С.А. Баранов<sup>\*,\*\*</sup>, С.С. Стоянов<sup>\*</sup>

# ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОПРОВОДА МЕТОДОМ ФЕРРОМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

<sup>\*</sup>Институт прикладной физики АН Республики Молдова, ул. Академией, 5, г. Кишинев, MD–20028, Республика Молдова \*\*Приднестровский государственный университет им. Т.Г.Шевченко, ул. 25 Октября 128, Тирасполь. Республика Молдова

# 1. Введение

Метод ферромагнитного резонанса (ФМР) часто применяется при исследовании металлических ферромагнетиков с аморфной структурой жилы ([1–4]). Методом ФМР можно исследовать как макроскопическую неоднородность, так и микроскопические неоднородности аморфных веществ. Важными параметрами аморфных материалов, которые можно анализировать методом ФМР, являются внутренние напряжения. Именно для изучения этих напряжений в ранних работах мы использовали данный метод [1, 2]. Метод ФМР применялся также для диагностики однородности аморфных лент и пленок. Изучалась и зависимость дополнительного увеличения ширины линий ФМР от флуктуации анизотропии, намагниченности и константы обменного взаимодействия в аморфных материалах. Микроволновый эксперимент является мощным экспериментом в исследовании спинволновых эффектов. В частности, большой интерес представляют эффекты генерации и усиления колебаний СВЧ. Немаловажными оказались исследования с помощью метода ФМР структурной релаксации аморфных материалов при термообработке. Здесь информативными оказались не только дифференциальные кривые ФМР, но и гистерезисные кривые.

Для наших исследований использовался микропровод с диаметром жилы от 0,5 до 25 мкм. Жилы микропровода проверялись на наличие аморфной структуры рентгеновскими методами исследований. Толщина стеклянной оболочки микропроводов колебалась от 1 до 20 мкм. Длина образцов изменялась от 3 до 5 мм, при этом они выбирались под микроскопом из наиболее идеальных по форме. Исследовался микропровод на основе железа, кобальта, никеля (с добавками марганца) и с добавками металлоидов, а именно: бора, кремния и углерода. Данные микропровода имели различную магнитострикцию.

Исследовались те же самые провода (то есть провода с той же бобины) со стравленной стеклянной оболочкой. Удаление стеклянной оболочки осуществлялось травлением в плавиковой кислоте. Применение ингибиторов коррозии позволило уменьшить скорость травления металла кислотой. При этом поверхность стравленной жилы была более ровной, так как уменьшилось влияние неоднородностей толщины оболочки на эффективность травления.

Измерения проводились на стандартном ФМР спектрометре на частоте 9,3 ГГц (часть измерений проводилось и на ЭПР-спектрометре на частоте 32 ГГц). Магнитное поле измерялось датчиком Холла (с точностью 0,1 %). Параллельно на вибрационном магнитометре измерялась величина на-магниченности, входящая в расчетные формулы.

Основные измерения проводились при продольной конфигурации поля (постоянное магнитное поле направлено вдоль оси микропровода). При этом от хороших образцов наблюдался сигнал правильной формы. Это позволяет измерить ширину резонансной кривой. Из-за скин-эффекта в случае толстых жил (более 1 мкм) резонансная частота описывается формулой Киттеля для плоскости (с продольным постоянным подмагничиванием). При этом оценка g –фактора (по двум частотам резонанса) в среднем определялась, как  $g \sim 2,08 \div 2,1$ . Измерение g –фактора для аморфных материалов, которая проводилась в ряде работ, согласуется с нашим результатом.

При поперечном поле (то есть когда постоянное поле перпендикулярно оси микропровода) наблюдался либо слабый сигнал, либо он вообще отсутствовал (у образцов с отрицательной магнитострикцией). Очевидно, наличие такого сигнала связано с неоднородностью высокочастотного размагничивающего фактора.

<sup>©</sup> Баранов С.А., Стоянов С.С., Электронная обработка материалов, 2006, № 3, С. 191–195.

### 2. Исследование резонансной частоты ферромагнитного резонанса

Открытию явления естественного ферромагнитного резонанса (ЕФМР) в аморфном микропроводе предшествовало изучение явления ФМР (ферромагнитного резонанса) по стандартной методике. Тогда был обнаружен сдвиг резонансного поля, благодаря деформации жилы микропровода, которая возникает из-за спая стекла и жилы при температуре образования микропровода. Кроме данного сдвига представляет интерес и изучение ширины линии ФМР, которое характеризует, в частности, и структурные характеристики.

Так как глубина проникновения СВЧ поля в металлический провод (из-за существования скин-эффекта) мала по сравнению с диаметром провода, то для определения резонансной частоты можно использовать формулу Киттеля для тонкой пленки, намагниченной параллельно поверхности с учетом поля магнитоупругих напряжений:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^{2} = \left[H + (N'_{Z} - N'_{X})M_{S} + 4\pi M_{S})(H + (N'_{Z} - N'_{Y})M_{S})\right]$$
(1),

где H – резонансное поле ФМР,  $\omega$  – частота переменного поля,  $\gamma$  – гиромагнитное отношение,  $M_s$  – намагниченность насыщения,  $N'_x$ ,  $N'_y$ ,  $N'_z$  – компоненты тензора эффективных размагничивающих факторов магнитоупругих напряжений, равные:

$$N'_{X} = \frac{3|\lambda|\sigma_{r}}{2M_{S}^{2}} \left(\cos^{2}\theta_{1} - \frac{1}{3}\right); \quad N'_{Y} = \frac{3|\lambda|\sigma_{\varphi}}{2M_{S}^{2}} \left(\cos^{2}\theta_{2} - \frac{1}{3}\right); \quad N'_{Z} = \frac{3|\lambda|\sigma_{Z}}{2M_{S}^{2}} \left(\cos^{2}\theta_{3} - \frac{1}{3}\right), \quad (2)$$

 $\lambda$  – константа магнитострикции,  $\sigma_r$ ,  $\sigma_{\varphi}$ ,  $\sigma_z$  – радиальная, тангенциальная и продольная компоненты упругих напряжений,  $\theta_i$  – угол между направлением намагниченности и соответствующей компонентой напряжений,  $\theta_1 = \theta_2 = 90^\circ$ ,  $\theta_3 = 0$ . Здесь и далее пренебрегается кривизной поверхности по сравнению с величиной скин слоя, поэтому с достаточной точностью вместо цилиндрической системы координат будем приближенно использовать декартову систему координат, подставив значения  $\sigma_i$ , полученные нами ранее в [1]. Тогда в данном приближении найдем условия для частоты ферромагнитного резонанса с учетом (1) и (2):

$$N'_{X} = N'_{Y} = -\frac{\lambda p}{2M_{s}^{2}}; \quad N'_{Z} = \frac{\lambda p}{2M_{s}^{2}} \frac{(k+1)x+2}{kx+1} \quad , \tag{3}$$

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^{2} = \left[H + \frac{3}{2}\frac{|\lambda|p}{M_{s}}\frac{x\left(k + \frac{2}{3}\right) + \frac{5}{3}}{kx + 1} + 4\pi M_{s}\right] \times \left[H + \frac{3|\lambda|p}{2M_{s}}\frac{x\left(k + \frac{2}{3}\right) + \frac{5}{3}}{kx + 1}\right] , \quad (4)$$

$$p = \varepsilon E_{1}\frac{kx}{\left(\frac{k}{3} + 1\right)x + \frac{4}{3}}$$

где параметр *k* определяет отношение модуля Юнга стекла к модулю Юнга металла, а *x* – отношение площади поперечного сечения стекла к площади поперечного сечения металла,  $E_1$ – модуль Юнга металлической жилы. Параметр  $\varepsilon = (\alpha 1 - \alpha 2)(T^* - T)$ .

Будем считать, что напряжения обусловлены наличием оболочки и являются упругими. После стравливания стекла произойдет их полное снятие. Тогда величина резонансного поля ФМР провода без стеклянной оболочки – *H*<sub>0</sub> определится из условия:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = H_0 \left(H_0 + 4\pi M_s\right) . \tag{5}$$

Таким образом, можно найти, что сдвиг резонансного поля, обусловленный напряжениями, имеет величину:

$$\delta H = \frac{3\lambda}{2M_s} \varepsilon E_1 \frac{kx}{(kx+1)} \frac{\left[\left(k+\frac{2}{3}\right)x+\frac{5}{3}\right]}{\left[\left(\frac{k}{3}+1\right)x+\frac{4}{3}\right]},\tag{6}$$

при  $x > 1 (x \approx 5)$ 

$$\delta H \le \frac{\lambda \varepsilon E_1}{2M}.\tag{7}$$

Отсюда можно оценить величину магнитострикции

$$\lambda \approx \frac{\delta H}{\varepsilon E_1} 2M \tag{8}$$

Для экспериментального изучения зависимости резонансных свойств микропровода от напряжений была изготовлена серия образцов для различных размеров диаметра провода и оболочки. Экспериментальные данные с теоретическими результатами удобней всего сравнивать для случая, когда внешнее поле равно нулю. Это так называемый естественный ферромагнитный резонанс (ЕФМР). Технология получения микропровода позволяет изменять величину *x* в широких пределах от 2 до 12. При этом, если величина  $\omega_0$  – максимально возможная частота при параметре x > 10, а  $\omega$  – частота ЕФМР при заданном *x*, то можно получить экспериментальную зависимость, приведенную на рисунке:



Теоретическая (сплошная линия, рассчитанная по формулам (4) для внешнего поля, равного нулю) и экспериментальная (обозначенная крестиками) зависимости частоты ферромагнитного резонанса от параметра х

Как видно из сравнения теоретической кривой и экспериментальной зависимости, они совпадают в пределах не более 10 % погрешности измерения. Данное сравнение теории с экспериментом удовлетворительно. Однако при наших вычислениях значение магнитострикции систематически завышалось (для сплавов железа ее значение равнялось, например,  $\lambda \approx 5 \cdot 10^{-5}$ , что на 20% выше табличных значений). Такие же оценки получаются и из формулы (8). Ниже мы объясним причину завышения величины магнитострикции.

Если учесть только  $\sigma_z$  (так как  $\sigma_z > \sigma_r, \sigma_{\varphi}$ ), то для  $\delta H$  получим:

$$\delta H = \frac{3}{2} \frac{\lambda}{M} \sigma_z \,, \tag{9}$$

где

$$\sigma_{z} = \sigma_{0} \frac{kx}{kx+1} \frac{(k+1)x+2}{\left(\frac{k}{3}+1\right)x+\frac{4}{3}}; \quad \sigma_{0} = \varepsilon E_{1} = E_{1} \left(\alpha_{1} - \alpha_{2}\right) \left(T^{*} - T\right).$$
(10)

В этом случае оценка для  $\lambda$  не уменьшается, а даже увеличивается. Для объяснения значений  $\lambda \leq 4 \cdot 10^{-5}$  необходимо сложить векторы  $\sigma_i$ . В данной векторной модели:

$$\delta H = \frac{3}{2} \frac{\lambda}{M} \sigma \tag{11}$$

$$\sigma = \sqrt{3} \frac{kx}{kx+1} \sigma_0 f_1(k,x); f_1 = \frac{\sqrt{(k^2 + 2/3k + 1/3)x^2 + (8/3k + 1/3)x + 2}}{(k/3+1) + 4/3}$$
(12)

при  $x \ll 1$ ,  $f_1 \approx 1,05$ ; при  $x \gg 1$ ,  $f_1 \approx 0,65$ .

Таким образом, окончательный вариант теории количественно объясняет все основные закономерности ЕФМР и ФМР. Отметим, что необходимая для расчетов величина  $M_s$  определялась как стандартными методами на вибрационном магнитометре, так и интерполяционным расчетом по приведенным здесь формулам. При этом погрешности ее значений по сравнению с табличными данными для исследуемых сплавов были не более 5%.

Основной вклад в ширину линий ФМР, которую обозначим  $\Delta H$ , вносят микроскопические дефекты поверхности провода и эффективные поля магнитоупругих напряжений, действующие аналогично эффективному полю магнитной анизотропии в кристаллических материалах. Влияние скинэффекта и неоднородных напряжений приводит, кроме того, к искажению формы линии ФМР, что затрудняет точное определение ширины линии и приводит к большому разбросу значений  $\Delta H$  для одинаковых по размеру и составу образцов. Но существует доминирующая роль магнитоупругих напряжений в формировании ширины линии  $\Delta H$  и сдвига резонансного поля  $\delta H$ , обусловленного остаточными напряжениями, от геометрических размеров микропровода. Основную роль в определении ширины линии образцов со снятой оболочкой играют дефекты поверхности, возникающие в результате травления.

Ранее было отмечено, что если выделить однородную часть ширины линии  $\Phi$ MP, то существует тенденция

$$\Delta H_{\text{одн}} \sim \frac{1}{M_0}$$

где  $M_0$  – намагниченность насыщения. Такая тенденция качественно в сплавах на основе железа и никеля наблюдалась и нами.

Отметим, что ширина ЕФМР зависит от содержания металлоидов, что отражает флуктуацию магнитной структуры аморфного материала.

Состав сплава	Резонансная	Полуширина резо-	Максимум магнит-
	частота в ГГц	нанса в ГГц	ной проницаемости
Fe77 B8 C5 Si10	9,4	2	210
Fe69 B16 C5 Si10	7,8	0,8	260
Fe69 B8 C13 Si10	9,8	0,7	270
Fe69 B16 C5 Si18	8,2	0,6	280
Fe61 B8 C21 Si10	9,4	0,5	1000
(Fe95 Co5) 78B8 C5 Si10	0,7	0,7	320
(Fe95 Ni5) 78 B8 C5 Si10	1,1	1,1	200

Таблица. Высокочастотные свойства микропровода

Ввиду малого коэффициента заполнения, который может быть реализован при изготовлении образцов для измерения проницаемости, измерение последней проводилось резонансным методом.

При резонансе

$$\mu'' \approx \frac{4\pi M_s}{\Delta H}$$

где  $4\pi M_s$  – намагниченность насыщения провода,  $\Delta H$  – ширина линии ФМР. Измерения ФМР производились на частоте 9,27 ГГц. Измерение  $4\pi M_s$  осуществлялось по измерению резонансных полей по формулам, приведенным выше. В таблице приведены основные экспериментальные параметры ЕФМР спектров, которые позволяют судить о СВЧ свойствах исследованных микропроводов. Видно, что резонансная проницаемость тем выше, чем больше намагниченность насыщения и чем меньше константа магнитострикции, которая определяет величину магнитоупругих напряжений в проводе. От величины последней зависит ширина линии ФМР.

## Заключение

Экспериментально и теоретически исследованы ФМР и ЕФМР спектры литых аморфных микропроводов в стеклянной изоляции. Из общих теоретических зависимостей обнаружен сдвиг резонансного поля ФМР из-за остаточных напряжений в микропроводе. Теоретические формулы использованы для сравнения с экспериментальными результатами в случае зависимости резонансной частоты ЕФМР от параметра *X*. Найдены ширины линий ФМР и оценена величина магнитной проницаемости микропровода.

# ЛИТЕРАТУРА

1. Баранов С.А., Зотов С.К., Ларин В.С., Торкунов А.В. Особенности естественного ферромагнитного резонанса в аморфном микропроводе // ФММ. 1991. Т.69. В. 12. С. 172–173.

2. Баранов С.А., Бержанский В.Н., Зотов С.К. и др. Ферромагнитный резонанс в аморфных магнитных проводах // ФММ. 1989. Т.67. В. 1. С. 73–78.

3. *Баранов С.А.* Оценка распределения остаточных напряжений в жиле аморфного микропровода // Металловедение и термическая обработка материалов 2001. № 4. С. 34–35.

4. *Баранов С.А.* Остаточные напряжения в жиле аморфного микропровода // Металловедение и термическая обработка материалов. 2003. № 7. С. 38–40.

Поступила 01.03.06

### Summary

The review of application of a method of ferromagnetic resonance for research ferromagnetic metal with amorphous structure is resulted. By a method ferromagnetic resonance it is possible to investigate, internal tensing, macroscopic and microscopic heterogeneity amorphous of substances. The attention of the theory of a substantiation of methods is given.