

УДК 537.624.21, 537.622.4

*М. М. САЛЕМ¹, М. Г. НЕМАТОВ¹, А. УДДИН¹, С. В. ПОДГОРНАЯ¹,
Л. В. ПАНИНА^{1,2}, А. Т. МОРЧЕНКО¹*

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АМОΡФНЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ МИКРОПРОВОДОВ В КАЧЕСТВЕ ВСТРОЕННЫХ СЕНСОРОВ МЕХАНИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ

¹ *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия,*

² *Институт проблем проектирования в микроэлектронике РАН, Москва, Россия,
e-mail: elshshrawy@science.tanta.edu.eg, lpanina@plymouth.ac.uk*

В настоящее время предпринимаются значительные усилия для развития неразрушающих методов контроля механических напряжений, возникающих при деформации различных объектов. В данной работе описан новый способ мониторинга внутренних напряжений в композитных материалах. Его можно отнести к встроенной сенсорной технологии, чувствительным элементом которой является ферромагнитный микропровод в стеклянной оболочке, обладающий определенным видом магнитной анизотропии. Микропровод диаметром 10–100 мкм не влияет на структурную целостность композита. В процессе перемагничивания микропровода возникает резкий скачок напряжения, который характеризуется высокочастотными гармониками в спектре сигнала. Их амплитуда весьма чувствительна к механическим напряжениям в материале. Результаты экспериментов проанализированы в рамках простых магнитостатических моделей.

Ключевые слова: магнитный импеданс; ферромагнитный микропровод; встроенные сенсоры; бистабильность

M. M. SALEM¹, M. G. NEMATOV¹, A. UDDIN¹, S. V. PODGORNAYA¹, L. V. PANINA^{1,2}, A. T. MORCHENKO¹

MAGNETIC AMORPHOUS MICROWIRES AS EMBEDDED STRESS SENSORS IN FUNCTIONAL MATERIALS

¹*National University of Science and Technology MISIS, Moscow, Russia,*

²*Institute for Design Problems in Microelectronics RAS, Moscow, Russia,
e-mail: elshshrawy@science.tanta.edu.eg, lpanina@plymouth.ac.uk*

Considerable efforts have been made to develop non-destructive methods for testing internal stress/strain condition of polymer composite materials. A new method of monitoring internal stresses is presented. The method can be referred to as embedded sensing technique, where the sensing element is a glass-coated ferromagnetic microwire with a specific magnetic anisotropy. With a diameter 10–100 microns, the microwire does not affect the structural integrity. When the microwire is remagnetized the sharp voltage is induced which is characterized by high frequency harmonics. The amplitude of these harmonics sensitively depends on various stresses. The experimental results are analyzed using simple magnetostatic models.

Keywords: magneto-impedance; magnetic wires; embedded sensors; bistable behavior.

Введение. Ферромагнитный микропровод с аморфной или нанокристаллической структурой имеет ряд специфических магнитных свойств: наличие двух устойчивых состояний, или бистабильность [1–3], большой магнитный импеданс (МИ) [4–6] и импеданс, чувствительный к механическим напряжениям [7, 8]. Все указанные свойства находят свое применение в качестве механизмов, на которых основаны принципы работы различных сенсоров. С точки зрения практических приложений важно, чтобы магнитные и структурные свойства провода можно было бы регулировать с помощью специальных обработок, в частности отжига. Магнитные свойства провода со стеклянным покрытием значительно зависят от соотношения толщины стекла и диаметра металлического сердечника. Существует два основных типа магнитных микропроводов. Первый тип, обычно присущий составам, богатым железом, характеризуется практически прямоугольной петлей магнитного гистерезиса, измеренной в магнитном поле вдоль оси микропровода. Микропровод такого типа генерирует четкий сигнал напряжения при перемагничивании,

имеющий в спектре гармоник высоких порядков. Выявление высоких гармоник возможно благодаря четкому соотношению сигнал/шум, так как обычный шум и $1/f$ -шум существенно подавляются на высоких частотах. Амплитуда гармоник зависит от внешних параметров, таких как деформация, механическое напряжение, температура. Следовательно, подобные проводники могут использоваться в качестве беспроводных датчиков с дистанционным запросом, установленных на поверхности изделий либо размещенных внутри материалов. Второй тип микропроводов характеризуется практически линейной наклонной петлей гистерезиса с насыщением. В них проявляется эффект МИ – значительное изменение высокочастотного импеданса микропровода под влиянием продольного магнитного поля [4–6]. Указанное свойство схоже с явлением гигантского магниторезистивного эффекта и используется при разработке высокочувствительных магнитных датчиков для регистрации слабых магнитных полей (например, обзор [9]). Такие проводники могут также применяться в качестве встроенных сенсоров, которые работают на гигагерцовых частотах. Провод конечной длины ведет себя как симметричная антенна, параметр релаксации которой зависит от внешних факторов МИ. В данной работе мы фокусируем внимание на первом типе проводников, часто называемых проводниками двух устойчивых состояний, или бистабильными проводниками, и на их свойстве генерировать высокие гармоники индуцированного электрического напряжения. В статье приведены результаты, что указанные гармоники могут быть чувствительными к растягивающим и скручивающим механическим напряжениям, и это явление может быть использовано для мониторинга целостности различных конструкций.

В технологиях внедренных сенсоров в качестве чувствительных элементов обычно используются особые частицы или волокна, играющие роль посредников между внутренними параметрами среды и считывающим устройством (детектором). В зависимости от физического принципа, используемого для реализации данной передаточной функции, возможен выбор различных физических величин в качестве измеряемых параметров. Последние включают в себя, например, ток, напряжение, сопротивление или импеданс, электрические или магнитные поля, магнитную или электрическую проницаемость, амплитуду и фазу отраженных или проходящих электромагнитных волн и т. д. Метод мониторинга внутренних растягивающих напряжений, разработанный в настоящей работе, заключается во встраивании обладающего двумя устойчивыми состояниями (бистабильности) микропровода в полимерную матрицу и в регистрации гармонического спектра отклика получившейся системы при ее опросе.

Из данных сравнительного анализа методов формирования встроенных сенсоров наиболее оптимальным с точки зрения неразрушающих испытаний композиционных материалов является метод, использующий встроенные оптические волокна [10, 11]. Кремниевые или полимерные оптические волокна могут выполнять роль сенсоров самостоятельно либо передавать сигналы между тестируемой областью, где свет взаимодействует с веществом, и считывающим устройством. Наряду с высокой чувствительностью при помощи оптического метода можно также измерять широкий ряд характеристик, таких как натяжение, температура, давление, влажность и вибрация. Кроме того, метод не восприимчив к электромагнитным помехам. Недостатком оптического метода является необходимость в защитном покрытии, что увеличивает общий размер сенсорного элемента. В свою очередь магнитные микропроводы со стеклянным покрытием могут иметь размеры в единицы микрометров, что сопоставимо с размерами элементов структуры композита. К преимуществам использования магнитных микропроводов в качестве встроенных датчиков относятся также чувствительность отклика, перенастраиваемость характеристик, небольшая стоимость и относительно простая обработка сигнала.

В импедансной спектроскопии [12–16] эффективный импеданс смеси проводящих (стальных или углеродных) армирующих волокон и слабопроводящей матрицы измеряется в определенном частотном диапазоне (обычно в мегагерцовом диапазоне) между парой коммутационных контактов, прикрепленных к поверхности образца. Поскольку объемная доля волокон обычно ниже порога перколяции, наличие слабопроводящей матрицы абсолютно необходимо для обеспечения эффективной проводимости. Внешнее напряжение не изменяет электрических свойств немагнитных проводящих волокон. Пьезоимпедансный эффект вызван интерфейсом между матрицей и волокнами, который имеет емкостную природу из-за наличия оксидного и поляризационного

слоев, формирующихся на поверхностях стальных и углеродных волокон соответственно. Следовательно, данный метод вряд ли может быть применен при использовании матриц с низкой проводимостью (например, полимерных матриц). Напротив, чувствительность ферромагнитных микропроводов к механическим напряжениям вызвана только их внутренними магнитными свойствами, исходя из этого, такие провода можно использовать в любых диэлектрических матрицах.

В способе магнестрикционной маркировки магнитные микрочастицы сплава Терфенол-Д (Tb–Fe–Dy) определенного калибра добавляются в матрицу для обеспечения эффективных магнитных свойств композита [17, 18]. Поскольку частицы Терфенола-Д почти в девять раз плотнее, чем материал матрицы, они имеют склонность к осаждению в процессе отвердевания смолы. Для предотвращения этого нежелательного явления образец помещается между полюсами постоянного магнита, создающего однородное магнитное поле, перпендикулярное поверхности образца. Образцы, приготовленные таким способом, имеют кластеры, состоящие из выстроенных частиц, и демонстрируют при нагрузке высокий магнестрикционный отклик. Механическое напряжение, передаваемое частицам по матрице, вызывает изменение равновесного направления намагниченности за счет обратного магнестрикционного эффекта. Мониторинг механического напряжения производится с помощью контроля продольной или перпендикулярной компоненты магнитного поля вблизи поверхности образца посредством магнитометра. Указанный магнестрикционный эффект используется и в нашем методе. Однако измеряемой в этом случае величиной является амплитуда высших гармоник отклика. Использование готовых микропроводов освобождает от необходимости обеспечения формирования нужных магнитных свойств в процессе отвердевания материала, а использование соотношения высокочастотных гармоник позволяет избавиться от решения проблемы калибровки при измерении.

Материалы и методика. Нами изучены аморфные провода с составом $\text{Co}_{71}\text{Fe}_3\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ и со стеклянным покрытием. Исследуемые образцы характеризовались низким положительным значением константы магнестрикции (порядка 10^{-7} – 10^{-6}). В экспериментах использовались два типа проводов с различной геометрией (общий диаметр 29,5 и 41,5 мкм и диаметр металлического сердечника 23,9 и 36,3 мкм соответственно), обозначенных образец № 1 и образец № 2 (по номеру катушки, поставляемой производителем микропроводов MFTI Ltd). Рассмотрены процессы намагничивания проводов под воздействием растягивающей нагрузки до 50 г (что соответствует механическому напряжению 693 МПа для диаметра проволоки около 30 мкм) с использованием индукционного метода с двумя дифференциальными катушками, имеющими внутренний диаметр 3 мм. Для питания использовался ток частотой 500 Гц, амплитуда намагничивающего поля составляла 1000 А/м. Нагрузка прикладывалась с одного конца микропровода. Для построения петли гистерезиса индуцированный электрический сигнал численно интегрировался как функция от времени.

Также изучена зависимость высокочастотного импеданса от магнитного поля в диапазоне частот 1–100 МГц с помощью векторного анализатора цепей **Hewlett-Packard 8753E** путем измерения параметра S_{12} (коэффициента передачи) в цепи, содержащей микропровод в специально разработанной микроволновой полосковой ячейке.

Высокочастотные гармоники выделяются численным методом с применением фурье-преобразования измеряемого импульса напряжения при перемагничивании в некотором временном интервале.

Полученные результаты и их анализ. Как показано на рис. 1, при отсутствии растягивающего напряжения петли гистерезиса проводов обоих типов практически идентичны с небольшой коэрцитивной силой около 25 А/м. Петля гистерезиса у провода меньшего диаметра имеет два более ярко выраженных устойчивых состояния. Значение остаточной намагниченности, близкое к насыщению, также подтверждает существование осевой анизотропии практически во всем объеме провода. Данный результат соответствует графикам импеданса (рис. 2), которые при отсутствии внешнего магнитного поля имеют один максимум. Такое поведение МИ типично для материалов с простой осью анизотропии, параллельной магнитному полю и току возбуждения [19]. Однако образец с меньшим диаметром (образец № 1) имеет более высокий МИ с чувстви-

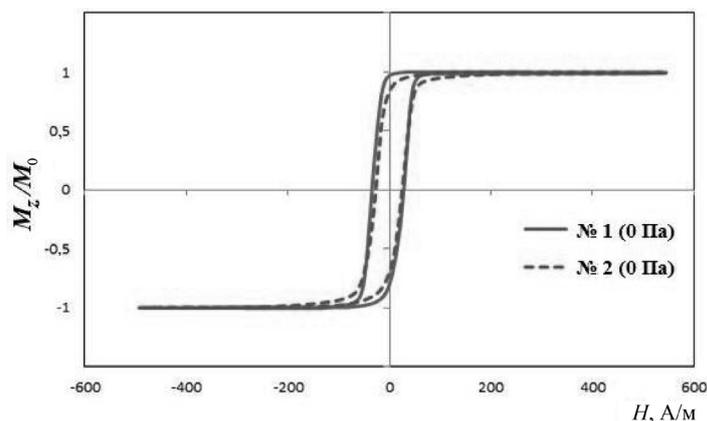


Рис. 1. Петли гистерезиса образца № 1 микропровода $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$

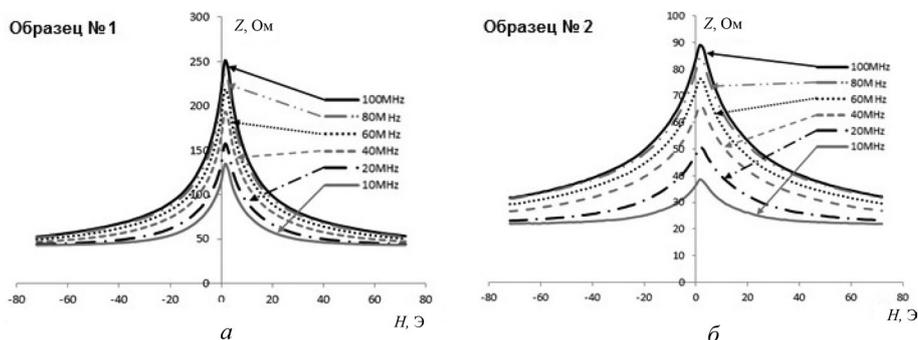


Рис. 2. Зависимость действительной части импеданса от магнитного поля при различной частоте тока возбуждения в микропроводах с разной геометрией: *a* – образец № 1; *б* – образец № 2

тельностью примерно 4,5% на 1 А/м при 100 МГц, в то время как чувствительность МИ второго провода составляет 1,7% на 1 А/м.

Форма петель гистерезиса образца № 1 под действием растягивающего напряжения в изученных типах проводов значительно отличается. Образец № 1 теряет свойство бистабильности, демонстрируя наклонную петлю гистерезиса с резко уменьшенной восприимчивостью, как показано на рис. 3. Данное преобразование происходит по причине индуцированной магнито-стрикционной анизотропии циркулярного типа. Природа изменения анизотропии может быть связана со сменой знака магнито-стрикции под действием растяжения [20]. В образце № 2 характер воздействия растягивающего напряжения на петлю гистерезиса существенно отличается. Как показано на рис. 4, по мере роста нагрузки коэрцитивная сила провода увеличивается, петля приобретает ярко выраженное свойство бистабильности. Следовательно, в данном случае знак магнито-стрикции остается положительным.

Необходимо отметить, что изменение знака магнито-стрикции также очень важно для понимания большой чувствительности МИ к напряжению в проводах при гигагерцовых частотах. Известно, что при увеличении частоты основное влияние на чувствительность импеданса оказывает зависимость направления статического намагничивания от внешнего фак-

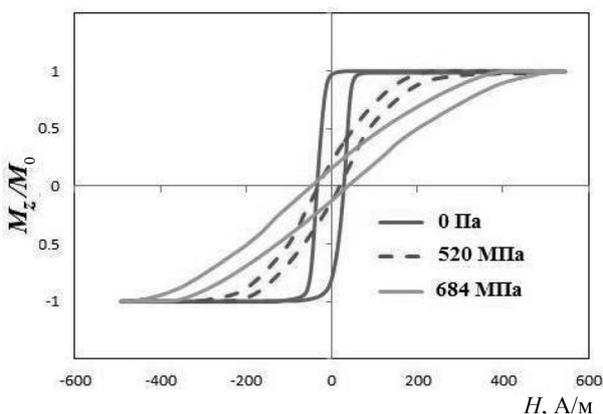


Рис. 3. Влияние растягивающего напряжения на осевую петлю гистерезиса микропровода в стеклянной оболочке (образец № 1). Нагрузка прикладывалась к свободному концу провода (оценка напряжения, создаваемого грузом в 1 г, составляет 14 МПа)

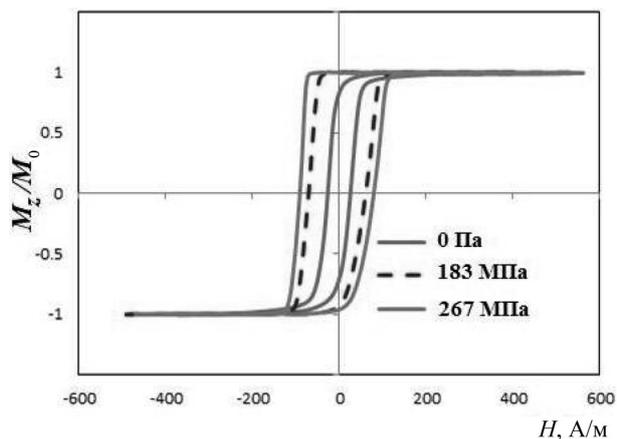


Рис. 4. Влияние растягивающего напряжения на осевую петлю гистерезиса микропровода в стеклянной оболочке (образец № 2). Нагрузка прикладывалась к свободному концу провода (оценка напряжения, создаваемого грузом в 1 г, составляет 7 МПа)

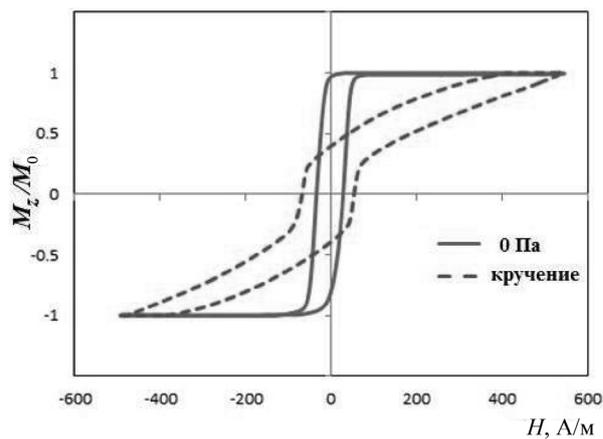


Рис. 5. Влияние напряжения кручения на петли осевого гистерезиса микропровода в стеклянной оболочке (образец № 1)

тора [21, 22]. В проводах как с отрицательной магнитострикцией (циркулярная анизотропия), так и с положительной магнитострикцией (осевая анизотропия) приложение растягивающего напряжения не приводит к изменению направления намагничивания. Если напряжение приводит к изменению знака магнитострикции, это вызовет резкие изменения типа анизотропии и направления намагничивания.

Процесс намагничивания провода также реагирует и на иные типы механического воздействия (в частности, на напряжение кручения). На рис. 5 показано влияние напряжения кручения, выражающееся в повышении коэрцитивной силы, при этом кривая гистерезиса имеет два четко выраженных участка, относящихся к широким скачкам Баркгаузена в области смещения доменных границ и вращению намагниченности в более высоких полях. Такое поведение согласуется с предположением, что изменение знака магнитострикции происходит под воздействием напряжения. Напряжение кручения, являющееся сочетанием напряжений растяжения и сжатия, велико в поверхностной области микропровода и способствует росту намагниченности. Центральная область микропровода сохраняет аксиальную анизотропию, механизм ее намагничивания ограничивается процессами смещения доменных стенок.

В обоих типах проводов электрическое напряжение, индуцированное при их перемагничивании, характеризуется генерированием высоких гармоник, амплитуда которых значительно изменяется под воздействием механического напряжения, как это показано на рис. 6, а, б. Если речь идет о проводах меньшего диаметра (образец № 1), амплитуды гармоник непрерывно уменьшаются с ростом напряжения вплоть до 500–700 МПа (в зависимости от количества гармо-

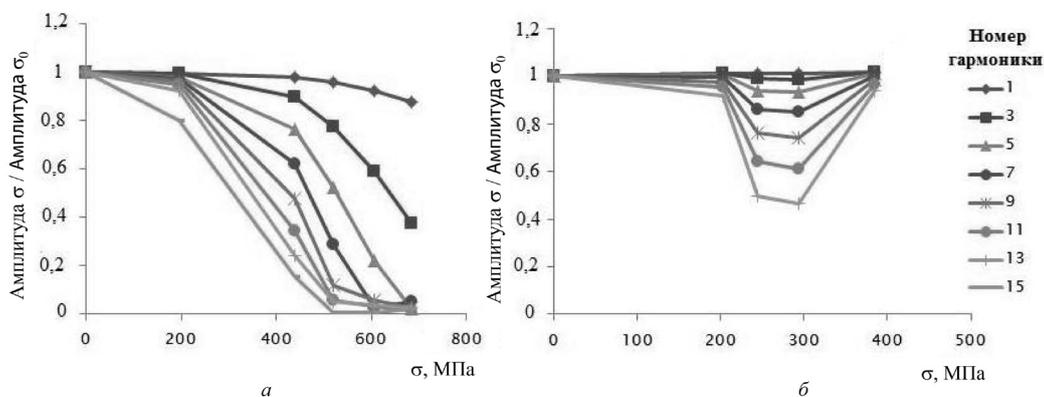


Рис. 6. Амплитуды высоких гармоник как функции приложенного напряжения: а – образец № 1; б – образец № 2. Амплитуды нормированы к их значениям в отсутствие механического напряжения

ник); при этом для бистабильного провода минимальное значение амплитуды в зависимости от напряжения достигается при 300 МПа, а при малых напряжениях наблюдается область отсутствия чувствительности. Следовательно, для применения в качестве элемента, чувствительного к механическим напряжениям, образец провода № 1 является более предпочтительным.

Для данного образца также изучена чувствительность к напряжению с учетом соотношения высоких гармоник (в частности, нормированных к амплитуде третьей гармоники) (рис. 7). Указанное соотношение имеет высокую чувствительность к напряжению, что важно для практических целей, так как его можно использовать при калибровке. Согласно полученным результатам, аморфные микропровода с незначительной положительной магнитострикцией могут использоваться в качестве чувствительных к механическим напряжениям элементов внутри различных материалов. Изменения в индуктивном спектре гармоник могут обеспечивать информацией о состоянии деформации и механического напряжения внутри материалов, которые трудно измерить другими способами.

Заключение. Предложено использование аморфных проводов в стеклянной оболочке с малой положительной магнитострикцией в качестве встроенных сенсоров механических напряжений, действие которых основано на изменении спектра их сигнала. Изучены процессы намагничивания под воздействием растягивающих напряжений и генерация высоких гармоник в двух типах проводов состава $\text{Co}_{71}\text{Fe}_5\text{B}_{11}\text{Si}_{10}\text{Cr}_3$ с различной геометрией. Показано, что амплитуды высокочастотных гармоник демонстрируют высокую чувствительность к механическим напряжениям, которая наиболее ярко выражена в проводах, где напряжение приводит к изменению преимущественных направлений магнитной анизотропии.

Таким образом, в основу принципа действия встроенных сенсоров можно положить зависимость спектра гармоник сигнала аморфных ферромагнитных микропроводов от механических напряжений. Для практического применения бистабильных проводов в сенсорах важным преимуществом является отсутствие необходимости их калибровки по причине высокой чувствительности отношения амплитуды отдельных гармоник к механическим напряжениям.

Настоящая работа выполнена при поддержке и в рамках государственного заказа Российской Федерации по организации научной работы Л. В. Паниной и частично при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 13-08-01319. Авторы выражают особую благодарность В. Ларину (MFTI Ltd) за предоставление образцов бистабильных микропроводов.

Список использованной литературы

1. Chiriac, H. Amorphous Glass-Covered Magnetic Wires: Preparation, Properties / H. Chiriac, T.-A. Ovari // Applications Progr. Mater. Sci. – 1996. – Vol. 40. – P. 333–407.
2. Zhukov A. Magnetic properties and applications of ferromagnetic Microwires with amorphous and nanocrystalline structure / A. Zhukov, V. Zhukova. – Nova Science Publishers, New York. – 2009.
3. On the state-of-the-art in magnetic Microwires and expected trends for scientific and technological studies / M. Vazquez [et al.] // Phys. Status Solidi A. – 2011. – Vol. 208. – P. 493–501.
4. Panina, L. Magneto-impedance effect in amorphous wires / L. Panina, K. Mohri // Appl. Phys. Lett. – 1994. – Vol. 65. – P. 1189–1191.
5. Knobel, M. Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress / M. Knobel, K. R. Pirota // J. Magn. Mater. – 2002. – Vol. 242/245. – P. 33–40.
6. Tannous, C. Giant magneto-impedance and its applications / C. Tannous, J. Gieraltowski // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. – 2004. – Vol. 15. – No 3. – P. 125–133.
7. Panina, L. V. Stress effect on magneto-impedance in amorphous wires at GHz frequencies and application to stress-tunable Microwave composite materials / L. V. Panina, S. I. Sandacci, D. P. Makhnovskiy // J. Appl. Phys. – 2005. – Vol. 97. – P. 013701–6.

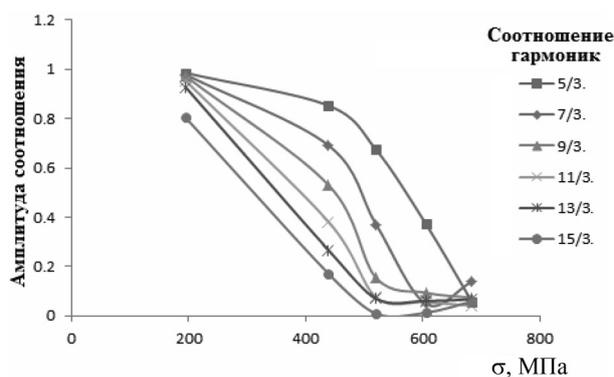


Рис. 7. Отношение амплитуд гармоник как функции приложенного напряжения для образца № 1

8. Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive Micromagnetic sensors utilizing magnetoimpedance and stress-impedance (SI) effects / K. Mohri [et al.] // IEEE Trans. Magn. – 2002. – Vol. 38. –No. 5. – P. 3063–3068.
9. Super MI Sensor: Recent Advances of Amorphous Wire and CMOS-IC Magneto-Impedance Sensor / K. Mohri [et al.] // J. Nanoscience and Nanotechnology. – 2012. – Vol.12. – P. 7491–7495.
10. *Fernando, G. F.* Fibre optic sensor systems for monitoring composite structures / G. F. Fernando // Reinf. Plast. – 2005. – Vol. 49. – P. 41–49.
11. *Peters, K.* Polymer optical fiber sensors – a review / K. Peters // Smart Mater. Struct. – 2011. –Vol. 20. – P. 013002–18.
12. *Torrents, J. M.* Impedance spectra of fiber-reinforced cement-based composites. A modeling approach / J. M. Torrents, T. O. Mason, E. J. Garboczi // Cem. Concr. Research. – 2000. – Vol. 30. – P. 585–592.
13. Intrinsic conductivity of short conductive fibers in composites by impedance spectroscopy / A. D. Hixson [et al.] // J. Electroceramics. – 2001. – Vol. 7. – P. 189–195.
14. Electrical impedance spectra to monitor damage during tensile loading of cement composites / A. Peled [et al.] // ACI Mater. Journal. – 2001. – Vol. 98. – P. 313–322.
15. Analysis of the impedance spectra of short conductive fiber reinforced composites / J. M. Torrents [et al.] // J. Mater. Sci. – 2001. – Vol. 36. – P. 4003–12.
16. *Hou, T. C.* Electrical impedance tomographic methods for sensing strain fields and crack damage in cementitious structures / T. C. Hou, J. P. Lynch // J. Intel. Mater. Syst. Struct. – 2009. – Vol. 20. – P. 1363–1379.
17. Magnetostrictive properties of epoxy resins modified with Terfenol-D particles for detection of internal stress in CFRP. Part 1: materials and process / M. Kubicka [et al.] // J. Mater. Sci. – 2012. –Vol. 47. – P. 5752–5759.
18. Magnetostrictive properties of epoxy resins modified with Terfenol-D particles for detection of internal stress in CFRP. Part 2: evaluation of stress detection / M. Kubicka [et al.] // J. Mater. Sci. – 2013. – Vol. 48. – P. 6578–6584.
19. Field-dependent surface impedance tensor in amorphous wires with two types of magnetic anisotropy: helical and circumferential / D. P. Makhnovskiy [et al.] // Phys Rev B. – 2001. – Vol. 63. –P. 144424–144441.
20. Magnetostriction of Co–Fe-Based Amorphous Soft Magnetic Microwires / A. Zhukov [et al.] // Journal of Electronic Materials. –2015. – Vol. 44. – P. 1–9.
21. Valve-like behaviour of the magnetoimpedance in the GHz range / S. Sandacci [et al.] // J. Magn. Magn. Mat. – 2004. – Vol. 272. – P. 1855–1857.
22. Stress effect on magneto-impedance (MI) in amorphous wires at GHz frequencies and application to stress-tuneable Microwave composite materials / L. V. Panina, [et al.] // J. Appl. Phys. – 2005. – Vol. 97. – P. 013701–013703.

Поступила в редакцию 04.10.2015