и коэрцитивной силы не совпадает с одновременным изменением параметров d и D/d. Это связано с тем, что при переходе от микропровода к микропроводу одновременно меняются два параметра. При одинаковых значениях D/d увеличение диаметра микропровода приводит к уменьшению наклона петли гистерезиса, что согласуется с теорией влияния форм-фактора образца.

#### 1.4.2 Способы обработки аморфных микропроводов

Изучению влияния температурного и токового отжига на магнитные свойства микропроводов уделялось большое внимание. Установлено, что отжиг в постоянном магнитном поле, благодаря которому в микропроводах появляется магнитная анизотропия, оказывает сильнейшее влияние наведенная на магнитные свойства. Например, отжиг микропровода в течение полутора часов при температуре 200 °C в продольном магнитном поле приводит к увеличению коэрцитивной силы в 10 раз [18]. Другой эффект наблюдался в [19, 20], в которых обсуждается влияние температурного отжига при температурах до 400 °С и растягивающих напряжений от до 500 МПа на характеристики микропроводов на основе *Fe* в стеклянной оболочке. Установлено, что повышение температуры отжига или увеличение значения напряжения полностью изменяет свойства первоначально бистабильного микропровода. В частности, в несколько раз уменьшается коэрцитивная сила.

# 1.4.3 Влияние деформаций на свойства аморфных микропроводов

В работе [21] исследованы микропровода из сплава на основе Fe в стеклянной оболочке диаметром до 160 мкм. Было показано, что микропровода

обладают высокой прочностью (4,8 Гпа) и пластичностью. Благодаря этим свойствам микропровода можно стянуть в узел, не разрушив их, но на изгибах этого узла деформация протекает неравномерно. В частности, в отдельных зонах из-за локализации полос сдвига образуются шейки.



Рис. 1.4.3-1 РЭМ микропроводов после пластической деформации [21]: боковая поверхность (а); шейки (б); узел (в)

Было найдено, что для наличия высокой пластичности микропровода, необходимо строго соблюдать ряд условий при его изготовлении, в частности, таких технологических параметров как: температура расплава и положение закалочной струи [22]. Необходимо также обращать внимание на то, что вспомогательным инструментом при их изготовлении служит стеклянная оболочка. Наличие трещин в стеклянном покрытии приводит к неоднородности магнитных свойств по длине микропровода.

Обнаружено, что микропровод из сплава на основе *Co* с удалённым стеклянным покрытием сохраняет стабильные геометрические параметры по всей длине и имеет зеркальную поверхность, почти не содержащую дефектов. В работах [23-25] установлено, что *Co*-обогащенные микропровода проявляют высокую прочность (ЗГПа) и пластичность. Они способны образовывать полный узел при стягивании без разрушения. Следует отметить, что пластичность при его изгибе формируется за счёт образования на поверхности мелкой регулярной сетки полос сдвига, а с увеличением напряжений в узле

сетка измельчается и происходит так называемый, *венозный (вязкий) излом*. Вязкое разрушение сопровождается интенсивной пластической деформацией материала. Излом имеет волокнистое строение и, вследствие сильной деформации зёрен, не имеет кристаллического блеска. Вязкое разрушение имеет место и при длительном действии сил, вызывающих напряжения, превосходящие предел текучести материала. Признаком вязкого излома является наличие боковых скосов по его краю.



Рис.. 1.4.3-2 РЭМ микропровода [Fe<sub>5</sub>Co<sub>95</sub>]<sub>0,75</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>15</sub>, d<sub>жилы</sub> = 85 мкм без стеклянной оболочки: поверхность микропровода (а); вид полного узла (б); сетка полос сдвига на поверхности микропровода после пластической деформации (в); характерный вид излома (г)[6]

В работе [26] найдено, что деформация микропровода методом холодного волочения уменьшает на 40% образование полос сдвига на поверхности. Кроме того, деформация волочением приводит к снижению магнитных характеристик микропровода. Однако восстановить начальный уровень можно с помощью низкотемпературного отжига [26, 27].

В случае приложения слишком больших напряжений, существенно превосходящих предел текучести материала, можно наблюдать хрупкий излом. *Хрупкое разрушение* происходит внезапно при однократном приложении силы или под действием повторных ударных сил при малой степени местной пластической деформации. [28]

В работе [29] было исследовано влияние напряжений, возникающих при изгибе микропровода. Спиральные образцы с различными диаметрами и числом витков были изготовлены из толстых микропроводов на основе сплава *Fe*. Установлено, что длинный одиночный микропровод характеризуется бистабильной петлей гистерезиса. При его скручивании появляются ступени, число и параметры которых зависят от радиуса изгиба, числа витков и амплитуды внешнего поля. Для иллюстрации этого факта на рисунке *1.4.3-4* а показана петля гистерезиса микропровода длиной 10 см, изогнутого по дуге окружности радиусом 2 см.



Рис 1.4.3-4 а) Петля гистерезиса микропровода длиной 10 см, изогнутого по дуге окружности радиусом 2 см [30]; б) петли гистерезиса микропроводов с разными величинами (0, 20 и 25 мкм) деформации [31].

Помимо скручивающих и изгибных напряжений растягивающих, микропровода подвергали сжатию. В работе [31] к микропроводам прикладывались напряжения металлической иголкой диаметром 0.75 мм перпендикулярно их оси в центральной части образца. Петли гистерезиса, измеренные для деформируемых микропроводов длиной 10 см, представлены *1.4.3-4* б. Установлено, деформациях на рисунке что при сильных микропроводов существенно изменяется петля гистерезиса. При деформациях более 20 мкм микропровод теряет свою цилиндрическую симметрию и превращается в две отдельные взаимодействующие части – аналогично двум взаимодействующим микропроводам, что характеризуется наличием скачков на петле гистерезиса.

#### 1.5 Применение аморфных микропроводов

Благодаря своим уникальным физическим свойствам аморфные микропровода нашли широкое применение в практических приложениях. Наиболее заслуживающими внимание являются следующие.

Большое значение индукции насыщения и малая величина энергии, необходимая для перемагничивания микропроводов, привлекли внимание к ним благодаря возможности использования ИХ В качестве сердечников трансформаторов [32]. В дальнейшем исследования высокочастотных свойств этих материалов показали эффективность их использования для создания покрытий, поглощающих электромагнитные волны [33]. В настоящее время высокочастотные электромагнитные свойства микропроводов также изучается определения влияния внешнего постоянного магнитного для поля на пропускание и отражение электромагнитных волн [34].

Возросший в 90-е годы интерес к магнитным свойствам аморфных ферромагнитных микропроводов был связан с открытием эффекта гигантского магнитоимпеданса (ГМИ) на аморфном ферромагнитном микропроводе [35].

Повышенная чувствительность микропроводов к малым изменениям магнитного поля предопределила перспективность их использования в качестве элементов датчиков малых магнитных полей. Было доказано [36], что в первую очередь важна чувствительность ГМИ сенсора, которая определяется магнитной мягкостью материала и величиной его проницаемости в направлении перпендикулярном току. Таким образом, магнитные свойства микропроводов (близкая к нулю коэрцитивность и большая магнитная проницаемость в циркулярном направлении) предопределили их использование при разработке сверхчувствительных датчиков магнитных полей [37, 38].

В начале века был предложен новый метод кодирования и идентификации информации – RFID (Radio-frequency identification – радио-частотная идентификация) с использованием системы близко расположенных микропроводов [39].

Микропровода заменяют магнитные ленты материалы, И другие используемые в качестве магнитных меток в различных системах безопасности и защиты информации из-за их технологичности и относительной дешевизны изготовления. Ведется поиск материалов, нелинейный отклик которых будет особенностями в характеризоваться спектре индуцированного сигнала, обеспечивающими обнаружение сигнала на гармониках, способствующих повышению чувствительности и повышению надежности всей системы [40, 41]

Заслуживает внимания также проблема движения доменной стенки в микропроводах различных типов [42] и факторы, влияющие на ее скорость. На основе эффекта быстрого распространения доменной стенки в бистабильном микропроводе были разработаны позиционные датчики [43]. Это направление стало особенно актуальным после появления патентов Паркина [44], предложившего быстродействующих конструкцию элементов памяти И логических устройств, в которых информация кодируется через магнитные состояния доменов.

Важной областью применения микропроводов является медицина. Здесь наибольший интерес связан с созданием на основе аморфных микропроводов микророботов-пловцов, которых можно будет запускать в кровоток человека. Минимально инвазивные процедуры для пациентов обладают различными преимуществами такими, как уменьшения времени восстановления пациента, медицинских осложнений, риска заражения инфекцией возможных И послеоперационных болей. Микророботы способны коренным образом повлиять на многие аспекты медицины. Эти устройства, управляемые и приводимые в движение с помощью беспроводных технологий, могут сделать терапевтические и диагностические процедуры менее опасными, а также позволят выполнять новые манипуляции, невозможные прежде. Конечно, конкретные применения микророботов все еще находятся на раннем этапе разработки, но с каждым годом все ближе приближаются к получению реальных рабочих образцов. В частности, в последние годы наблюдаются значительные изменения в проведении такой операции, как колоноскопия. В этой области уже проводят операции с использованием миниатюрных микророботов в желудочно-кишечном тракте. Используя эндоскопические капсулы на практике, исследователи изучили и внедрили ряд технологий, позволяющих расширить возможности этих устройств. Кроме того, были внедрены такие устройства, как датчики давления, рН, и температуры. Разработка новых способов управления движением роботов является сейчас наиболее важной задачей.

В целом изложенное вы свидетельствует о том, что дальнейшее изучение структурных и магнитных характеристик аморфных микропроводов, создаваемых с помощью модернизированного метода Улитовского-Тейлора, позволяющего получать аморфные микропровода с диаметром магнитной жилы вплоть до 400 мкм является актуальным и представляет интерес, как с научной, так и практической точки зрения.

# 2 Методика эксперимента и изучаемые образцы

#### 2.1 Изучаемые образцы

В настоящей работе, объектом исследования были микропровода  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  (Co80) и  $Co_{33}Fe_{31}Ni_{11}Cr_4Si_7B_{14}$  (Co40), а также микропровода с добавлением Ag и Cu, полученные 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Технология выплавки включала стадию металлургической очистки, включающей вакуумирование расплава до 1650°C для достижения равновесного состояния расплава. После завершения процесса плавки проводили отбор прекурсоров и изготовление микропроводов. Полученные микропровода имели диаметр магнитной жилы d от 60 до 360 мкм.

В дальнейшем кобальт-обогащенные микропровода были использованы для изготовления микророботов, некоторые характеристики которых были изучены дополнительно.

Исследование образцов включало следующие этапы:

- исследование влияния упругих напряжений (растяжения и скручивания) на магнитные характеристики микропроводов\*;

- исследование влияния геометрических размеров на магнитные характеристики микропроводов;

- исследование влияния состава на магнитные свойства микропроводов;

- исследование влияния механических деформаций на магнитные характеристики микропроводов;

- изучение магнитных характеристик, полученных микророботов.

\*Следует отметить, что микропровода должны находиться в замкнутом пространстве (в сосудах человеческого организма). В связи с этим исследования должны быть выполнены как на капсулированных исходных микропроводах, так и капсулированных микропроводах, к которым были предварительно приложены растягивающие и закручивающие напряжения.

# 2.2 Методы исследования магнитных характеристик аморфных микропроводов

# 2.2.1 Атомно-силовая микроскопия и магнитный импеданс

Морфология поверхности аморфных микропроводов была изучена с помощью атомной силовой микроскопии (ACM), подробно описанной в [45]. Измерения были выполнены на частоте 223 kГц с использованием кантилевера «Эталон».

Принцип работы атомно-силового микроскопа (ACM) основан на регистрации силы взаимодействия острого зонда с радиусом закругления порядка десятков нанометров с поверхностью исследуемого материала. В отличие от сканирующей туннельной микроскопии ACM позволяет исследовать свойства поверхностей и сколов как металлов и полупроводников, так и диэлектриков.

В основу работы ACM положена зависимость энергии взаимодействия двух атомов, находящихся на расстоянии *r* друг от друга, посредством сил Вандер-Ваальса, которую, как правило, аппроксимируют потенциалом ЛеннардДжонса. Реальное взаимодействие зонда с образцом имеет более сложный характер, но вид зависимости сохраняется. Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли (кантилевера) зондового датчика. АСМ способны регистрировать очень малые силы (10<sup>-8</sup>... 10<sup>-13</sup> Н и меньше), характерные для межатомного взаимодействия. В специальных конструкциях АСМ регистрируемые значения силы достигают значений порядка 5×10<sup>-18</sup> Н.

Атомно-силовой микроскоп зондирует поверхность образца тонкой иглой, длина которой составляет, как правило, несколько микрометров, а диаметр острия менее 10 нм. На рис. **2.2.1-1** схематически показан типичный зондовый датчик: 1 – кремниевый чип, кантилевер 2 и игла 3, которая находится на свободном конце кантилевера.



Рис. 2.2.1-1 Схематическое изображение кантилевера и зонда.

Сила взаимодействия между иглой и поверхностью образца заставляет иглу с кантилевером изгибаться. Специальный детектор регистрирует отклонение кантилевера при перемещении иглы вдоль поверхности образца или, как в данном случае, образца относительно иглы.

Изменение положения кантилевера в процессе сканирования измеряют разными способами: интерферометрически, оптико-позиционной схемой, тензодатчиком. Полученные ACM изображения для изучаемых образцов обрабатывались с помощью математических операций и фильтров программы «Nova», разработанной изготовителями ACM. Программа позволяет определять среднюю арифметическую шероховатость поверхности образцов *R*<sub>a</sub>.

### Магнитный импеданс

Оценка однородности магнитных характеристик, изучаемых образцов, оценивалась путем измерения магнитоимпеданса для различных участков микропроводов. Схема установки для измерения магнитного импеданса показана на рисунке *2.2.1-2*.



Рис 2.2.1-2 Схема установки для измерения магнитного импеданса микропроводов

Алгоритм работы установки заключается в следующем. Микропровод помещается в центр катушки, через которую пропускается ток, и протягивается через нее. Магнитоимпеданс измеряется на частоте 5 кГц при перемещении микропровода вдоль центральной линии катушки.

#### 2.2.2 Магнитооптический микромагнетометр

Измерения приповерхностных магнитных характеристик, изучаемых образцов, были выполнены на магнитооптической установке, собранной на базе микроскопа МИС-11, подробно описанной в статье [46]. Блок-схема установки приведена на *Рис. 2.2.2-1*. Принцип действия установки заключается в следующем: свет от источника излучения ИС (лампа К-12, питаемая от стабилизированного источника питания) проходит через поляризатор П и с

помощью системы линз Л1 первого тубуса микроскопа фокусируется на образец О, расположенный между полюсами электромагнита. Угол падения света на образец равен 45°.

Размер локального участка поверхности изучаемого образца определяется диаметром полевой диафрагмы, расположенной в первом тубусе микроскопа. С учетом возможного изменения увеличения микроскопа диаметр светового пятна на образце может варьироваться от нескольких миллиметров до нескольких десятков микрон.



1 - Генератор звуковых частот 3Г-102	O – образец
2 - Усилитель мощности УМ-50	ИС – источник све
3 - Микровольтметр постоянного тока В2-11	П - поляризатор
4 - Селективный усилитель У2-8	Л1 — первая линза
5 - Синхронный детектор СД-1	ДХ – датчик Холла
6 - Блок деления	Л2 - вторая линза
7 - Аналого-цифровой преобразователь Е-24	$\Phi\Pi-\phi$ отоприемн
8 - Блок питания лампы	

2.2.2-1 Блок схема магнитооптической установки, созданной на базе микроскопа МИС-11

Известно, что магнитооптический эффект Керра чувствителен К намагниченности приповерхностного слоя определенной толщины, соответствующей глубине проникновения света в среду – *t*<sub>pen</sub>. Величина глубины проникновения определяется из соотношения  $t_{pen} = \lambda / 4\pi \kappa$  (где к коэффициент поглощения среды,  $\lambda$  – длина волны падающей электромагнитной волны). существующим Согласно экспериментальным данным, для ферромагнитных материалов величина  $t_{pen}$  не превышает 10 - 30 нм в области энергии квантов падающего света 0.5 – 6 эВ.

Отраженный от образца свет собирается системой линз Л<sub>2</sub> второго тубуса в плоскости изображения микроскопа, где расположен приемник излучения ФП (германиевый фотодиод). Сигнал, пропорциональный интенсивности падающего на фотодиод света, поступает на вход измерительной системы.

В работе использовался модуляционный метод регистрации магнитооптических сигналов. Преимущество данного метода заключается в TOM, что его применение позволяет устранить влияние колебаний интенсивности источника света, влияние флуктуаций фототока, и в силу того, что он является дифференциальным, его чувствительность увеличивается по сравнению со статическим методом на 2 – 3 порядка, то есть, возможно измерение относительного изменения интенсивности отраженного света от перемагничиваемого образца вплоть до  $10^{-4} - 10^{-5}$ .

Сущность применяемой методики заключается в следующем. Исследуемый образец с помощью магнита перемагничивается переменным магнитным полем с частотой f = 80 Гц. Питание магнита осуществляется от генератора звуковых частот ЗГ-102. Изменение намагниченности засвеченного участка поверхности под действием периодически изменяющегося внешнего магнитного поля приводит к изменению интенсивности света за счет магнитооптического эффекта. Это изменение интенсивности регистрируется фотоприемником.

В цепи приемника излучения возникают два сигнала:

 $U_{-}$  – постоянное напряжение, пропорциональное интенсивности света  $I_{0}$ , отраженного от образца в отсутствие магнитного поля;

 $U_{\sim}$  – переменное напряжение с частотой *f*, пропорциональное глубине модуляции интенсивности отраженного от образца света  $\Delta I$  за счет магнитооптического эффекта, возникающего при изменении намагниченности от *M* до (– *M*) под действием внешнего переменного магнитного поля.

Постоянное напряжение  $U_-$  измеряется микровольтметром постоянного тока B2-11, а переменное напряжение  $U_-$  - усилителем-преобразователем У2-8 с синхронным детектором СД-1. Роль детектора сводится к подавлению сигналов с частотой следования, отличающейся от частоты опорного сигнала, задаваемого генератором ЗГ-102, и регистрации изменения фазы сигнала. С выхода СД-1 и B2-11 сигналы подаются на вход блока деления.

С блока деления сигнал, пропорциональный отношению переменной и постоянной составляющих интенсивности отраженного света, подается на один из входов аналого-цифрового преобразователя (АЦП) Е-24. На второй вход АЦП Е-24 подается напряжение, пропорциональное напряженности магнитного поля в зазоре электромагнита. Магнитное поле регистрируется датчиком Холла (ДХ), закрепленным между тубусами микроскопа таким образом, чтобы фиксировать значение поля на участке проведения измерения. ΑЦΠ осуществляет преобразование аналоговых сигналов в цифровые, регистрация осуществляется компьютером. Программное обеспечение которых <<PowerGraph>> позволяет визуализировать и упрощать процессы регистрации, обработки и анализа данных.

Изучаемые образцы вместе с электромагнитом устанавливаются на предметном столике микроскопа, снабженном двумя микроподачами,

позволяющими перемещать образец в двух взаимно перпендикулярных направлениях с точностью до ± 5 мкм.

Поляризация света осуществляется с помощью поляризатора Глана-Томсона (степень поляризации ~10<sup>-4</sup>), снабженного лимбом, позволяющим выставлять угол поляризации с точностью ~0.5°.

Основные технические характеристики установки:

- минимальная величина регистрируемого относительного изменения интенсивности отраженного от перемагничиваемого образца света составляет 5×10<sup>-5</sup>;

- минимальный диаметр изучаемого локального участка образца с учетом увеличения микроскопа равен 20 мкм.

Кривые намагничивания образцов измерялись на вышеописанной установке с помощью ЭЭК. Величина ЭЭК определялась из соотношения  $\delta = (I - I_0)/I_0$ , где *I* и  $I_0$  – интенсивности света, отраженного от намагниченного и ненамагниченного образца. Магнитное поле *H* было приложено параллельно поверхности образцов и перпендикулярно плоскости падения света.

# 2.2.3 Вибрационный магнитометр

Магнитные свойства образцов измерялись на вибрационном магнитометре фирмы Lakeshore серии 7400, подробное описание можно найти в статье[47]. Общий вид установки представлен на рисунке Рис. 2.2.3.-1.



Рис. 2.2.3.-1 Схема ВСМ

Вибрационный магнитометр используется для измерений таких характеристик исследуемых образцов, как магнитный момент и магнитная восприимчивость. Максимальное поле, получаемое на вибрационном магнитометре равно 2.2 Тл при близком сведении полюсов электромагнита и запуске максимально допустимого тока, равного 100 А. С криостатом максимальное рабочее поле составляет 1,6 Тл.

Измерение магнитных характеристик образца реализуется путем снятия величины электрического напряжения в измерительных катушках. Образец колебания совершает BO внешнем магнитном поле, создаваемом электромагнитом, которое изменяет его магнитный момент, и, вследствие закона электромагнитной индукции Фарадея, наводит ЭДС в измерительных катушках. Величина наведенной ЭДС прямо пропорциональна магнитному моменту образца. Меняя величину внешнего магнитного поля от нуля до можно измерять кривую намагничивания образца, максимума, a при прохождении замкнутого цикла между максимальными значениями поля различных знаков — его петлю гистерезиса. Величина магнитного поля между полюсами электромагнита измеряется при помощи датчика Холла.

Основные параметры установки:

1. Максимальное поле, достигаемое на установке — 22 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<sup>-7</sup> Гс.см<sup>3</sup> (emu).

#### 2.3 Анализ ошибок 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 коммуникациям;
• 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.

К основным источникам систематических погрешностей, которые существуют при измерении магнитооптических эффектов, относятся:

1. Появление ШУМОВ В измерительной системе, вносимых электромагнитными наводками на сетевой частоте f = 50 Гц. Уменьшение этих наводок достигалось за счет проведения измерений на частоте f = 80 Гц. Для индуцированных устранения резонансных наводок, сигналом В цепи намагничивания с частотой звукового генератора, проводилось тщательное заземление всех измерительных приборов. Фотоприемник помещался в кожух из мягкого железа и удалялся на максимальное расстояние от звукового генератора и магнита. Для уменьшения полей рассеивания магнит был изготовлен в форме тороида. Вместе с тем, уровень шумов и наводок экспериментальной установки постоянно контролировался. При измерении ЭЭК этот контроль осуществлялся по оценке величины эффекта на s-компоненте падающего света, поскольку для гироэлектрических сред величина ЭЭК на ркомпоненте на два порядка больше, чем на s-компоненте. Таким образом, поворот поляризатора на 90° от р- к s-компоненте позволял оценить уровень шумов системы. Настройка считалась удовлетворительной, если величина δS не превышала 1% от величины δP.

2. Неточная настройка оптической системы установки. Степень поляризации света для используемых нами поляризаторов Глана-Томпсона составляла 10-4, и поэтому этой погрешностью можно пренебречь.

3. Класс точности используемых приборов. К систематическим ошибкам приводят колебания коэффициента усиления усилителя и синхронного детектора. Эта ошибка определяется классом точности прибора и составляет 5 %. Для уменьшения этой ошибки усилитель периодически настраивался, а величина коэффициента усиления контролировалась внешним измерителем напряжения. Измерение постоянной составляющей сигнала проводились с точностью до 0,1 мВ. В целом, общая ошибка эксперимента не превышала 5 %.

Основные источники ошибок для измерения объемных магнитных характеристик (на установке BCM) можно отнести следующее: 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<sup>-7</sup> Гс·см3 (emu). Погрешность измерений петель гистерезиса не превышает 5%.

Погрешность измерение длины микропровода была порядка 10%, что практически не влияло на измеряемые значения поля насыщения.

Случайные ошибки минимизируются благодаря особенностям измерений.

### 3 Полученные результаты и их обсуждение

# 3.1 Изучение морфологии поверхности микропроводов с помощью атомного силового микроскопа (ACM)

Морфология поверхности изучаемых микропроводов была изучена с микроскопа (АСМ). Полученные ACM помощью атомного силового изображения были обработаны с использованием математических операций и фильтров программы «Nova», представленной изготовителями ACM. Шероховатость поверхности принято определять по ее профилю, который образуется в сечении этой поверхности плоскостью, перпендикулярной к номинальной поверхности.

При этом профиль рассматривается на длине базовой линии, используемой для выделения неровностей и количественного определения их параметров. Ниже на рисунке приведен для примера профиль шероховатости и его характеристики.



Для оценки шероховатости поверхности наиболее часто используют высотные параметры:  $R_z$  и  $R_a$ .  $R_z$  — высота неровностей профиля по десяти точкам; представляет сумму средних абсолютных значений высот пяти наибольших выступов профиля и глубин пяти наибольших впадин профиля в пределах базовой длины *l* 

$$R_{\mu} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{s} y_{pmi} + \sum_{i=1}^{s} |y_{vmi}|\right)}{10}$$

где  $y_{pmi}$  —высота *i*-го наибольшего выступа профиля;  $y_{vmi}$  — глубина *i*-й наибольшей впадины профиля.  $R_a$  — среднее арифметическое абсолютных значений отклонений профиля в пределах базовой длины *l*:

$$R_{a} = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{n} |y_{pmi}| + \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^{n} |y_{omi}|$$

где n — число выбранных точек на базовой длине. Параметр  $R_a$  является предпочтительным, так как его определяют по значительно большему числу точек профиля, чем  $R_z$ .

Ниже на рисунке **3.1-1** представлено типичное ACM изображение, наблюдаемое для изучаемых микропроводов.



Рис. 3.1-1 Поверхностный слой микропровода.

Анализ полученных АСМ данных показал, что средняя шероховатость поверхности магнитной жилы микропроводов порядка 2 – 3 нм. Этот экспериментальный факт свидетельствует о достаточно хорошем качестве поверхности образцов.

# 3.2 Изучение структуры микропроводов при помощи магнитоимпеданса

Типичные результаты исследования структуры микропроводов с помощью магнитоимпеданса приведены на *Рис. 3.2-1*.



Рис. 3.2-1 Зависимость модуля магнитоимпеданса от положения измерительной катушки при перемещении ее вдоль длины микропровода

Было обнаружено, что изменения модуля магнитоимпеданса вдоль длины изучаемых микропроводов не превышает 3%. Этот факт свидетельствует о высокой стабильности диаметров изучаемых аморфных микропроводов и однородность состава вдоль их длины.

# 3.3 Изучение приповерхностных локальных магнитных свойств с помощью магнитооптического магнетометра

Типичные локальные кривые намагничивания, полученные с помощью магнитооптического метода, представлены на рисунке **3.3-1**.



Рис 3.3-1 Приповерхностные локальные кривые намагничивания, наблюдаемые для аморфных микропроводов диаметром D = 120, 150 и

### 280 микрон

Анализ этих данных показал, что локальные кривые намагничивания и соответственно локальные значения полей насыщения *H*s изучаемых микропроводов в пределах ошибки эксперимента (~ 5%) совпадают. Этот результат свидетельствует о высокой однородности локальных магнитных характеристик и как следствие высокой однородности состава «толстых» аморфных микропроводов.

Коэрцитивная сила, *H*с, микропроводов не превышает 2 Ое. Приповерхностные значения поля насыщения увеличиваются с ростом диаметра микропровода. Этот экспериментальный факт был объяснен влиянием размагничивающего фактора микропроводов на их магнитные характеристики.

### 3.4 Изучение объемных магнитных характеристик с помощью вибрационного магнетометра

Исследование объемных магнитных характеристик изучаемых образцов было направлено на изучение влияния 1) геометрических размеров, 2) механических деформаций; 3) механических напряжений, 4) состава, а также различных конфигураций магнитных микропроводов на их магнитные характеристики.

# 3.4.1 Результаты исследования влияния геометрических размеров аморфных микропроводов на их магнитные свойства

На рисунках **3.4.1-1** – **3.4.1-7** представлены петли гистерезиса, полученные на вибрационном магнитометре для микропроводов различного диаметра (36, 60, 120, 150, 230, 280, 360 мкм) и длиной 1 см, а также для наглядности приведены зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля при изменении от – H до + H при  $H > H_S$ .





Рис. 3.4.1-1 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 36 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля.



Рис. 3.4.1-2 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 60 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля.



Рис3.4.1-3 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 120 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля





Рис. 3.4.1-4 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 150 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля



Рис. 3.4.1-5 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 230 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля



Рис. 3.4.1-6 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 280 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля





Рис. 3.4.1-7 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с диаметром магнитной жилы 360 микрон, а также зависимости магнитного момента от величины внешнего магнитного поля

Выше приведенные данные позволили построить зависимости поля насыщения, *H*s, и магнитного момента от диаметра микропровода (См. **Рис 3.4.1-8 и 3.4.1-9).** Величина *H*s определялись из петель гистерезиса, наблюдаемых для изучаемых образцов. Значение *H*s соответствовало полю, начиная с которого изменения намагниченности образца не превышают 1 – 2 %.



Из рисунка 3.4.1-8 видно, что значение поля насыщения образца зависит от его диаметра. Известно, что на величину поля насыщения образцов влияет размагничивающее поле, которое согласно существующим расчетам зависит от размагничивающего фактора *N*, то есть

$$H_s = IN$$

В свою очередь *N* рассчитывается по формуле:

$$N = \frac{4\pi [\ln(2\gamma) - 1]}{\gamma^2}, \gamma = \frac{L}{d},$$

где *L* – длина образца, а *d* – диаметр провода, I – намагниченность образца.

Учитывая тот факт, что длина микропровода *L* для всех изучаемых образцов была одинаковой (равна 1 см), можно получить формулу, позволяющую рассчитать поле насыщения образца. При этом намагниченность микропровода рассчитывается по формуле:

$$I=\pi\frac{d^2}{4}LM,$$

где М-магнитный момент единицы объема.

$$H_{s} \sim \frac{d^{4} \left[ \ln \left( 2 \frac{L}{d} \right) - 1 \right]}{L}$$

Из приведенных выше формул следует, что с ростом диаметра микропровода увеличивается его поле насыщения и намагниченность. Экспериментальные данные, приведенные на рисунках 3.4.1-8 и 3.4.1-9, согласуются с расчетными данными.

## 3.4.2 Результаты влияния механических деформаций на магнитные свойства микропроводов

На рисунках ниже приведены петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного и деформированных (за счет хрупкого и венозного излома) микропроводов.



Рис. 3.4.2-1 Петля гистерезиса, наблюдаемая для исходного микропровода с диаметром магнитной жилы 60 микрон



Рис. 3.4.2-2 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с венозным изломом с диаметром магнитной жилы 60 микрон



Рис. 3.4.2-3 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с венозным



изломом с диаметром магнитной жилы 90 микрон

Рис. 3.4.2-4 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с венозным

изломом с диаметром магнитной жилы 160 микрон



Рис. 3.4.2-5 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с венозным изломом с диаметром магнитной жилы 180 микрон



Рис. 3.4.2-6 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода с хрупким изломом с диаметром магнитной жилы 130 микрон

Приведенные выше данные свидетельствует о том, что вид механических напряжений (венозный или хрупкий излом) влияет на магнитные характеристики изучаемых аморфных микропроводов. Для наглядности выше приведенного утверждения в таблице 1 приведены значения поля насыщения и коэрцитивной силы, найденные для выше описанных микропроводов.

Таблица 1.	Влияние	деформаций	на магнитные
	xapa	ктеристики	

повреждение	без	венозное				ИЗЛОМ
d, мкм	60	60	90	160	180	130
Hc, Oe	2	0,4	0,4	0,14	0,14	80
Hs, Oe	21	560	140	120	110	3500

Из таблицы 2 видно, что поле насыщения и коэрцитивная сила микропровода зависит от вида деформации. В частности, при одинаковом диаметре микропровода (d = 60 мкм) наличие венозного излома обусловливает увеличение поля насыщения *Hs* и коэрцитивной силы *Hc*. Увеличение диаметра микропровода сопровождается уменьшением *Hs* и *Hc*. Это можно объяснить тем, что с ростом объема образца влияние венозной деформации уменьшается,

поскольку согласно существующим данным, она проявляется в основном на поверхности образца. В случае аморфных микропроводов с хрупким изломом поле насыщения и коэрцитивная сила возрастают, что обусловлено практически объемными деформациями образцов с образованием так называемых магистральных вен (см. приведенный для иллюстрации рисунок).



Венозный (слева) и хрупкий (справа) изломы, наблюдаемые для аморфных микропроводов ФТТ, Т.54, Вып.2, С. 271–276

# 3.4.3 Результаты влияния механических напряжений на магнитные свойства микропроводов

## 3.4.3.1 Результаты влияния механических напряжений на магнитные свойства микропроводов на основе *Co* 84

В разделе на рисунках **3.4.3-1** – **3.4.3-7** приведены петли гистерезиса, наблюдаемые для некапсулированных и капсулированных *Со<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub>* (*Co84*) микропроводов в исходном состоянии и при наличии приложенных к ним напряжений. Следует отметить, что на рисунках 3.4.3-1 – 3.4.3-3 приведены результаты измерений *Со<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub>* микропроводов диаметром 60 мкм, полученные автором в бакалаврской работе в 2017 году [48].



Рис. 3.4.3-1 Петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного Со84



микропровода диаметром 60 мкм

Рис. 3.4.3-2 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного

исходного Со84 микропровода диаметром 60 мкм



Рис. 3.4.3-3 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного микропровода Co84 диаметром 60 мкм, закрученного на 0,33 об/см



Рис. 3.4.3-4 Петли гистерезиса, наблюдаемые для двух капсулированных слабо скрученных Со84 микропроводов диаметром

60 мкм



Рис. 3.4.3-5 Петли гистерезиса, наблюдаемые для двух сильно скрученных капсулированных микропроводов Co84 диаметром 60 мкм



Рис. 3.4.3-6 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного микропровода Co84 диаметром 90 мкм, закрученного на ½ об/см

Экспериментально найденные значения коэрцитивной силы и поля насыщения для микропровода *Со* 84, приведены в таблице 2.

	-	•	T		~				~ (	∩ <b>/</b>
10	6 1111	a )	ĸ	<	ท่อาเคอบที่ที่ไม่	<i><b>UA MADUHMULIA</b></i>	vanavmon	110111111	I nx	K/I
IU	олии	u 4.	Ľ	лилпис пиг	иллепии	пи миспитпоне л	шриктер	истили	$\mathbf{v}$	7

			Капсулированные					
$Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$	Исходный		закрученный	Два слабо	Два сильно	d = 90 мкм,		
$\lambda_s \cong -0, 1 \cdot 10^{-6}$	d =60 мкм	исходный	на 0,33 об/см	скрученных	скрученных	закрученный на ½		
						об/см		
Hs, Oe	20	20	30	95	140	165		
Hc, Oe	0,04	0,03	0,05	0,17	0,2	0,15		

Анализ приведенных в таблице данных показывает, что капсулирование исходного микропровода не влияет на его магнитные характеристики. Вместе с тем приложение закручивающих напряжений обусловливают изменения поля насыщения и коэрцитивной силы. В частности, в случае двух сильно скрученных микропроводов поле насыщения увеличивается в 7 раз по сравнению с исходным образцом. Объяснение этого факта состоит в следующем. Известно, что поле насыщения аморфных микропроводов определяется упругими напряжениями, существующими в процессе их изготовления, то есть  $H_s \approx 3/2 \ \lambda \sigma$ . Приложение дополнительных закручивающих напряжений к микропроводам увеличивает значение  $\sigma$ , что сопровождается ростом  $H_s$ . Наибольшее влияние закручивающих напряжений наблюдается для двух сильно скрученных микропроводов.

## 3.4.3.2 Результаты влияния механических напряжений на магнитные свойства микропроводов на основе *Co 40*

На рисунках **3.4.3-7** – **3.4.3-12** приведены петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного и капсулированных микропроводов на основе *Co40* в исходном состоянии и образцах, к которым были приложены закручивающие напряжения.



Рис. 3.4.3-8 Петли гистерезиса, наблюдаемые для исходного Со40

### микропровода



Рис. 3.4.3-9 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного Co40 исходного микропровода



Рис. 3.4.3-10 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного Co40 микропровода, закрученного на ½ об/см



3.4.3-11 Петли гистерезиса, наблюдаемые для капсулированного Co40 микропровода при наличии растягивающего напряжения, равного 100 г



Рис. 3.4.3-12 Петли гистерезиса, наблюдаемые для двух капсулированных слегка скрученных Со40 проводов



Рис. 3.4.3-13 Петли гистерезиса, наблюдаемые для двух капсулированных сильно скрученных Co40 проводов

Для наглядности, полученные экспериментально для микропроводов *Co40* значения поля насыщения и коэрцитивной силы приведены ниже в таблице.

Таблица 3. Влияние напряжений на магнитные характеристики Co40

		Капсулированные					
$Co_{33}Fe_{31}Ni_{11}Cr_4Si_7B_{14}$	Исходный		29 KDVII AUUU IŬ	растянутый	Два слегка	Два сильно	
$\lambda_s \cong -18 \cdot 10^{-6}$	d = 60 мкм	исходный	(нагрузка	скрученных	скрученных		
			на /2 00/см	100г)			
Hs, Oe	100	120	130	130	180	200	
Hc, Oe	0,06	0,01	1	1,3	0,8	1	

Анализ приведенных выше данных показал следующее. Значения поля насыщения и коэрцитивной силы исходного образца в свободном и капсулированном состоянии в пределах ошибки эксперимента совпадают. Это означает, что капсулирование микропроводов не влияет на магнитные характеристики изучаемых образцов. В связи с этим дальнейшие измерения были выполнены на капсулированных образцах. Из таблицы 3 можно видеть, что закручивание микропровода на 0,33 об/см увеличивает значение поля насыщения практически в 1,5 раза, а сильное скручивание двух микропроводов – в 2,5 раза по сравнению с исходным образцом. Таким образом, как и в случае микропроводов другого состава, приложение упругих напряжений также сопровождается увеличением поля насыщения и коэрцитивной силы, что обусловлено увеличением действующих на микропровод напряжений.

#### 3.4.4 Результаты влияния состава на магнитные свойства микропроводов

На рисунках 3.4.4-1 – 3.4.4-5 приведены петли гистерезиса, наблюдаемые для микропроводов с добавлением 2% серебра и меди при изготовлении микропровода Co84.



Рис. 3.4.4-1 Петля гистерезиса, наблюдаемая для микропровода Co84 с диаметром жилы 36 микрон



Рис. 3.4.4-2 Петли гистерезиса, наблюдаемые для микропровода,



содержащего Ag, с диаметром магнитной жилы 44 мкм

Рис. 3.4.4-3 Петли гистерезиса, наблюдаемые для микропровода,

содержащего Ag, с диаметром магнитной жилы 53 мкм



Рис. 3.4.4-4 Петли гистерезиса, наблюдаемые для микропровода, содержащего Си, с диаметром магнитной жилы 23 микрона



Рис. 3.4.4-5 Петли гистерезиса, наблюдаемые для микропровода, содержащего Си, с диаметром магнитной жилы 54 микрона

Для наглядности представленные выше экспериментальные данные приведены в виде таблицы ниже.

### Таблица 4. Влияние добавок серебра и меди на

	Исходный	Ag		Cu	
d, мкм	36	44	53	23	54
Hc, Oe	0,5	0,3	0,12	300	70
Hs, Oe	35	80	70	3200	950

магнитные характеристики аморфных микропроводов

Представленные на рисунках и в таблице 4 результаты измерений магнитных характеристик описанных выше микропроводов, показывают, что при добавлении серебра и меди в аморфные микропровода *Co84* магнитный порядок образцов сохраняется, а поле насыщения увеличивается.

Следует отметить, что описанные выше исследования микропроводов были выполнены с целью получения нового типа материалов, которые с учетом того факта, что добавление серебра или меди, как было установлено, улучшает проводимость аморфных микропроводов по сравнению с исходным составом, могли бы найти практическое применение.

### 3.4.5 Результаты магнитных измерений микророботов

На рисунках представлены петли гистерезиса, наблюдаемые для микророботов, созданных на основе провода *Со<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub> (Co84).* 



Рис. 3.4.5-1 Петля гистерезиса, наблюдаемая для исходного микропровода с диаметром магнитной жилы 60 микрон



Рис. 3.4.5-2 Петля гистерезиса, наблюдаемые для микроробота без головки



Рис. 3.4.5-3 Петли гистерезиса, наблюдаемые для микроробота с головкой

Для наглядности полученные экспериментальные данные для приведены в виде таблицы ниже.

Таблица 5. Значения поля насыщения и коэрцитивной силы для

	Исходный	Без головки	С головкой
d, мкм	60	60	60
Hc, Oe	1,9	6	8
Hs, Oe	40	1370	7300

микророботов на основе Со84

Сравнение полученных данных показывает, что поле насыщения микроробота без головки возрастает в 35 раз по сравнению с исходным образцом. Кроме того, поле насыщения микроробота с головкой (*Puc. 3.4.5-3*) увеличивается по сравнению с микророботом без головки (*Puc. 3.4.5-2*) примерно в 5 раз. Эти данные можно объяснить влиянием размагничивающего фактора на магнитные характеристики изучаемых образцов.

### 3.5 Практическое применение аморфных микропроводов на основе Со84

Одним из способов применения аморфных микропроводов является создание микропружин. Новая технология, разработанная в ИМЕТ РАН позволяет получить аморфный микропровод требуемого диаметра

непосредственно из расплава без использования операций волочения и термической обработки. Причем процесс получения пружин заданных размеров осуществляется одновременно. Создаваемые пружины используются для изготовления так называемых защитных «подушек», которые предохраняют элементы электронной техники от ударных, вибрационных и тепловых воздействий.

В данной работе совместно с сотрудниками ИМЕТ (лаборатория ВНС Молоканова В.В.) была проанализирована возможность использования Co<sub>69</sub>Fe<sub>4</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>12</sub>B<sub>11</sub> (*Co84*) микропроводов для изготовления защитных «подушек», предохраняющих элементы электронной техники от ударных, вибрационных и тепловых воздействий. Защитные «подушки» были изготовлены в виде микропружин диаметром 200-300 мкм из протяженной аморфной спирали с переменным шагом (см. рис. **3.5-1**).



Рис. 3.5-1 Вид исходной заготовки: слева — протяженная аморфная спираль с переменным шагом, справа — изделие, полученное из нее.

Было установлено, что защитные подушки из вышеописанных микропроводов показали высокий уровень служебных характеристик таких, как упругость, высокая прочность, возможность работать в широком интервале положительных и отрицательных температур, а также широком частотном диапазоне. Кроме того, аморфные микропровода *Co84* были использованы при изготовлении макетных образцов микророботов, имеющих следующие конфигурации:

**МР1** - спиральная структура из аморфного микропровода диаметром 200 мкм, длиной 10 мм;

**MP2** - спиральная структура из аморфного микропровода диаметром 200 мкм, длиной 10 мм с головкой длиной 1 мм, созданной наматыванием исходного микропровода на конце спирали;

Фотографии изучаемых микророботов приведены на рисунке. 3.5-2



Рис. 3.5-2 Микроробот МР1 в виде спирали из микропровода диаметром 200 мкм и длиной 10 мм (а); МР2. в виде спирали диаметром 200 мкм, длиной 10 мм с головкой диаметром 560 мкм длиной 1 мм из нанокристаллического железа (b).

Возможность использования микророботов при эндоваскулярных вмешательствах была проанализирована по их способности передвижения в стеклянной трубке диаметром 2 мм длиной 10 см под действием внешнего градиентного магнитного поля параллельного длине трубки, создаваемого катушками на ее концах.

Было найдено, что скорость движения микроробота MP2 под действием градиентного магнитного поля примерно в 1.7 раза больше, чем микроробота MP1. Этот факт был объяснен наличием магнитной головки, усиливающей взаимодействие микроробота MP2 с внешним магнитным полем по сравнению с микророботом MP1.

Таким образом, проведенные пробные измерения подтвердили возможность использования микропроводов в практических приложениях, что обусловлено уникальными служебными характеристиками этих материалов, такими как сверхупругость и высокая прочность.

### Основные результаты и выводы

 Проведенные в рамках диссертации экспериментальные исследования структурных и магнитных характеристик аморфных микропроводов с диаметром магнитной жилы, равной 36 – 360 мкм показали, что изучаемые материалы проявляют следующие уникальные свойства:

• среднее значение шероховатости поверхности, **R**<sub>a</sub>, микропроводов равно 2-3 нм, что свидетельствовало о гладкой поверхности изучаемых образцов;

• изменения локальных значений магнитоимпеданса вдоль длины микропроводов не превышает 3% из-за стабильных размеров их диаметра;

• микропровода характеризуются высокой пластичностью, о чем свидетельствовала их способность завязываться в узел без разрушения;

• локальные значения полей насыщения *H*<sub>s</sub> микропроводов в пределах ошибки эксперимента (~ 5%) совпадают, что объяснено высокой однородностью магнитных характеристик изучаемых образцов;

- Значения поля насыщения, *H<sub>s</sub>*, и коэрцитивной силы, *H<sub>c</sub>*, зависят от диаметра металлической жилы микропровода, *d*. В частности, с ростом *d* значения *H<sub>s</sub>* и *H<sub>c</sub>* увеличиваются, что объяснено влиянием размагничивающего фактора на магнитные характеристики изучаемых образцов.
- 3. Величина Hs приповерхностных значений поля насышения И коэрцитивной силы  $H_C$  изучаемых микропроводов больше объемных. Это различие объемных и приповерхностных магнитных характеристик, объяснено микропроводов может быть типичной аморфных для

материалов неоднородностью состава приповерхностной области изучаемых образцов.

- 4. Значения поля насыщения и коэрцитивной силы микропроводов увеличиваются под действием приложенных упругих напряжений из-за увеличения внутренней магнитоупругой энергии изучаемых образцов по сравнению с исходными.
- 5. Выполненные поисковые исследования показали, что добавки серебра (Ag) и меди (Cu) в состав аморфных микропроводов *Co84* увеличивают поле насыщения и коэрцитивную силу микропроводов, тем самым, ухудшая их магнитомягкие свойства, но улучшая электропроводность.
- Проанализирована возможность использования аморфные микропровода в практических приложениях, в частности, при изготовлении защитных подушек и микророботов для медицинских целей.

### 4 Список литературы

1. К. Судзуки, Х. Фудзимори, К. Хасимото // Аморфные металлы // М., Металлургия, (1987) 25-28.

2. Губанов А.И. // Квазиклассическая теория аморфных ферромагнетиков // Физика твердого тела. // 1960.–Т.2.–№3.–С.502-513.

3. К. Хандрих, С. Кобе, // Аморфные ферро- и ферримагнетики, М., Мир, //(1982) 56-57.

4. И.В. Золотухин, // Физические свойства аморфных металлических материалов, // М., Металлургия, (1986) 176.

5. Улитовский А.В., Авраменко А.И., Маякский Н.М. // Непрерывное изготовление микропровода в стеклянной изоляции// Авторское свидетельство СССР № 128427 от 15.05.1960 г.

6. Чуева Т.Р. // разработка «толстых» аморфных микропроводов

В системе  $Fe_{75}Si_{10}B_{15} - Co_{75}Si_{10}B_{15} - Ni_{75}Si_{10}B_{15}$  //Москва 2014

7. Перов Н.С. Исследование магнитных свойств микро- и нанонеоднородных систем// Диссертация на соискание ученой степени доктора физикоматематических наук. // Москва, 2009.–248 с.

8. Radkovskaya A., Rakhmanov A.A., Perov N., Sheverdyaeva P., Antonov A.S. The thermal and stress effect on GMI in amorphous wires// Journal of Magnetism and Magnetic Materials.–2002.–V.249.–V.1-2.–P.113-116.

9. Tremolet de Lacheisserie E. // Magnetostriction. Theory and applications of magnetoelasticity. // Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 1993.–430 p.

10. Vazquez M., Hernando A. // A soft magnetic wire for sensor applications // Journal of Physics D: Applied Physics.–1996.–V.29.–N.4.–P.939-949.

11. Severino A.M., Gomez-Polo C., Marin P., Vazquez M. // Influence of the sample length on the switching process of magnetostrictive amorphous wire// Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 1992.–V.103.–N.1-2.–P.117-125.

12. Vazquez M., Gomez-Polo C., Chen D.-X. // Switching mechanism and domain structure of bistable amorphous wires// IEEE Transactions on Magnetics. //1992.– V.28.–N.5.–Part 2.–P.3147-3149.

13. Zhukov A.P., Vazquez M., Velazquez J., Chiriac H., Larin V. // The remagnetization process in thin and ultra-thin Fe-rich amorphous wires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 1995.–V.151.–N.1-2.–P.132-138.

14. Усов Н.А., Антонов А.С., Дыхне А.М., Лагарьков А.Н. // К теории доменной структуры аморфного провода на основе кобальта // Электричество. // 1998.– №2.–С.55-66.

15. Zhukova V., Zhukov A., Gonzalez J., Blanco J.M. // Length effect a negative magnetostrictive Co-Si-B amorphous wire with rectangular hysteresis loop // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 2003.–V.254-255.–P.182-184.

16. Zhukov A., Ipatov M., Zhukova V., Garcia C., Gonzalez J., Blanco J.M. //
Development of ultra-thin glass-coated amorphous microwires for HF magnetic
sensor applications // Physica Status Solidi (A) Applications and Materials. // 2008.–
V.205.–N.6.–P.1367-1372.

17. Zhukova V., Ipatov M., Gonzalez J., Blanco J.M., Zhukov A.P. Development of thin microwires with enhanced magnetic softness and GMI// IEEE Transactions on Magnetics. // 2008.–V.44.–N.11.–Part 2.–P.3958-3961.
18. Garcia-Prieto M.J., Pina E., Zhukov A., Larin V., Marin P., Vazquez M., Hernando A. // Glass-coated Co-rich amorphous microwires with enhanced permeability// Sensors and Actuators, A: //Physical.–2000.–V.81.–N.1.–P.227-231.

 Zhukov A. // Design of the magnetic properties of Fe-rich, glass-coated microwires for technical applications// Advanced Functional Materials. // 2006.–
 V.16.–N.5.–P.675-680.

20. Zhukova V., Larin V.S., Zhukov A. // Stress induced magnetic anisotropy and giant magnetoimpedance in Fe-rich glass-coated magnetic microwires// Journal of Applied Physics. // 2003.–V.94.–N.2.–P.1115-1118.

21. Sergueeva A.V., Walleser J., Zhou J., Meacham B.E., Branagan D.J. // Ductile high strength microwires from glassy nanosteel alloys // Materials Science and Engineering. // 2012. –V. A 534. – P. 603–608.

22. Hauser H., Kraus L., Ripka P. // GIANT Magnetoimpedance Sensors // IEEE Instrumentation & Measurement Magazine. // 2001. –V.4. – Is.2. – P. 28-32.

23. Мохирев И.И., Чуева Т.Р, Заболотный В.Т., Умнов П.П, Умнова Н.В., Молоканов В.В. // Прочностные и пластические свойства протяжённых аморфных проводов из Со-сплава, полученных с использованием различных методов быстрой закалки расплава // Деформация и разрушение материалов. – 201. - №7. - С. 31-35.

24. Воркачев К.Г., Чуева Т.Р., Мохирев И.И., Умнов П.П., Умнова Н.В., Молоканов В.В., // Заболотный В.Т. Дефекты аморфных металлических проводов, полученных различными методами быстрой закалки расплава // Перспективные материалы. // 2010. – №4. – С. 76-82.

25. Molokanov V.V., Chebotnikov V.N. // Quasicrystals and amorphous alloys in

Ti-Zr-Ni system: Glassforming ability, structure and properties // Journal of NonCrystalline Solids. – 1990. – V. 117–118. – Part 2. – P. 789–792.

26. Zhukova V., Umnov P., Molokanov V., Shalygin A.N. and Zhukov A. //
Studies of magnetic properties of amorphous microwires produced by combination of
by quenching, glass removal and drawing techniques // Key Engineering Materials. //
2012. - V. 495. - P. 280-284.

27. Шалыгина Е.Е., Умнова Н.В, Умнов П.П., Молоканов В.В., Самсонова В.В, Шалыгин А.Н., Рожновская А.А. // Особенности магнитных свойств «толстых» микропроводов, полученных методом УлитовскогоТейлора // Физика твердого тела. // 2012. - Т. 54. - Вып.2. - С. 271-276.

28. В.И. Бобровицкий, В.А. Сидоров. // Механическое оборудование: техническое обслуживание и ремонт // Донецк: Юго-Восток, 2011. – 238 с.

29. Bordin G., Buttino G., Poppi M. // Bending effects and temperature dependence of magnetic properties in a Fe-rich amorphous wire// Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 2001.–V.233.–N.3.–P.187-194.

30. Vazquez M., Gomez-Polo C., Theuss H., Kronmuller H. // Domain structure and magnetization process of bent Fe-rich amorphous wires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 1996.–V.164.–N.3.–P.319-326.

31. Kamer O., Erdogan M. // DC magnetization of ferromagnetic amorphous wires with local deformation// Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 2007.– V.312.–N.1.–P.21–26.

32. Antonenko A.N., Sorkine E., Rubshtein A., Larin V.S., Manov V. // Highfrequency properties of micro-wire cores // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. // 1999.–V.196-197.–P.397-399 33. Kraus L., Schneider J., Wiesner H. // Ferromagnetic resonance in amorphous alloys prepared by rapid quenching from the melt // Czechoslovak Journal of Physics.
// 1976.-V.26.-N.5.-P.601-602.

34. 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. // 2009.–
V.355.–N.24-27.–P.1380-1386.

35. L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda, // Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys, // J. Appl. Phys. 76 (1994) 6198-6203.

36. Vazquez M., Knobel M., Sanchez M.L., Valenzuela R., Zhukov A.P. // Giant magnetoimpedance effect in soft magnetic wires for sensor applications// Sensor and Actuators, A: Physical. // 1997.–V.59.–N.1-3.–P.20-29.

37. Zhukov A., Ipatov M., Zhukova V., Garcia C., Gonzalez J., Blanco J.M. // Development of ultra-thin glass-coated amorphous microwires for HF magnetic sensor applications // Physica Status Solidi (A) Applications and Materials. // 2008.– V.205.–N.6.–P.1367-1372.

38. Garcia-Prieto M.J., Pina E., Zhukov A., Larin V., Marin P., Vazquez M., Hernando A. // Glass-coated Co-rich amorphous microwires with enhanced permeability// Sensors and Actuators, A: Physical. // 2000.–V.81.–N.1.–P.227-231.

39. Larin V., Torcunov A., Baranov S., Vazquez M., Zhukov A., Hernando A. Method of magnetic codification and marking of the object// Spain Patent №P9601993, 1996.

40. Ripka P. // Advances in fluxgate sensors// Sensors and Actuators, A: Physical. // 2003.–V.106.–N.1-3.–P.8-14.

41. Moron C., Aroca C., Sanchez M.C., Garcia A., Lopez E., Sanchez P. // Application of flash annealed amorphous ribbons in security systems // IEEE Transactions on Magnetics. // 1995.–V.31.–N.1.–Part 2.–P.906-909.

42. Antonov A.S., Buznikov N.A., Granovsky A.B., Joura A.V., Rakhmanov A.L., Yakunin A.M. // Domain-walls motion in glass-coated CoFeSiB amorphous microwires // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. //2002.–V.249.–N.1-2.– P.95-98.

43. Vazquez M., Hernando A. // A soft magnetic wire for sensor applications // Journal of Physics D: Applied Physics. // 1996.–V.29.–N.4.–P.939-949.

44. Parkin S.S.P. // Shiftable magnetic shift register and method of using the same //U.S. Patent 6834005, 2004.

45. Макаров А.В. // Исследования магнитных свойств и морфологии трёхслойных Fe/полимер/Fe тонкопленочных образцов // магистерская диссертация // 2018 г.

46. Рожновсая А.А. // Магнитооптическое исследование магнитных свойств низкоразмерных тонкопленочных систем на основе железа и кобальта // диссертация на соискание степени кандидата физика-математических наук // 2017 г.

47. Перов Н.С., Родионова В.В., Прудникова М.В., Грановский А.Б., Прудников
В.Н. // Вибрационный магнитометр. Специальный физический практикум //
2016 г.

48. Рубцов В.Д. // Выпускная квалификационная работа // 2017 г.

49. Bradley J. Nelson, Ioannis K. Kaliakatsos, and Jake J. Abbott // Microrobots for Minimally Invasive Medicine // Annu. Rev. Biomed. Eng // 2010. 12:55–85 50. Devlin PM. // Brachytherapy: Applications and Techniques. // Philadelphia: Lippincott Williams & Wilkins. // 448 pp 2007.

51. Andra W, Nowak H,eds // Magnetismin Medicine: A Handbook. // Weinheim, Germany: Wiley-VCH. // 629 pp. 2nd ed. 2007

52. Baronzio GF, Hager ED. // Hyperthermia in Cancer Treatment: A Primer. // New York: Springer 2006.

53. 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

54. 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.

55. Yesin, K. B., Vollmers, K. and Nelson, B. J. (2006). // Modeling and control of untethered biomicrorobots in a fluidic environment using electromagnetic fields. // The International Journal of Robotics Research, 25(5–6): 527–536.

56. 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.

57. 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.

58. 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

# 5 Приложение

# 5.1 Применение микророботов пловцов



Рис.5.1-1. Применение микророботов-пловцов[49].

## 5.1.1 Целенаправленная терапия.

Микророботы могут использоваться для точечной доставки химических и биологических веществ, а также доставки различных форм энергии. Ниже приведены некоторые терапевтические применения для микророботов:

- Целевую доставку лекарственного средства можно использовать для одновременного увеличения концентрации лекарственного средства в области, представляющей интерес, и уменьшения риска побочных эффектов в остальной части тела.
- Брахитерания это размещение источника радиоактивного излучения, вблизи нежелательных клеток, (например, опухоль) [50]. Излученная энергия приводит к гибели клеток, расположенных вблизи к радиоактивному источнику.
- Гипертермия и термоаблация местная доставка тепловой энергии для разрушения нежелательных клеток [51]. Гипертермия предполагает умеренное повышение температуры (40-45 ° C) в большом промежутке времени, для повышения эффективности других терапий; термоаблация повышение температуры выше 50 ° C, [52] что приводит к гибели клеток. Наиболее перспективными методами беспроводной доставки тепла являются высокочастотные магнитные поля.
- Имплантация стволовых клеток. Стволовые клетки обладают огромным потенциалом в будущем (например, восстановление потерянного слуха и зрение), но до сих пор не ясно, каким образом дифференцированные стволовые клетки будут имплантироваться в

клинических условиях. Это может быть задача, хорошо подходящая для микророботов.

# 5.1.2 Удаление тканей.

Микророботы могут использоваться для удаления тканей механическими средствами. Ниже приводятся два метода удаления тканей, которые могут быть осуществлены микророботами:

- Абляция это удаление материала с поверхности объекта. В простейшей форме это осуществляется очисткой. В данном случае, вращающиеся микророботы будут лучше всего подходить для выполнения задач абляции, что было бы полезно, например, в удалении жировых отложений с внутренних стенок кровеносных сосудов. Другая возможность ультразвуковая абляция, в которой микроробот резонирует, испуская ультразвуковые волны для разрушения объекта, такого как камень в почках.
- *Биопсия* также может выполняться микророботами. В простейшем случае микроробот извлекает образец ткани и удаляется из организма.

# 5.1.3 Телеметрия.

Микророботы могут использоваться для передачи информации из труднодоступных мест. Эта информация может быть передана различными методами (например, радио, видимый свет, ультразвук).

Микророботы могут выполнять *дистанционное зондирование*.
 Например, микророботы могут передавать в реальном времени время интересующую нас информацию (например, концентрацию кислорода)

или передавать простой двоичный сигнала при обнаружении интересующего нас аналита (например, рака крови).

• *Передача местоположения* микроробота также очень важна. В сочетании с дистанционным зондированием, микроробот может передавать информацию о местоположении неизвестных внутренних явлений (например, кровотечения).

### 5.2 Типы микророботов

В настоящее время развитие микророботов пловцов развивается в нескольких направлениях. Причем передвижение микророботов осуществляется различными способами, в том числе с помощью моторов [53], химических реакций, ультразвука [54] 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 миророботы 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 [54] 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*.

### 5.3 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. <u>Первый тип</u>, подробно рассмотренный в работе [55], представляет собой вытянутый эллипсоид, приводимый в движение градиентом магнитных полей.



Рис.5.3-1. 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 [55], 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 Тл / м.

<u>Второй тип микроробота</u> рассмотрен в статье [56]. Он передвигается в высоковязкой среде с низким числом Рейнольдса путем «ввинчивания».



Рис.5.3-2. Микророботы в виде спирали

Автор работы [56], учитывая механизм передвижения бактерии. смоделировал искусственный бактериальный жгутик, который состоит из спирального хвоста на основе индия-галлия-мышьяка, (InGaAs / GaAs), обладающего диамагнитными свойствами, а также головки из ферромагнитного металла, содержащего никель/золото/хром (Ni /Au/ Cr), накрученного в несколько слоев (*Рис.5.3-2*). 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.

<u>Третий тип магнитных роботов</u> пловцов представляет собой управляемую переменным магнитным полем магнитную голову с упругим хвостом (Рис. 5.3-3). Данный тип подробно рассмотрен в статье [57].



### Рис.5.3-3. 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 [58], 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.

85

Автор выражает благодарность своему научному руководителю профессору, дфмн Шалыгиной Е.Е. за поставленную задачу, помощь в проведении измерений и знания, полученные в процессе обучения.

Также благодарю всех сотрудников кафедры магнетизма за неоценимый вклад в личностное и научное развитие, а также за понимание и поддержку.