

## ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТОСТРИКЦИОННЫХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

*Степаненко Д.А.<sup>1</sup>, Богданчук К.А.<sup>1</sup>, Минченя В.Т.<sup>1</sup>, Кузнецова Т.А.<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь  
e-mail: stepd@tut.by

*Рассмотрена и экспериментально обоснована возможность измерения малых магнито-стрикционных деформаций материалов с помощью атомно-силового микроскопа. Приведены примеры результатов измерений для образцов из технически чистого никеля, обладающего сильным магнитострикционным эффектом.*

**Ключевые слова:** магнитострикция, атомно-силовая микроскопия.

### Введение

Исследование магнитострикционных свойств материалов является актуальной прикладной проблемой в связи с широким использованием эффектов прямой и обратной магнито-стрикции в технике и научных исследованиях. В частности, эффект прямой магнито-стрикции применяется в прецизионных приводах для создания микро- и наноперемещений, неразрушающем контроле и ультразвуковой обработке материалов для генерации ультразвуковых волн. Эффект обратной магнито-стрикции используется в неразрушающем контроле для детектирования ультразвуковых волн и контроля напряженно-деформированного состояния конструкций, подверженных воздействию нестационарных нагрузок, в устройствах для сбора вибрационной энергии и в датчиках различных физических величин (силы, моменты сил, уровень жидкости, положение и др.). Примером использования эффекта обратной магнито-стрикции является ранее разработанный авторами метод измерения параметров колебаний ультразвуковых волноводных систем, основанный на регистрации вызванных магнитострикционным эффектом изменений намагниченности материала волновода с помощью индукционных датчиков [1].

В ряде устройств, требующих генерации и детектирования упругих колебаний и волн, используются оба типа магнитострикционного эффекта. В качестве исходных данных для про-

ектирования устройств на основе магнито-стрикционных эффектов необходима информация о магнитострикционных свойствах применяемых в них магнитострикционных материалов.

Существуют прямые и непрямые методы исследования магнитострикционных свойств. Прямые методы основаны на использовании различных датчиков для измерения относительных деформаций (напряжений) или абсолютных деформаций, возникающих в результате магнитострикционного эффекта [2]. Напряжения могут быть измерены прямым методом с помощью тензометрических преобразователей [2]. Абсолютные деформации могут быть измерены с помощью емкостных датчиков [2], лазерных интерферометров [2], туннельных и атомно-силовых микроскопов [3–6]. Объемная магнитострикция может быть измерена с помощью гидравлического метода, в котором изменение объема, вызванное магнитострикционными деформациями, преобразуется в изменение давления жидкости [2].

Примерами непрямых методов являются деформационно-модулированный ферромагнитный резонанс (ФМР) [7] и малоугловое вращение намагниченности [8]. Метод деформационно-модулированного ФМР основан на смещении частоты ФМР под действием статической деформации. Так как частота ФМР зависит от намагниченности образца, метод деформационно-модулированного ФМР косвенно измеряет изменение намагниченности, возникающее

при статической деформации в результате эффекта обратной магнитострикции. Метод малого углового вращения намагниченности основан на повороте вектора намагниченности образца, насыщенного продольным постоянным магнитным полем, в результате воздействия поперечного переменного магнитного поля. Угол поворота изменяется при приложении статической нагрузки, а степень его изменения связана с магнитострикционными свойствами материала образца.

К косвенным методам исследования магнитострикционных свойств также можно отнести ранее предложенный авторами метод, основанный на возбуждении в образце стоячей ультразвуковой волны и регистрации изменения намагниченности в пучности механических напряжений с помощью индукционного датчика [9]. Магнитострикционная постоянная материала образца связана с чувствительностью датчика, которая может быть определена путем измерения амплитуды колебаний образца.

Большинство описанных выше методов имеют свои недостатки и ограничения: некоторые из них (например, измерение с помощью тензометрических преобразователей) являются недостаточно чувствительными, другие применимы только для образцов определенной геометрической формы (например, тонких пленок, проволок, лент и др.) и требуют использования сложного оборудования и создания специальных условий измерений (например, приложения сильных магнитных полей). Основной сложностью при исследовании магнитострикционных свойств материалов является необходимость регистрации очень малых деформаций (в случае эффекта прямой магнитострикции) или изменений намагниченности (в случае эффекта обратной магнитострикции).

Наибольшие технические сложности возникают при необходимости исследования характеристик материалов со слабо выраженными магнитострикционными свойствами. Одним из перспективных методов измерения малых деформаций является метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), позволяющий измерять абсолютные деформации материала с точностью до 0,1 нм (1 Å) [4–6]. Такая точность измерений позволяет исследовать магнитострикционные свойства материалов со слабо выраженным магнитострикционным эффектом. Например, медь относится к классу парамагнитных материалов и традиционно считается не

обладающей магнитострикционными свойствами. Однако результаты измерений с помощью АСМ, приведенные в работе [5], свидетельствуют о наличии у технической чистой меди слабых магнитострикционных свойств. В данной статье приводятся результаты экспериментальных работ по оценке возможности применения метода АСМ для исследования магнитострикционных свойств материалов.

### Методика проведения исследований

Исследования проводились с использованием атомно-силового микроскопа NT-206 ОДО «Микротестмашины» (Республика Беларусь) на образцах из технической чистой никели с чистотой 99,7 % (химический анализ проведен в Центре исследования и испытания материалов Института порошковой металлургии НАН Беларуси). Никель был выбран в качестве тестового материала для проведения исследований, так как обладает сильно выраженными магнитострикционными свойствами. Из никелевой проволоки диаметром 2,15 мм вырезали образец длиной 10 мм. Для обеспечения плоскопараллельности торцевых поверхностей образца его фиксировали с помощью воска в отверстии, выполненном в стальной пластине, после чего пластина подвергалась двустороннему шлифованию на плоскошлифовальном станке с использованием смазочно-охлаждающей жидкости. После шлифования пластина подвергалась двусторонней обработке с помощью шлифовальных шкур с зернистостью до P2000 и полировке пастой ГОИ на войлочном полировальнике. После полировки образец извлекали из отверстия в пластине путем нагрева и очищали от воска бензином. Образец фиксировали на плоскопараллельной кремниевой подложке размером 20 × 30 мм с помощью шеллака, после чего на этой же подложке фиксировали с помощью пластилина катушку для создания магнитного поля. В центре катушки было предусмотрено отверстие диаметром 3 мм, по которому она сопрягалась при установке с исследуемым образцом.

В качестве источника питания катушки использовали две щелочные батарейки напряжением 1,5 В каждая, что позволило обеспечить силу тока через катушку 0,85 А. Значение индукции магнитного поля, создаваемого катушкой в воздухе вблизи торцевой поверхности образца, составило 34 мТ, что соответствует напряженности 27,1 кА/м (измерения проводились с помощью миллитесламетра ТП2-2У

(ФГУП «ВНИИФТРИ», Россия)). Подложку с катушкой и образцом устанавливали на предметном столике атомно-силового микроскопа. Для исключения погрешностей, связанных с движением соединительных проводов, используемых для подключения катушки к источнику питания, провода прикрепляли скотчем к корпусу микроскопа и столу. Сканирование торцевой поверхности образца производили с разрешением  $256 \times 256$  точек на участке размером  $7,2 \times 7,2$  мкм, свободном от дефектов в виде микронеровностей значительной высоты. Скорость сканирования составляла 250 точек/с. В процессе сканирования производилось включение и выключение магнитного поля.

Результаты сканирования визуализировались и анализировались с помощью программы *Surface View*. Данные также сохранялись в текстовом формате, что позволяло производить их дополнительный анализ с помощью программы *MathCad*.

### Результаты исследований и их обсуждение

В качестве примеров полученных результатов на рисунке 1 приведены топографическое изображение и профилограмма поверхности образца при включении и выключении магнитного поля.

Как видно из топографического изображения, включение и выключение магнитного поля сопровождается скачкообразным изменением высоты рельефа, что проявляется в виде изменения яркости изображения. Более наглядное представление об изменении высоты рельефа дает профилограмма, представленная на рисунке 1б.

На начальном участке профилограммы (на длине от 0 до 300 нм – момент включения магнитного поля, обозначенный стрелкой с подписью «вкл.») наблюдается медленное снижение высоты рельефа.

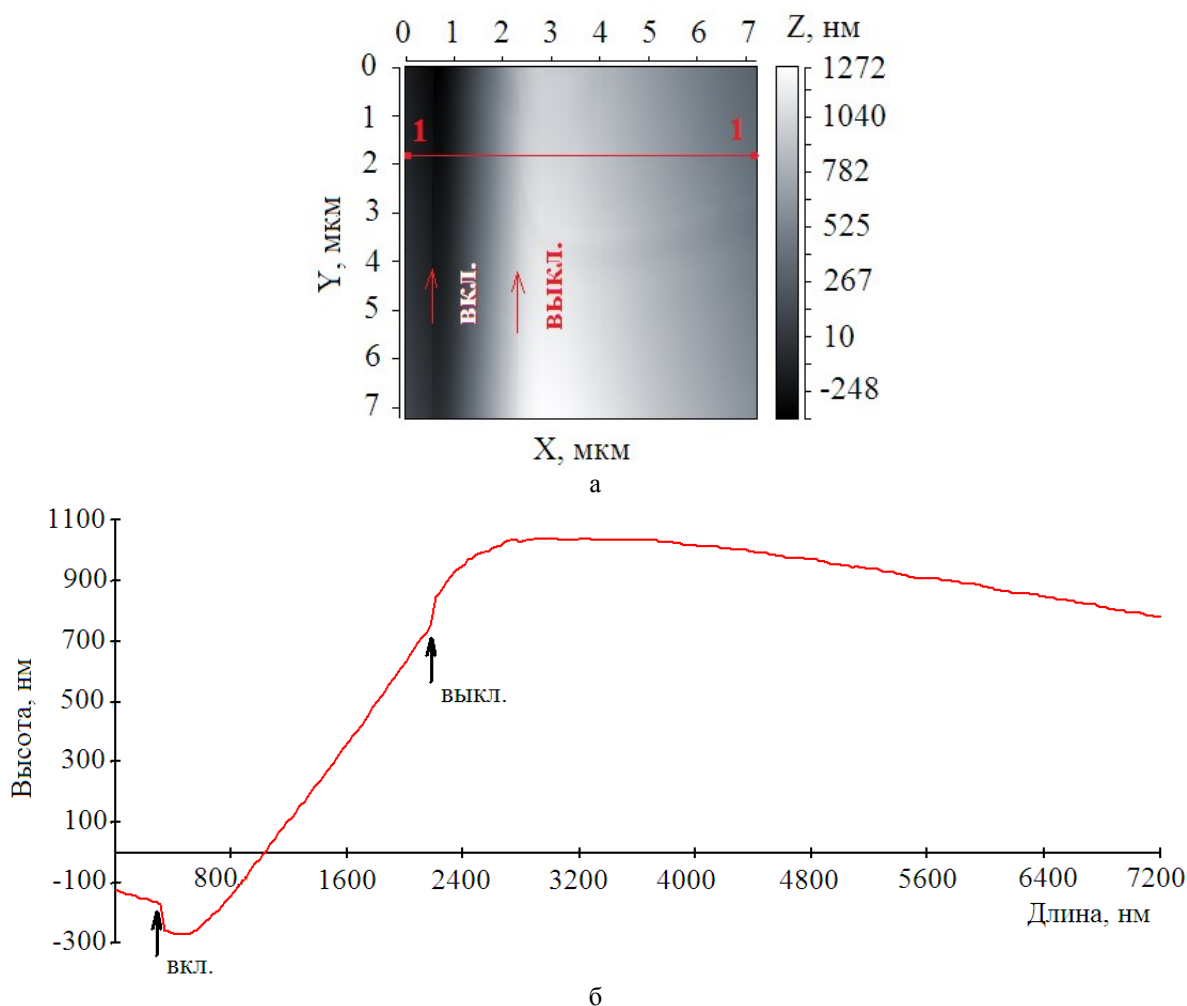


Рисунок 1 – Результаты сканирования поверхности образца при включении и выключении магнитного поля: а – топографическое изображение; б – профилограмма вдоль линии 1–1

На участке от 300 до 330 нм происходит быстрое (по сравнению с первым участком) снижение высоты рельефа, связанное с магнито-стрикционной деформацией (никель обладает отрицательной продольной магнито-стрикцией, т.е. испытывает деформацию сжатия в направлении приложения магнитного поля независимо от его знака). Далее на участке от 330 до 470 нм происходит снижение высоты рельефа с постепенно уменьшающейся скоростью, не превышающей скорость снижения высоты рельефа на начальном участке. В точке 470 нм медленное снижение высоты рельефа сменяется ее медленным возрастанием с постепенно увеличивающейся скоростью. Такое поведение объясняется тепловым расширением материала образца в результате теплового действия протекающего по катушке тока. Нагрев образца начинается в точке включения магнитного поля, однако из-за инерционности процесса теплопередачи скорость снижения высоты рельефа, связанного с наклоном образца, на участке от 330 до 470 нм оказывается выше скорости увеличения высоты рельефа, связанного с тепловым расширением образца. С помощью инфракрасного пирометра *Raytek MiniTemp MT4* (США) зарегистрирован нагрев образца на 10 °С за 2 мин. На участке от 2170 нм (момент выключения магнитного поля, обозначенный стрелкой с подписью «выкл.») до 2200 нм происходит быстрое (по сравнению с участком теплового расширения) увеличение высоты рельефа, связанное с восстановлением магнито-стрикционной деформации. Далее на участке от 2200 до 2600 нм наблюдается медленный рост высоты рельефа с постепенно уменьшающейся скоростью, который можно объяснить инерционностью процесса теплопередачи от катушки к образцу (тепло продолжает поступать к образцу некоторое время после прекращения теплового действия тока). На конечном участке профилограммы (от 2600 до 7200 нм) происходит медленное снижение высоты рельефа с постепенно возрастающей скоростью, что объясняется восстановлением тепловой деформации образца при охлаждении.

Протяженности участков профилограммы, на которых происходит изменение высоты рельефа, связанное с магнито-стрикционной деформацией, ( $330 - 300 = 30$  нм и  $2200 - 2170 = 30$  нм) примерно соответствуют шагу между двумя последовательными линиями сканирования ( $s = 7200 / 256 \approx 28,1$  нм, 7200 нм – длина профилограммы, 256 – число линий сканирова-

ния). Этот шаг соответствует времени перемещения образца между последовательными точками измерения  $256 / 250 = 1,024$  с (256 – число точек измерения на линии сканирования, 250 точек/с – скорость сканирования). Под линией сканирования понимается линия, параллельная оси  $Y$ , вдоль которой перемещается образец для измерения изменений высоты рельефа по координате  $Y$ . В конце каждой линии сканирования образец смещается вдоль оси  $X$  на величину шага  $s$ , после чего перемещается вдоль следующей линии сканирования. В действительности интервал времени, соответствующий протеканию магнито-стрикционной деформации, оказывается еще более коротким. Для его определения можно рассмотреть профилограммы вдоль нескольких последовательных линий сканирования, проходящих вблизи координаты  $X$ , соответствующей включению или выключению магнитного поля. В качестве примера рассмотрим результаты сканирования, для которых включение магнитного поля соответствовало координате  $X = 534,4$  нм (19-я линия сканирования). На рисунке 2 приведено графическое изображение зависимости разностей высоты рельефа между 18-й и 19-й (кривая 1) и 19-й и 20-й (кривая 2) линиями сканирования от расстояния вдоль линии сканирования (координаты  $Y$ ).

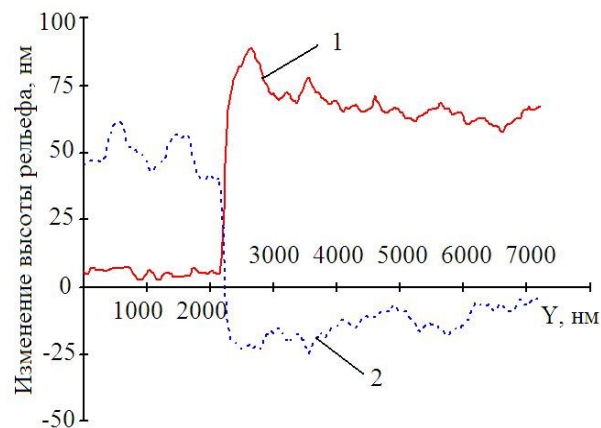


Рисунок 2 – Зависимость изменения высоты рельефа между последовательными линиями сканирования от расстояния вдоль линии сканирования:

- 1 – между 18-й и 19-й,
- 2 – между 19-й и 20-й линиями сканирования

Магнито-стрикционная деформация соответствует скачкообразному изменению кривых 1 и 2, наблюдающемуся между 77-й и 80-й точками измерения, соответствующими значениям координаты  $Y$  2165,6 и 2250 нм. Соответствующий интервал времени составляет  $(80 - 77) \times$

$\times 1,024 / 256 = 0,012$  с. Таким образом, магнито-стрикционная деформация является быстропротекающим процессом по сравнению с тепловой деформацией, что позволяет легко отделить друг от друга составляющие деформации, связанные с магнито-стрикционным эффектом и тепловым действием тока. Как видно из рисунка 2, наличие микронеровностей на сканируемой поверхности образца вносит погрешности в измерение величины магнито-стрикционной деформации. В связи с этим следует обратить особое внимание на качество подготовки поверхности. Влияние шероховатости также может быть потенциально снижено путем уменьшения размера поля сканирования.

Для более детального анализа представленных на рисунке 2 кривых введем следующие обозначения:  $\Delta h$  – изменение высоты рельефа между двумя последовательными линиями сканирования, связанное с наклоном поверхности образца относительно предметного столика;  $\Delta L$  – магнито-стрикционная деформация образца;  $a_T$  – изменение высоты рельефа на единицу длины линии сканирования, связанное с тепловой деформацией. Если принять допущение о том, что высота рельефа вдоль линии сканирования, предшествующей включению магнитного поля, принимает постоянное значение  $h_0$ , то высота рельефа на участке линии сканирования, соответствующей включению магнитного поля, от  $Y=0$  до  $Y=Y_0$ , где  $Y_0=2165,6$  нм – координата точки включения магнитного поля, будет описываться выражением  $h_1 = h_0 - \Delta h$ , а на участке от  $Y=Y_0$  до  $Y=Y_{\max}$ , где  $Y_{\max}=7200$  нм – ширина поля сканирования, высота рельефа будет меняться по закону  $h_2(Y) = h_0 - \Delta h - \Delta L + a_T(Y - Y_0)$ . Вдоль линии сканирования, следующей за включением магнитного поля, высота рельефа будет меняться по закону  $h_3(Y) = h_0 - 2\Delta h - \Delta L + a_T(Y_{\max} - Y_0) + a_T Y$ .

Таким образом, на участке от  $Y=0$  до  $Y=Y_0$  кривая 1 может быть описана выражением  $h_0 - h_1 = \Delta h$ , что соответствует ее постоянному значению. На участке от  $Y=Y_0$  до  $Y=Y_{\max}$  кривая 1 будет описываться зависимостью  $h_0 - h_2(Y) = \Delta h + \Delta L - a_T(Y - Y_0)$ , т.е. будет поднята относительно начального участка на величину магнито-стрикционной деформации  $\Delta L$  и будет убывать в результате тепловой деформации, что отчетливо видно на рисунке 2.

Кривая 2 на участке от  $Y=0$  до  $Y=Y_0$  будет описываться уравнением  $h_1 - h_3(Y) = \Delta h + \Delta L - a_T(Y_{\max} - Y_0) - a_T Y$ , т.е. будет опущена относи-

тельно второго участка кривой 1 на величину тепловой деформации, накопленной вдоль линии сканирования, соответствующей включению магнитного поля, и будет убывать в результате тепловой деформации, что наблюдается на рисунке 2. На участке от  $Y=Y_0$  до  $Y=Y_{\max}$  кривая 2 может быть описана выражением  $h_2(Y) - h_3(Y) = \Delta h - a_T Y_{\max}$ , т.е. будет принимать постоянное значение и будет опущена относительно начального участка кривой 1 на величину тепловой деформации, накопленной на протяжении одной полной линии сканирования.

Для оценки достоверности полученных результатов выполним расчет магнито-стрикционного коэффициента и его сравнение с табличными значениями для никеля. Абсолютная деформация  $\Delta L$  образца, соответствующая приведенным на рисунке 1 данным, составляет  $\Delta L = -100$  нм  $= -10^{-4}$  мм. При длине образца  $L = 10$  мм относительная деформация  $\varepsilon$  составляет:

$$\varepsilon = \Delta L / L = -10^{-4} / 10 = -10^{-5}.$$

Магнито-стрикционный коэффициент  $d_{33}$  может быть рассчитан по формуле:

$$d_{33} = \varepsilon / H = -10^{-5} / (2,71 \cdot 10^4) = -3,69 \cdot 10^{-10} \text{ м/А},$$

где  $H = 2,71 \cdot 10^4$  А/м – напряженность приложенного к образцу магнитного поля.

Из приведенной на рисунке 3 магнито-стрикционной кривой никеля [10] получается следующее расчетное значение магнито-стрикционного коэффициента:

$$d_{33 \text{ расч}} = \varepsilon / H = -3 \cdot 10^{-5} / (2,71 \cdot 10^4) = -1,11 \cdot 10^{-9} \text{ м/А}.$$

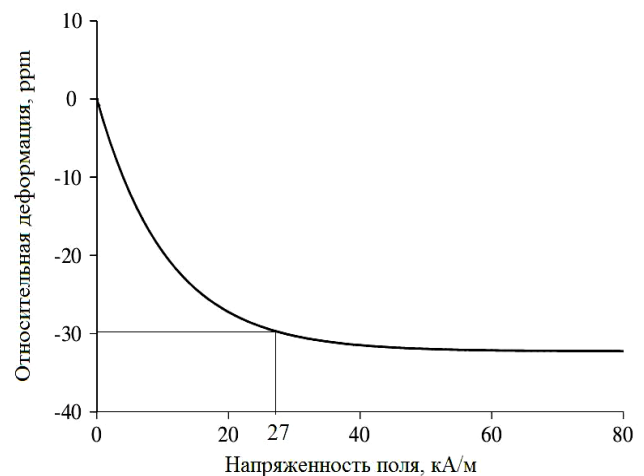


Рисунок 3 – Магнито-стрикционная кривая никеля (по данным [10])

Отличие расчетного значения от экспериментального может быть объяснено погрешностями задания и измерения величины магнитного поля: нестабильность электрического питания катушки, неоднородность магнитного поля, нелокальность измерения магнитного поля и др. Тем не менее по порядку величины расчетное значение магнитоstrictionного коэффициента согласуется с экспериментальным, что говорит о потенциальной применимости метода АСМ для исследования (оценки) магнитоstrictionных свойств материалов при условии совершенствования описанной выше экспериментальной методики.

### Заключение

Разработана методика исследования магнитоstrictionных свойств материалов, основанная на применении атомно-силового микроскопа для измерения абсолютных деформаций образца при включении/выключении магнитного поля, что позволяет регистрировать малые (менее 100 нм) деформации образца.

Выполнена апробация разработанной методики на образцах из технически чистого никеля, показавшая, что расчетные значения магнитоstrictionных характеристик никеля по порядку величины согласуются с известными табличными значениями.

### Список использованных источников

1. *Степаненко, Д.А.* Измерение пространственного распределения механических напряжений в ультразвуковых волноводных системах с помощью датчиков на основе эффекта Виллари / Д.А. Степаненко, К.А. Богданчук, В.Т. Минче-

ня // Приборы и методы измерений. – 2013. – № 1 (6). – С. 72–78.

2. *Чечерников, В.И.* Магнитные измерения / В.И. Чечерников. – М., 1969. – 385 с.
3. *Brizzolara, R.A.* Magnetostriction measurements using a tunneling-tip strain detector / R.A. Brizzolara, R.J. Colton // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1990. – Vol. 88. – P. 343–350.
4. *Papageorgopoulos, A.C.* Magnetostriction measurements with atomic force microscopy: a novel approach / A.C. Papageorgopoulos [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2004. – Vol. 268. – P. 198–204.
5. *Wittborn, J.* Nanoscale studies of functional materials using scanning probe microscopy: PhD Thesis / J. Wittborn. – Stockholm, 2000. – 81 p.
6. *Гатиятов, П.Г.* Прецизионные измерения магнитоstrictionции в никелевых структурах, используемых для получения магниторезистивных наноконтактов / П.Г. Гатиятов [и др.] // Письма в ЖТФ. – 2006. – Т. 32, вып. 19. – С. 72–78.
7. *Smith, A.B.* Magnetostriction constants from ferromagnetic resonance / A.B. Smith, R.V. Jones // Journal of Applied Physics. – 1963. – Vol. 34. – P. 1283–1284.
8. *Grössinger, R.* Magnetic characterization of soft magnetic materials – experiments and analysis / R. Grössinger [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2003. – Vol. 254–255. – P. 7–13.
9. *Stepanenko, D.* Determination of magnetomechanical parameters of materials using standing-wave ultrasonic method / D. Stepanenko [et al.] // Proc. of the 18th International conference «Mechanika 2013». – Kaunas, 2013. – P. 53–57.
10. *Ribichini, R.* Experimental and numerical evaluation of electromagnetic acoustic transducer performance on steel materials / R. Ribichini [et al.] // Non-destructive Testing & Evaluation International. – 2012. – Vol. 45. – P. 32–38.

**STUDY OF MAGNETOSTRICTIVE PROPERTIES OF MATERIALS BY MEANS OF METHOD OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY**

*Stepanenko D.A.<sup>1</sup>, Bogdanchuk K.A.<sup>1</sup>, Minchenya V.T.<sup>1</sup>, Kuznetsova T.A.<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Belarusian National Technical University, Minsk, Belarus

<sup>2</sup>A.V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute of the National Academy of Sciences of Belarus  
e-mail: stepd@tut.by

**Abstract.** The article studies and experimentally proves possibility of application of atomic force microscope for measurement of small magnetostrictive deformations of materials. Exemplary results of measurements for the samples made of technically pure nickel exhibiting strong magnetostrictive effect are presented.

**Keywords:** magnetostriction, atomic force microscopy.

**References**

1. Stepanenko D.A., Bogdanchuk K.A., Minchenja V.T. [Measurement of spatial distribution of mechanical stresses in ultrasonic waveguide systems by means of sensors based on Villari effect]. *Pribory i metody izmereniy*, 2013, no. 1 (6), pp. 72–78 (in Russian).
2. Chechernikov V.I. *Magnitnyye izmereniya* [Magnetic measurements]. Moscow, Moscow Univ. Publ., 1969. 385 p. (in Russian).
3. Brizzolara R.A., Colton R.J. Magnetostriction measurements using a tunneling-tip strain detector. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1990, vol. 88, pp. 343–350.
4. Papageorgopoulos A.C., Wang H., Guerrero C., Garcia N. Magnetostriction measurements with atomic force microscopy: a novel approach. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2004, vol. 268, pp. 198–204.
5. Wittborn J. *Nanoscale studies of functional materials using scanning probe microscopy*: PhD Thesis. Stockholm, Royal Institute of Technology, 2000. 81 p.
6. Gatijatov R.G., Borodin P.A., Buharaev A.A., Bizjaev D.A. [Precision measurements of magnetostriction in nickel structures used for fabrication of magnetoresistive nanojunctions]. *Pis'ma v ZhTF*, 2006, vol. 32, no. 19, pp. 72–78 (in Russian).
7. Smith A.B., Jones R.V. Magnetostriction constants from ferromagnetic resonance. *Journal of Applied Physics*, 1963, vol. 34, pp. 1283–1284.
8. Grössinger R., Sassik H., Holzer D., Pillmayr N. Magnetic characterization of soft magnetic materials – experiments and analysis. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2003, vol. 254–255, pp. 7–13.
9. Stepanenko D., Bubulis A., Minchenja V., Bogdanchuk K., Stsepanenka T. Determination of magnetomechanical parameters of materials using standing-wave ultrasonic method. *Proc. of the 18th International conference «Mechanika 2013»*. Kaunas, 2013, pp. 53–57.
10. Ribichini R., Cegla F., Nagy P.B., Cawley P. Experimental and numerical evaluation of electromagnetic acoustic transducer performance on steel materials. *Non-destructive Testing & Evaluation International*, 2012, vol. 45, pp. 32–38.

*Поступила в редакцию 24.01.2014.*