

**РАДИОЭЛЕКТРОНИКА И ПРИБОРОСТРОЕНИЕ**

УДК 620.17

*В. Г. ПИНЧУК<sup>1</sup>, С. В. КОРОТКЕВИЧ<sup>2</sup>, В. В. ЧИКУНОВ<sup>3</sup>, Е. А. КОВАЛЕВ<sup>1</sup>***АВТОМАТИЗАЦИЯ СПЕКТРОМЕТРА ФЕРРОМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА**<sup>1</sup>*Гомельский государственный университет им. Франциска Скорины, Гомель, Беларусь, e-mail: eakovalev@gsu.by,*<sup>2</sup>*РУП «Гомельэнерго», Гомель, Беларусь, e-mail: korotsv@tut.by,*<sup>3</sup>*Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь, e-mail: chivlad\_by@mail.ru*

Описан метод ферромагнитного резонанса (ФМР). Обоснована методика изучения дислокационной структуры поверхности ферромагнетиков на глубине  $10^{-6}$ – $10^{-7}$  м методом ФМР. Описаны принципиальная и электрическая схемы разработанного радиоспектрометра ФМР. С использованием разработанного электронного устройства осуществлено монотонное изменение величины постоянного магнитного поля на индуктивной катушке спектрометра ФМР путем варьирования величины напряжения от 1 до 300 В. Разработано программное обеспечение с применением аналого-цифрового преобразователя (АЦП) и осуществлена автоматизация регистрируемых параметров.

*Ключевые слова:* поверхность, дислокационная структура, ферромагнитный резонанс, автоматизация, ширина резонансной линии, плотность дислокаций, периодичность прочностных характеристик, оцифровка аналоговых сигналов, микроконтроллер.

*V. G. PINCHUK<sup>1</sup>, S. V. KOROTKEVICH<sup>2</sup>, V. V. CHIKUNOV<sup>3</sup>, E. A. KOVALEV<sup>1</sup>***AUTOMATION OF FERROMAGNETIC RESONANCE SPECTROMETER**<sup>1</sup>*Gomel State University of F. Skoriny, Gomel, Belarus, e-mail: eakovalev@gsu.by,*<sup>2</sup>*RUP Gomelenergo, Gomel, Belarus, e-mail: korotsv@tut.by,*<sup>3</sup>*A. V. Likov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus, e-mail: chivlad\_by@mail.ru*

A method of ferromagnetic resonance (FMR) is described. It has been verified and substantiated that the parameters of FMR can be used for studying of dislocation structure of surface of ferromagnetics at depth of  $10^{-6}$ – $10^{-7}$  m. The schematic and the electric circuit of the FMR radiospectrometer is described. The monotonous change of magnetic field of inductive coil of FMR spectrometer by change of tension from five to three hundred volts is carried out. A software is developed and with use of the analog-digital converter (ADC) automation of the registered parameters is carried out.

*Keywords:* surface, dislocation structure, ferromagnetic resonance, automation, width of the resonant line, density of dislocations, frequency of strength characteristics, digitization of analog signals, microcontroller.

**Введение.** В реальных кристаллах механические свойства определяются возникновением, движением и взаимодействием дислокаций между собой и с другими дефектами кристаллической структуры. Для решения проблемы разрушения поверхностных слоев металлов при фрикционном нагружении актуальными являются задачи, связанные с выяснением структурных аспектов. Первостепенное значение приобретают последовательные исследования кинетики дислокационной структуры в данных слоях. В настоящее время для этого широко используется метод ФМР. Влияние дислокаций на магнитные свойства ферромагнетиков, в том числе и на ширину линии  $\Delta H$  ФМР, обусловлено тем, что при наличии в кристалле линейных дефектов в электронном энергетическом спектре возникают полосы локализованных спиновых возбуждений, имеющие характер плоских волн (спиновые волны) [1, 2].

Возможность изучения дислокационной структуры методом ФМР обуславливается тем, что разность энергий энергетических уровней этих возбуждений соизмерима с величиной кванта энергии, соответствующей диапазону сверхвысоких частот. Поэтому СВЧ-электромагнитные колебания (сантиметрового, миллиметрового диапазонов) обладают способностью резонансного взаимодействия с веществом, в результате которого происходит поглощение энергии электромагнитного поля спиновой системой. Данный метод используется для изучения внутренних свойств ферромагнитных веществ. Экспериментальные методы ФМР удобны в исследовании рассеяния энергии спиновых волн на линейных дефектах (дислокациях) кристаллической структуры, поскольку уширение линии резонансного поглощения в деформированном ферромагнитном кристалле обуславливается дислокациями [1–4]. Влияние дислокаций на  $\Delta H$  проявляется в веществах с константой магнитострикции, отличной от нуля. В силу явления магнитострикции упругое напряжение вокруг дислокации, появляющейся при деформации ферромагнетика, вызывает в ферромагнитном образце дополнительное магнитное поле  $H_{\text{лок}}$ . Влияние сформированной дислокации на резонансное условие определяется следующим соотношением [1]:

$$\omega_{\text{рез}} = \gamma H_{\text{эф}}, \quad (1)$$

где

$$H_{\text{эф}} = H_0 + H_{\text{лок}} \quad (2)$$

( $H_0$  – постоянное магнитное поле,  $H_{\text{лок}}$  – локальное магнитное поле вокруг дислокации, обусловленное ее упругим напряжением). В этом случае увеличивается разброс резонансных частот переменного электромагнитного поля. Таким образом, деформация ферромагнетика приводит к уширению линии ФМР, что регистрируется при проведении эксперимента.

Измерительная аппаратура ФМР определяется особенностями частотного диапазона электромагнитных полей, в котором находятся нормальные колебания спиновой системы. В таких исследованиях характеристики резонансного поглощения энергии электромагнитного поля определяются измерением параметров волноводных систем, содержащих ферромагнитные образцы. ФМР наблюдается во взаимно перпендикулярных полях  $H_0$  и переменном электромагнитном поле СВЧ. Регистрируется либо объемное поглощение энергии СВЧ-поля, либо коэффициент отражения волны от поверхности образца. В случае металлических образцов ввиду малой глубины проникновения СВЧ-поля обычно измеряется отражение электромагнитной волны. При резонансных измерениях образцы помещаются в резонатор волноводного типа.

Для регистрации сигнала ФМР, согласно формуле (1), необходимо менять или внешнее магнитное поле  $H_0$ , или частоту СВЧ-поля, задаваемую клистронным генератором. Экспериментально выгоднее и проще изменять внешнее магнитное поле  $H_0$ , генерируемое электромагнитом, а частоту клистрона стабилизировать. В нашем эксперименте выбран этот способ регистрации.

Цель работы – повышение точности, чувствительности и разрешающей способности метода ФМР путем разработки устройства для автоматизации монотонного изменения величины постоянного магнитного поля, цифрового преобразования аналогового сигнала поглощения электромагнитного поля образцом и создания программного обеспечения для регистрации изменения ширины линии ФМР.

**Методика эксперимента.** Радиоспектрометр ФМР разработан и изготовлен по типу аппаратуры волноводной мостовой схемы. Его блок-схема приведена на рис. 1.

В отличие от обычных мостовых схем, использующих двойной тройник, авторы данной работы применили ферритовый циркулятор типа ВВЦ-100В, обеспечивающий максимальную развязку между измерительными плечами и высокую чувствительность измерительной схемы. Линия резонансного поглощения регистрировалась на частоте 9400 МГц резонаторным методом «на отражение» с применением амплитудной модуляции клистронного генератора напряжением прямоугольной формы и частотой 1 кГц, подаваемым на отражатель клистрона. Установка усовершенствована: осуществлено термостатирование клистронного генератора СВЧ-поля посредством помещения клистрона типа К-129 М в емкость с трансформаторным маслом. Этой механической доработкой устраняется его перегрев и осуществляется четкая стабилизация рабочей частоты внешнего электромагнитного поля. Достигнута высокая чувствительность измерительной

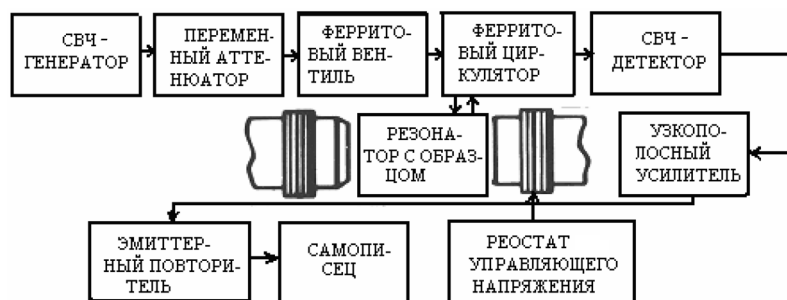


Рис. 1. Блок-схема радиоспектрометра ФМР

схемы посредством применения резонатора отражательного типа и ввиду сильных сигналов резонансного поглощения упрощена методика эксперимента, результат которой – использование способа регистрации кривой поглощения без компенсации и подстройки резонатора. Величина добротности связи резонатора на «отражение» с измерительной частью схемы составляла примерно  $10-10^2$  и определялась размерами окна связи  $8 \times 10$  мм, которые при необходимости регулировались. Добротность пустого резонатора ( $Q_0$ ) составляла примерно  $10^3$ . В качестве объектов исследования использовались поликристаллический и монокристаллический никель повышенной чистоты 99,99 %, а также сплав никеля с железом 78 Ni–22 Fe (пермаллой). В нем константа магнитострикции  $\lambda$  равна нулю и уширение линии ФМР с деформацией отсутствовало.

Интенсивность изнашивания определяли методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) [5].

**Результаты эксперимента и их обсуждение.** Для объяснения влияния дислокаций на ширину линии ФМР используется спин-волновая теория [1]. Метод ФМР – наиболее удобный в исследовании рассеяния спиновых волн на линейных дефектах (дислокациях) кристаллической структуры, поскольку при частоте внешнего электромагнитного поля  $\nu = 9400$  МГц уширение линии резонансного поглощения в деформированном ферромагнетике обуславливается упругими полями дислокаций, в то время как мелкомасштабные (вакансии, внедренные атомы) и крупномасштабные (трещины, поры, поликристаллические зерна и др.) дефекты выпадают из спектра поглощения. Как показал расчет границ спин-волнового спектра, в которых происходит рассеяние энергии спиновых волн на упругих полях дислокаций, спектр энергии поглощения определяется протяженностью упругих полей и частотой внешнего электромагнитного поля. Оценка проводилась для образцов никеля и железа в форме диска с отношением толщины к диаметру 1:10, намагниченного параллельно плоскости образца. На частоте 9400 МГц эффективно происходит рассеяние спиновых волн на дефектах с упругими полями примерно  $700 \text{ \AA}$  [4]. Согласно оценкам, область спиновых волн при этой резонансной частоте

для никеля находится в интервале  $\lambda_{\min} \leq 8 \cdot 10^{-8} - 3 \cdot 10^{-7} \text{ м} \leq \lambda_{\max}$  и для железа – в интервале  $\leq 5 \cdot 10^{-8} - 1,5 \cdot 10^{-7} \text{ м} \leq \lambda_{\max}$ . Другим преимуществом данного метода является то, что на этой частоте глубина проникновения СВЧ-поля в поверхностный слой (скин-слой) в металлических ферромагнетиках составляет  $\delta \approx 10^{-7} - 10^{-6} \text{ м}$ . Последнее определяет избирательность метода по информативности дефектной микроструктуры тонких поверхностных слоев, особенно при

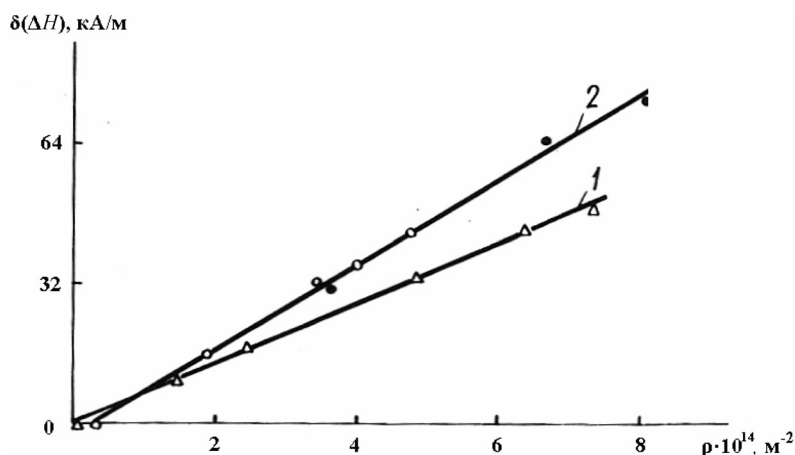


Рис. 2. Зависимость уширения линии  $\delta(\Delta H)$  ФМР от плотности дислокаций для разных образцов: 1 – поликристалл никеля, деформированный при 300 К; 2 – монокристалл никеля, деформированный при 300 и 78 К

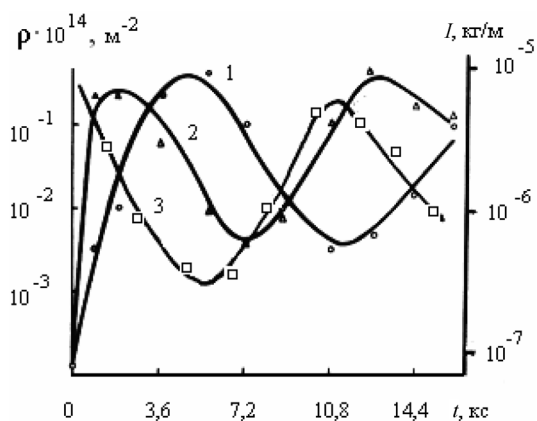


Рис. 3. Зависимость плотности дислокаций ( $\rho$ ) от времени трения ( $t$ ): 1, 2 – нагрузка соответственно 84, 168 кПа; 3 – изменение интенсивности изнашивания ( $I$ ),  $P = 84$  кПа

жания кристаллической решетки и неодинаковая плотность дислокаций. При низких температурах деформирования (78 К) средняя плотность дислокаций увеличивается примерно в 1,5 раза, одновременно растет плотность дислокаций в границах блочной структуры, которая представляет собой квазиравномерное распределение дислокационных скоплений по объему материала.

Таким образом, ФМР является прецизионным экспериментальным методом неразрушающего контроля дислокационной структуры ферромагнетиков при учете линейной зависимости  $\rho = f(\epsilon)$  до критического значения плотности дислокаций примерно  $10^{15} \text{ м}^{-2}$ , когда кристаллическая решетка теряет устойчивость и начинает разрушаться.

Комплексное изучение физических закономерностей эволюции дислокационной структуры поверхностного слоя никеля при трении скольжения, установившее циклический характер изменения прочностных характеристик поверхностного слоя, определило: 1) циклический характер кинетических зависимостей плотности дислокаций от времени нагружения и режимов фрикционного нагружения, а также качественное совпадение этих зависимостей, полученных прямыми и косвенными методами (рис. 3); 2) периодическое изменение картины дислокационных конфигураций, выявленное при анализе электронно-микроскопических снимков микроструктурных превращений поверхностного слоя при трении; 3) периодическое изменение интенсивности изнашивания со временем нагружения поверхностей трения. Из рис. 3 видно, что периодичность плотности дислокаций униполярна выбросам интенсивности изнашивания, т. е. периодически повторяющиеся выбросы интенсивности изнашивания совпадают по времени с участками минимума плотности дислокаций (кривые 1, 3).

Результаты исследований структуры никеля определили, что наблюдаемая периодичность ее изменений, происходящих при трении, связана с развитием характерных пластических и пластически деструкционных стадий деформирования поверхностных слоев, протекающих вначале с их упрочнением, а затем с диспергированием и последующим отслаиванием материала поверхностного слоя. Эти результаты подтверждаются ранее полученными данными [6].

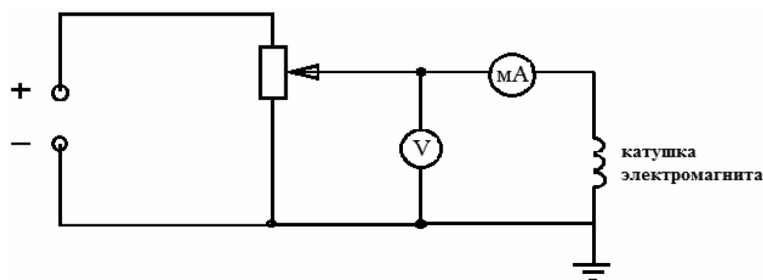


Рис. 4. Электрическая схема изменения величины магнитного поля на индуктивной катушке

фрикционном нагружении поверхностей металлов, когда пластическая деформация охватывает тонкие поверхностные слои, соизмеримые со скин-слоем [3].

Изучение зависимости уширения резонансной кривой  $\delta(\Delta H)$  от плотности дислокаций  $\rho$  при различных режимах объемного деформирования (прокатка) показало, что численные значения  $\rho$  в зависимости от  $\delta(\Delta H)$  имеют линейные соотношения. Из рис. 2 видно, что линейная зависимость уширения резонансной линии от средней плотности дислокаций наблюдается не только при постоянной температуре деформирования для различных степеней деформации, но и для разных температур при фиксированной степени деформации. Это означает, что одной и той же степени деформации при различных температурах соответствуют разная степень искажения

Количественные оценки прямыми (электронная микроскопия) и косвенными (ФМР) методами показали, что значения средней плотности дислокаций, соответствующие максимумам и минимумам осцилляций  $\rho = f(t)$ , отличаются на три-четыре порядка. В исходном образце плотность дислокаций составляет  $\rho \approx 5 \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$ . После испытания на трение при



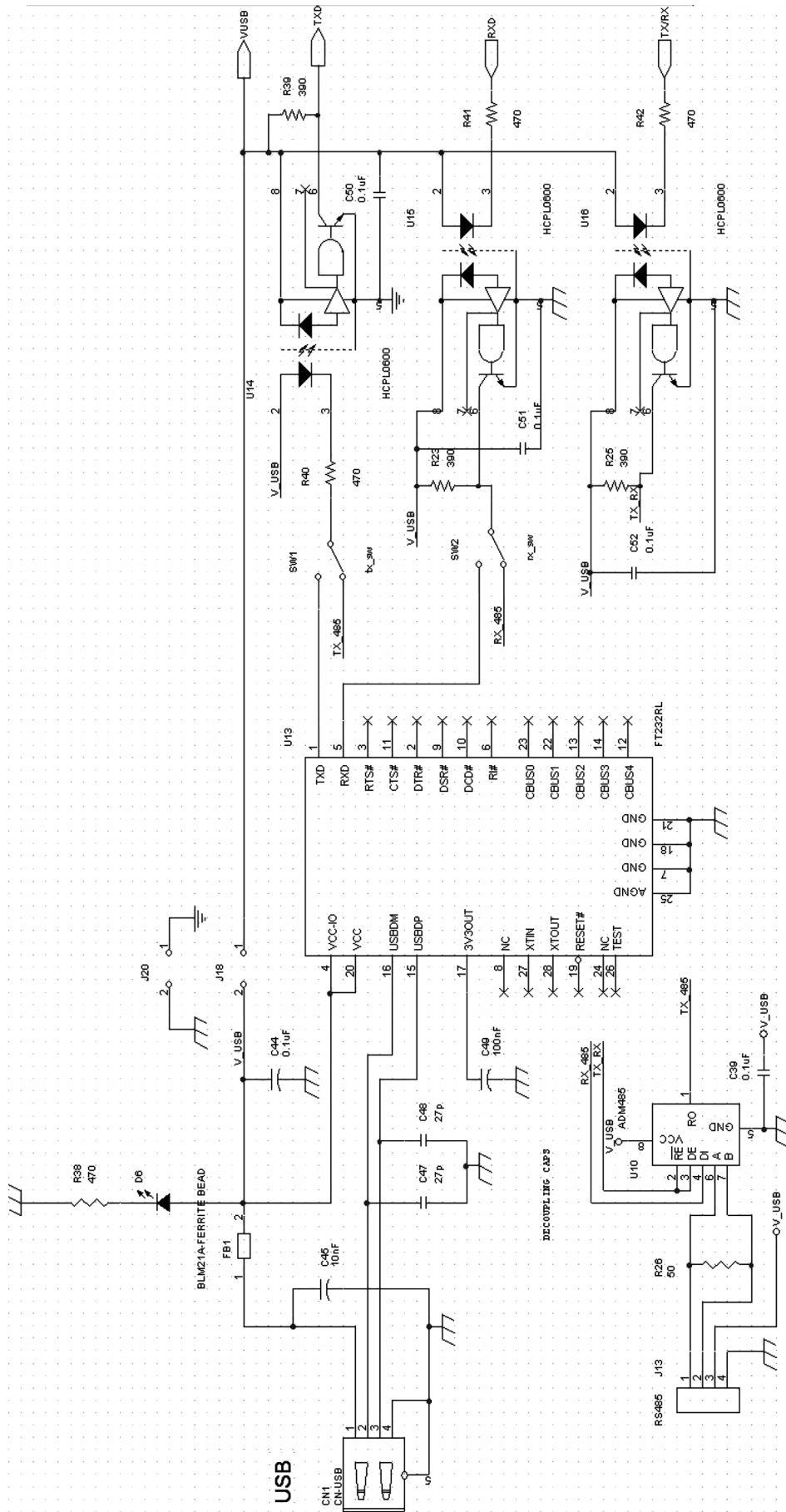


Рис. 6. Электрическая схема USB-интерфейса

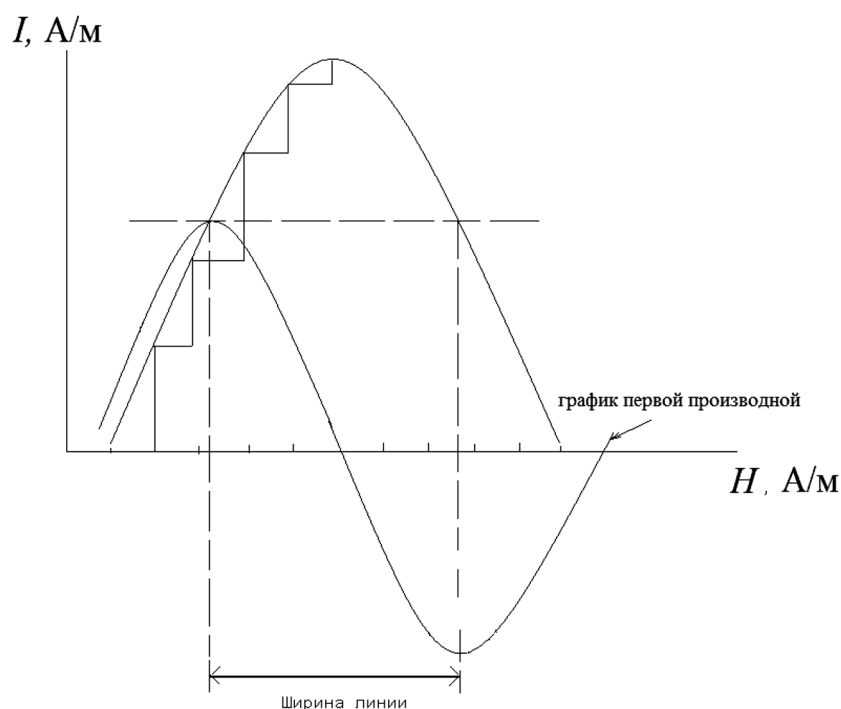


Рис. 7. Зависимость интенсивности поглощения электромагнитного поля ( $I$ ) ферромагнетиком от величины внешнего постоянного магнитного поля ( $H$ )

$t = 5,4$  кс ( $\Delta H_{\max}$ ) плотность дефектов составляет  $\rho = 10^{16} \text{ м}^{-2}$ . При  $t = 10,8$  кс ( $\Delta H_{\min}$ ) дислокационная структура приближается к структуре недеформированного материала ( $\rho \approx 5 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ ).

Электрическая схема изменения величины магнитного поля в электромагните приведена на рис. 4.

Разработанная принципиальная электрическая схема (рис. 5) предназначена для выполнения двух функций: регистрация линии поглощения ферромагнитным образцом (входной канал А); протяжка изменения величины магнитного поля электромагнита, между полюсами которого помещается резонатор с исследуемым образцом после фрикционного нагружения (входной канал В).

Входная часть состоит из 16-битового АЦП, имеющего входные каналы для сигналов А и В. АЦП типа AD7792, используется для автоматизации промышленных процессов и оцифровки аналоговых сигналов. Сигнал, поступающий на вход АЦП, находится в диапазоне 2,7–5,25 В. Преимуществами данного АЦП являются низкая мощность потребления энергии (величина тока 400 мкА) и низкий уровень шумов (40–85 нВ), что позволяют использовать его для высокоточных измерений. Скорость обмена данными АЦП с программным обеспечением изменяется в диапазоне 4,17–470 Гц. Применяется аппаратный фильтр подавления наводки от сети (50 Гц) для получения высокого разрешения сигнала 16 бит.

АЦП одновременно регистрирует напряжения каналов А и В с частотой 0,5 Гц и передает цифровые данные сигналов в контроллер C8051F410, Silicon Lab. Последний обрабатывает сигналы и передает их на компьютер через USB-интерфейс, изготовленный на базе микросхемы FT232RL (рис. 6).

С помощью разработанного программного обеспечения на базе Labwindows CVI регистрируется линия поглощения ферромагнитным образцом в зависимости от величины внешнего магнитного поля ( $H_0$ ) электромагнита. Программа осуществляет регистрацию и расчет площади линии поглощения электромагнитного поля ферромагнетиком, ее ширину и значение внешнего магнитного поля, при котором интенсивность поглощения СВЧ-поля максимальная.

Уширение линии ФМР рассчитывается путем определения разницы ширины линий ФМР исходного и деформированного образцов. Ширина линии ФМР определяется расстоянием между двумя экстремальными точками первой производной резонансной кривой поглощения СВЧ-поля. Данные точки соответствуют точкам перегиба резонансной кривой (рис. 7).

Таким образом, анализ кривой ФМР с использованием разработанного программного обеспечения позволяет получить информацию о кинетике плотности дислокаций в ферромагнетике, характеризующей накопление упругой энергии деформации подповерхностными слоями до некоторой критической величины, после которой наступает локальное во времени разрушение поверхностного слоя от чешуйчато-лепесткового микроразрушения до макроразрушения целого объема поверхности, охватывающего десятки микрометров.

**Заключение.** На базе микроконтроллера C8051F410 разработано электронное устройство для монотонного изменения величины магнитного поля на индуктивной катушке электромагнита радиоспектрометра ферромагнитного резонанса (ФМР) за счет варьирования напряжения на ней от 1–300 В. Плавное изменение и стабилизация напряжения в катушке электромагнита, между полюсами которого помещается исследуемый образец ферромагнетика, позволили повысить чувствительность метода ФМР. Исследования ФМР в поликристаллическом и монокристаллическом никеле показали, что с увеличением степени пластической деформации ширина линии ФМР возрастает. Сопоставление результатов ФМР и электронной микроскопии исследованной дислокационной структуры при объемном деформировании никеля (прокатка) позволяет утверждать, что наблюдаемое поведение ширины линии ФМР  $\Delta H(\epsilon)$  отражает изменения дислокационной структуры: в интервале деформации 0–80 % имеет место линейная зависимость между уширением линии и плотностью дислокаций; при больших деформациях уширение линии ФМР связано обратнокорневой зависимостью. При фрикционном нагружении имеет место циклический характер изменения плотности дислокаций. Отсутствие уширения линии в деформированном ферромагнетике с константой магнитоstriction, равной нулю (пермаллой), подтверждает физический смысл уширения  $\Delta H$  за счет локальных магнитных полей вокруг дислокаций.

Использование АЦП позволило оцифровать аналоговый сигнал интенсивности поглощения электромагнитного поля в зависимости от величины изменения внешнего магнитного поля на индуктивной катушке электромагнита. Разработано программное обеспечение и осуществлена автоматизация регистрируемых параметров, что позволило повысить точность расчета уширения линии ферромагнитного резонанса и объективность исследования кинетики плотности дислокаций.

Установленный циклический характер изменения плотности дислокаций со временем испытания при фрикционном нагружении определил характерные этапы упрочнения при трении. Исследована взаимосвязь кинетики дислокационной структуры и изнашивания поверхностного слоя при трении. Комплекс исследований методами ФМР, электронно-парамагнитного резонанса и электронной микроскопии установил циклический лепестково-послойный характер изнашивания.

Как показали результаты исследования, частота и интенсивность осцилляций прочностных характеристик, определенных ФМР, связаны с интенсивностью изнашивания и определяются режимом трения (нагрузкой, скоростью скольжения, условиями смазки и др.) и конструктивными характеристиками узла трения. Это обуславливает новый методологический подход в оценке износостойкости фрикционных пар, так как по значениям частоты и интенсивности циклов можно прогнозировать оптимальный вариант режима трения и конструктивных характеристик узлов и механизмов.

### Список использованной литературы

1. Барьяхтар, В. Г. Влияние дислокаций на ширину линий однородного ферро- и антиферромагнитного резонансов / В. Г. Барьяхтар, М. А. Савченко, В. В. Тарасенко // ЖЭТФ. – 1968. – Т. 5, вып. 5. – С. 1603–1612.
2. Morkowski, I. Broadening of ferromagnetic resonance line at dislocation / I. Morkowski // Acta Physica Polonica. – 1969. – Vol. 36, N 35. – P. 565–583.
3. Исследование дислокационной структуры ферромагнетиков методом ферромагнитного резонанса / В. Г. Пинчук [и др.] // Приборы, инструменты, материалы. – 2010. – Т. 15, № 4. – С. 108–112.
4. Булатов, А. С. Зависимость ширины линии ФМР от плотности дислокаций в никеле / А. С. Булатов, В. Г. Пинчук, М. Б. Лазарева // ФММ. – 1972. – Т. 34, вып. 5. – С. 1066–1069.
5. Способ определения износа материалов при трении со смазкой: а. с. 1000845 СССР: МКЛ 01 № 3/56 / В. Г. Пинчук, В. Г. Пинчук, В. В. Харитонов, Е. М. Шишкин. – 1982. – Бюл. № 8.
6. Пинчук, В. Г. Особенности изменения дислокационной структуры никеля при трении / В. Г. Пинчук, Б. А. Савицкий, А. С. Булатов // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1983. – № 9. – С. 72–75.

Поступила в редакцию 06.10.2014