

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»**

САРАКУЕВА АИДА ЭЮПОВНА

**ФИЗИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ  
МИКРОПРОВОДОВ НА ОСНОВЕ  $S_6$  И ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ  
В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ДАТЧИКАХ СОПРОТИВЛЕНИЯ**

Специальность – 2.2.3 Технология и оборудование для производства  
материалов и приборов электронной техники

Автореферат диссертации  
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:  
кандидат физико-математических наук,  
доцент Гудошников Сергей Александрович

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы исследования

Покрытые стеклянной оболочкой аморфные ферромагнитные микропровода (АФМ) изготавливаются методом быстрой закалки из расплава по технологии Тейлора-Улитовского. Такие микропровода имеют диаметр металлической жилы от 5 до 50 мкм, толщину стеклянной оболочки от 1 до 10 мкм и могут достигать длины в несколько километров. Возрастающий интерес к ним в первую очередь связан с уникальными магнитными свойствами, такими как магнитная бистабильность и эффект гигантского магнитного импеданса. Особые свойства в сочетании с малыми размерами и хорошими прочностными характеристиками позволяют использовать микропровода в качестве чувствительных элементов различных датчиков для измерения механических напряжений, магнитных полей, температуры и других физических величин [1–5].

Относительно недавно появился ряд работ, направленных на создание миниатюрных термочувствительных элементов для встраиваемых температурных датчиков. В работе [6] исследована возможность создания температурных датчиков на основе магнитно-бистабильных аморфных и нанокристаллических ферромагнитных микропроводов систем Fe-Si-B и Fe-Co-Si-B. Принцип работы основан на температурной зависимости поля переключения  $H_{sw}$ , обусловленной изменением намагниченности насыщения и магнитоупругой анизотропии при нагревании. При воздействии линейно нарастающего магнитного поля намагниченность микропровода резко переключается между двумя устойчивыми состояниями при достижении  $H_{sw}$ , что регистрируется измерительной катушкой. В работе [7] предложена методика бесконтактного измерения температуры с помощью магнитно-бистабильных аморфных ферромагнитных микро-проводов системы Fe-Co-B-Si-Cr-Mo с низкой температурой Кюри (40–80 °С). Принцип работы основан на температурной зависимости амплитуды высших гармоник намагниченности, которые возникают при воздействии переменного магнитного поля вследствие нелинейности кривой намагничивания. При приближении к температуре Кюри фазового перехода ферромагнетик-парамагнетик намагниченность насыщения, магнитная проницаемость и коэрцитивная сила испытывают значительные изменения, что приводит к резкому изменению амплитуды высших гармоник намагниченности, регистрируемых измерительной катушкой. Кроме особых магнитомягких свойств для АФМ также характерны специфические электрические свойства, связанные с высоким удельным сопротивлением и существованием минимума в температурной зависимости электросопротивления.

В работе [А2] был проведен подробный анализ характера температурных зависимостей электросопротивления  $\rho(T)$  аморфных микропроводов составов  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $x = 0, 2, 4, 6$ ). Были установлены механизмы влияния температуры, структурной релаксации при нагреве, а также содержания Cr на величину электросопротивления этих сплавов в аморфном состоянии. Было дано объяснение аномального характера температурной зависимости электросопротивления аморфных сплавов, содержащих более 2 ат. % Cr, и показано, что во многом специфический характер влияния температуры на электропроводность таких сплавов обусловлен композиционной структурной релаксацией, приводящей к образованию кластеров, обогащенных хромом.

Дальнейшее изучение электросопротивления АФМ из сплавов  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  в процессе их кристаллизации и в полностью закристаллизованном состоянии актуально как для выявления механизмов и кинетики кристаллизации, так и для использования микропроводов в качестве чувствительных элементов температурных датчиков сопротивления (ТДС), электрическое сопротивление которых пропорционально изменению температуры окружающей среды. Использование микропроводов при разработке ТДС означает, что они должны обладать одновременно и высоким удельным сопротивлением, и высоким температурным коэффициентом сопротивления. Для поиска сплавов и технологических методов обработки микропроводов, обеспечивающих требуемые характеристики, необходимы систематические данные о влиянии химического состава и структурно-фазового состояния на электрические характеристики микропроводов. Учитывая вышесказанное, выбор темы диссертационного исследования представляется обоснованным и соответствующим современным технологическим требованиям.

## **Цель и задачи**

Целью работы являлось исследование структурно-фазовых и электрических свойств ферромагнитных микропроводов системы Co-Fe-Cr-Si-B на разных стадиях кристаллизации, разработка технологии изготовления миниатюрных температурных датчиков сопротивления и проведение их испытаний в разных температурных режимах.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Исследовать влияние содержания Cr на структурно-фазовые и электрические свойства ферромагнитных микропроводов  $Co_{73-x}Fe_4Cr_xSi_{12}B_{11}$  (где  $x = 0, 2, 4, 6$  ат. %) в аморфном и кристаллизованном состояниях.

2. Разработать конструкцию и изготовить температурный датчик сопротивления на основе ферромагнитного микропровода имеющего максимальный температурный коэффициент сопротивления.

3. С использованием созданных температурных датчиков сопротивления, разработать методики и провести измерения температурных свойств магнитоимпедансных датчиков и полимерных композиционных материалов.

## **Положения, выносимые на защиту**

1. Максимальные значения температурного коэффициента сопротивления (ТКС) в микропроводах состава  $Co_{73-x}Fe_4Cr_xSi_{12}B_{11}$  достигаются в образцах без добавления Cr ( $x = 0, Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$ ), находящихся в кристаллизованном состоянии, при этом значение ТКС составляет  $\sim 1350$  ppm/°C.

2. Конструкция и технология изготовления быстродействующих температурных датчиков сопротивления с чувствительным элементом на основе кристаллизованного микропровода состава  $Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$  длиной  $\sim 10$  мм и номинальным сопротивлением  $\sim 30$  Ом (20 °C).

3. Применение разработанных температурных датчиков сопротивления для контроля тепловых режимов полимерных композиционных материалов и определения их коэффициента теплопроводности в диапазоне 0,1–10 Вт/(м·К) с погрешностью не более 4 % относительно результатов стандартного метода лазерной вспышки.

4. Методика компенсации температурной нестабильности магнитоимпедансных датчиков с использованием разработанных температурных датчиков сопротивления, обеспечивающая относительную погрешность измерения магнитной индукции не более 1 % в диапазоне температур 20–80 °C.

## **Научная новизна**

1. Впервые установлены механизмы влияния структурно-фазовых превращений на электрические характеристики микропроводов системы  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ :

- показано, что полная кристаллизация приводит к снижению электросопротивления на 15–40 % и росту температурного коэффициента сопротивления на порядок, что обусловлено формированием высокопроводящих фаз ГПУ-Co, ГЦК-Co и выделением боридов  $\text{Co}_2\text{B}$ ,  $\text{Co}_{23}\text{B}_6$ ;

- уменьшение содержания хрома с 4 ат. % до 0 ат. % в кристаллизованных микропроводах приводит к возрастанию температурного коэффициента сопротивления в 5 раз (до 1350 ppm/°C). Механизм этого роста обусловлен заменой сложноструктурных боридов  $\text{Co}_{23}\text{B}_6$  фазами  $\text{Co}_2\text{B}$  с более простой кристаллической решеткой и устранением примесного рассеяния на атомах хрома.

2. Разработана конструкция температурного датчика сопротивления (ТДС) на основе кристаллизованного ферромагнитного микропровода [П11]. Малые габариты чувствительного элемента ( $L \approx 10$  мм,  $d \approx 18$  мкм) обеспечивают высокое быстродействие (малую тепловую инерционность) и локальность измерений.

3. Предложена новая методика контроля тепловых режимов и оценки эффективности рассеивания тепла в многофункциональных композиционных материалах, основанная на интеграции разработанного ТДС в структуру материала. Методика позволяет определить коэффициент теплопроводности в диапазоне 0,1–10 Вт/(м·К) с отклонением не более 4 % от результатов стандартного метода лазерной вспышки.

4. Предложена новая методика компенсации температурной нестабильности ГМИ-датчиков с использованием разработанного ТДС. Методика обеспечивает стабильную работу ГМИ-датчиков в диапазоне температур 20–80 °C с относительной погрешностью измерения магнитной индукции не более 1 %.

## **Практическая значимость**

Разработанные температурные датчики сопротивления (ТДС) на основе кристаллизованного микропровода  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  применимы в микроэлектронике, электронике и системах мониторинга температуры в диапазоне 20–80 °C благодаря низкой тепловой инерции и быстрому отклику.

Методика определения коэффициента теплопроводности с использованием ТДС применима в материаловедении для разработки и контроля качества теплоизоляционных и функциональных композиционных материалов.

Методика температурной компенсации магнитоимпедансных датчиков с использованием ТДС обеспечивает их применение в системах контроля магнитного поля с расширенным температурным диапазоном эксплуатации.

### **Достоверность полученных результатов**

Достоверность полученных результатов обеспечивается: использованием аттестованного оборудования и современных методов исследования (рентгенофазовый анализ, растровая электронная микроскопия, дифференциальная сканирующая калориметрия); воспроизводимостью экспериментальных данных и их статистической обработкой; соответствием теоретическим представлениям; публикацией результатов в рецензируемых научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus.

### **Апробация работы**

По теме диссертации опубликовано 13 научных работ: 4 статьи в рецензируемых журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus, 6 тезисов докладов в сборниках трудов международных конференций. Получено 3 объекта интеллектуальной собственности (1 патент РФ на изобретение, 1 заявка на изобретение, 1 свидетельство на ноу-хау).

#### **Работа выполнена:**

При финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 20-19-00607).

В рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» НИТУ МИСИС (стратегический проект № СП1 «Материалы будущего»):

- по теме ЕГИСУ НИОКТР № 123120600185-1;
- по теме ЕГИСУ НИОКТР № 125081809586-7.

#### **Статьи в журналах, индексируемых в международных базах данных Web of Science, Scopus:**

A1. Churyukanova M., Stepashkin A., Sarakueva A., Mashera V., Grebenschikov Y., Odintsov V., Petrov V., Gudoshnikov S. The application of ferromagnetic microwires as temperature sensors for measuring the thermal conductivity of materials // *Metals*. – 2022. – Vol. 12, No. 12. – Art. 2137. (Scopus Q1)

A2. Elmanov G.N., Kozlov I.V., Kutuzov L.V., Mashera V.S., Sarakueva A.E., Churyukanova M.N., Odintsov V.I., Gudoshnikov S.A. Nature of anomalous electrical resistance in  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  amorphous microwires // *Intermetallics*. – 2024. – Vol. 164. – Art. 108151. (Scopus Q1)

A3. Elmanov G.N., Kozlov I.V., Sarakueva A.E., Churyukanova M.N., Odintsov V.I., Gudoshnikov S.A. The influence of chromium on the changes in phase constitution and electrical

properties of amorphous  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  microwires during crystallization // *Intermetallics*. – 2025. – Vol. 176. – Art. 108848. (Scopus Q1)

A4. Sarakueva A.E., Danilov G.E., Grebenshchikov Yu.B., Odintsov V.I., Popova A.V., Gudoshnikov S.A. Magnetic Properties of  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  Ferromagnetic Microwires in Amorphous and Crystalline State // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. – 2024. – Vol. 88, Suppl. 1. – P. S64–S69.

**Тезисы докладов в сборниках трудов конференций:**

A5. Саракуева А.Э., Машера В.С., Одинцов В.И., Козлов И.В., Елманов Г.Н., Чурюканова М.Н., Гудошников С.А. Исследование влияния Cr на электрические свойства аморфных ферромагнитных микропроводов на основе Co при джоулевом нагреве // *Неделя металлов в Москве: Сборник трудов 28-й Международной промышленной выставки «Металл-Экспо'2022»* (8–11 ноября 2022 г., Москва). – М.: ВНИИМЕТМАШ, 2023. – С. 245–250.

A6. Sarakueva A.E., Mashera V.S., Churyukanova M.N., Kozlov I.V., Odintsov V.I., Elmanov G.N., Gudoshnikov S.A. Study of the effect of Cr on the electrical and magnetic properties of Co-rich amorphous microwires under Joule heating // *Book of Abstracts of VIII Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» (EASTMAG-2022)*, August 22–26, 2022, Kazan, Russia. – Kazan: Kazan Federal University, 2022. – Vol. 2. – P. 17–18.

A7. Саракуева А.Э., Одинцов В.И., Данилов Г.Е., Гудошников С.А. Магнитные свойства ферромагнитных микропроводов состава  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  в аморфном и кристаллическом состоянии // *Сборник трудов XXV Международной конференции «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (НМММ-XXV)*, 1–5 июля 2024 г., Москва. – М., 2024. – С. 163.

A8. Козлов И.В., Гудошников С.А., Елманов Г.Н., Саракуева А.Э. Использование метода электросопротивления для изучения процессов структурной релаксации и кристаллизации микропроводов из аморфных сплавов на основе кобальта // *Сборник трудов 122-й Международной школы-конференции им. Б.А. Калина «Новые материалы» (НМ-2024)*, 15–17 октября 2024 г., НИЯУ МИФИ, Москва. – М.: НИЯУ МИФИ, 2024. – С. 214–215.

A9. Sarakueva A.E., Kozlov I.V., Odintsov V.I., Elmanov G.N., Gudoshnikov S.A. Temperature characteristics of magnetic impedance sensors based on amorphous ferromagnetic microwires // *Book of Abstracts of IX Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» (EASTMAG-2025)*, September 13–17, 2025, Yuzhno-Sakhalinsk, Russia. – Vol. 2. – P. 322–323.

A10. Козлов И.В., Гудошников С.А., Елманов Г.Н., Саракуева А.Э. Температурные характеристики магнитоимпедансных датчиков на основе аморфных ферромагнитных микропроводов // *Сборник трудов 123-й Международной школы-конференции им. Б.А.*

Калина «Новые материалы» (НМ-2025), НИЯУ МИФИ, Москва. – М.: НИЯУ МИФИ, 2025. – С. 252–253.

#### **Объекты интеллектуальной собственности:**

П11. Пат. 2840821 Российская Федерация, МПК G05D 23/19. Электронный терморегулятор на основе ферромагнитных микропроводов / С.А. Гудошников, В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева. – № 2024113418; заявл. 17.05.2024; опубл. 28.05.2025, Бюл. № 16. – 8 с.

П12. Заявка 2024123363 Российская Федерация, МПК G01N 25/02, G01K 7/16, G01D 5/12, C22F 1/16. Установка для отжига аморфных ферромагнитных микропроводов / С.А. Гудошников, В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева, А.С. Амиантов, В.Г. Петров. – № 2024123363; заявл. 13.08.2024; опубл. 13.02.2026, Бюл. № 5.

П13. Свидетельство о регистрации ноу-хау № 01-341-2026 ОИС. Способ взаимного размещения температурного и магнитоимпедансного датчиков для компенсации температурной погрешности / С.А. Гудошников, И.В. Козлов, Г.Н. Елманов, Ю.Б. Гребенщиков, В.И. Одинцов, А.Э. Саракуева; правообладатель НИТУ МИСИС. – Зарег. 03.03.2026.

#### **Личный вклад автора**

Автором выполнены механические испытания и отбор образцов, измерения электрических характеристик, термообработка методом джоулева нагрева, обработка и анализ экспериментальных данных. Автор участвовал в постановке задач исследования, проведении СЭМ-исследований и ГМИ-магнитометрии, изготовлении датчиков, разработке методик измерений и интерпретации результатов. Получение аморфных микропроводов, ДСК-анализ, рентгенофазовый анализ и изготовление композитов выполнены в рамках коллективных работ.

#### **Структура и объем работы**

Структура работы представлена введением, пятью главами, заключением, списком литературы из 62 источников и 5 приложениями. Диссертация изложена на 121 странице, включает 35 рисунков, 15 таблиц и 54 формулы.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цель и задачи работы, определен объект исследования, представлены научная новизна и практическая значимость результатов, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** содержит литературный обзор метода получения, структуры и свойств аморфных ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке. Рассмотрена технология Тейлора–Улитовского и геометрические параметры микропроводов (диаметр металлической жилы 5–50 мкм, толщина стеклянной оболочки 1–10 мкм). Проанализировано применение АФМ в качестве чувствительных элементов температурных и магнитных датчиков, электрические свойства АФМ на основе кобальта и современные миниатюрные температурные датчики сопротивления. По результатам обзора сформулированы требования к разрабатываемому температурному датчику сопротивления: высокий температурный коэффициент сопротивления ( $> 1000 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ ), малые габариты, низкая тепловая инерция и линейная температурная зависимость в диапазоне 20–80 °С. Обоснована актуальность исследования влияния легирования хромом на структурно-фазовые и электрические свойства микропроводов системы  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $x = 0, 2, 4, 6 \text{ ат. \%}$ ) для поиска материала с требуемыми электрическими характеристиками для создания миниатюрных температурных датчиков сопротивления.

**Во второй главе** описаны методы и объекты исследования.

Покрытые стеклянной оболочкой аморфные ферромагнитные микропровода (АФМ) составов  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  (где  $x = 0, 2, 4, 6 \text{ ат. \%}$ ) получены методом Тейлора–Улитовского на установке ITMF-3. Длина полученных микропроводов составила около 1 км.

Геометрические параметры АФМ определены методом сканирующей электронной микроскопии на фрагментах длиной 10 мм с частично удаленной стеклянной оболочкой (увеличение  $\times 1000$ ). Измерены: диаметр металлической жилы  $d = 13\text{--}20 \text{ мкм}$  и общий диаметр со стеклянной оболочкой  $D = 23\text{--}35 \text{ мкм}$ .

Электрические сопротивления АФМ измерены четырехзондовым методом на отрезках длиной 10 см. На основе полученных данных рассчитаны удельные сопротивления при 20 °С.

Термический анализ выполнен методом дифференциальной сканирующей калориметрии на приборе DSC 204 F1 (Netzsch). Образцы АФМ массой 3–10 мг нагревались в

атмосфере аргона со скоростью 10 °С/мин в диапазоне температур 20–600 °С. Получены DSC-кривые для всех исследуемых составов, по которым определены температуры начала и окончания кристаллизации микропроводов.

Термообработка джоулевым нагревом проведена на установке АКС-2 с мостовой схемой Уитстона. Образцы микропроводов длиной 5 см отжигались со скоростью 10 °С/мин в диапазоне температур 20–800 °С с одновременной регистрацией электрического сопротивления. Получены температурные зависимости сопротивления  $R(T)$  в процессе нагрева и кристаллизации. Рассчитаны температурные коэффициенты сопротивления (ТКС) для микропроводов в аморфном и кристаллизованном состояниях в диапазоне температур 20–80 °С.

Рентгеноструктурный фазовый анализ выполнен на источнике синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» ( $\lambda = 0,74 \text{ \AA}$ ) в геометрии Дебая-Шеррера с детектором SX165 (Rayonix). Исследованы микропровода составов  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $\text{Cr}_0$ ),  $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $\text{Cr}_2$ ) и  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $\text{Cr}_4$ ), предварительно нагретые до температур, соответствующих различным стадиям кристаллизации. Определен фазовый состав микропроводов на каждой стадии кристаллизации.

Магнитные свойства микропровода  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  (длина 8 мм) в аморфном и кристаллизованном состояниях исследованы методом сканирующей ГМИ-магнитометрии с использованием датчика на основе микропровода  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ . Измерена нормальная компонента магнитного поля  $B_z$  на расстоянии 1–2 мм от поверхности образца. Построены двумерные карты распределения магнитного поля вдоль оси микропровода, позволяющие визуализировать изменения магнитной структуры при кристаллизации.

**В третьей главе** представлены результаты исследования влияния Cr на структурно-фазовые превращения и электрические свойства ферромагнитных микропроводов составов  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  (где  $x = 0, 2, 4, 6$  ат. %). Геометрические и электрические характеристики исходных аморфных образцов приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Геометрические и электрические характеристики АФМ

Состав	$d_{\text{ср}}$ , мкм	$D_{\text{ср}}$ , мкм	$\rho_{\text{ср}}$ , $10^{-6}$ Ом·м
$\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ( $\text{Cr}_0$ )	$17,1 \pm 1,4$	$28,4 \pm 0,3$	$1,08 \pm 0,13$
$\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{Cr}_2\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ( $\text{Cr}_2$ )	$13,7 \pm 0,4$	$23,9 \pm 2,1$	$1,21 \pm 0,23$
$\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ( $\text{Cr}_4$ )	$20,1 \pm 0,1$	$34,5 \pm 1,2$	$1,38 \pm 0,02$
$\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_6\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ ( $\text{Cr}_6$ )	$13,5 \pm 0,2$	$27,9 \pm 1,3$	$1,40 \pm 0,03$

### Влияние содержания хрома на структурно-фазовые свойства

Для определения температур, типов и последовательности фазовых превращений использовался метод дифференциальной сканирующей калориметрии. Результаты ДСК-анализа образцов Cr<sub>0</sub>, Cr<sub>2</sub>, Cr<sub>4</sub> и Cr<sub>6</sub> приведены на рисунке 3.1. Все образцы кристаллизуются в две стадии с двумя четко выраженными экзотермическими пиками в интервале температур 480–600 °С.

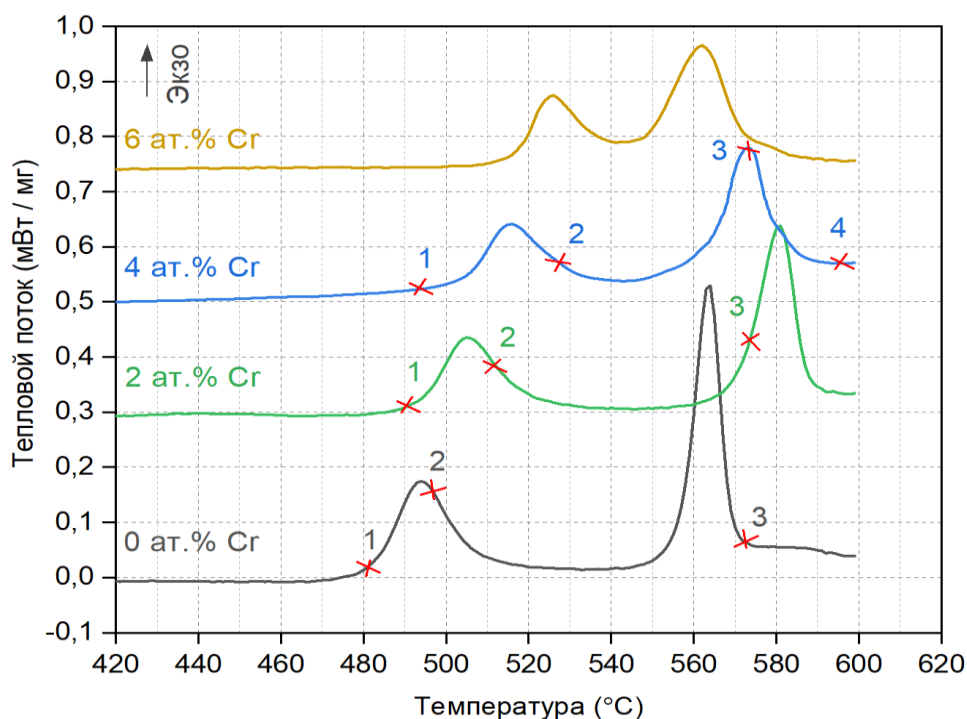


Рисунок 3.1 – ДСК-кривые микропроводов различных составов (0–6 ат. % Cr).

На кривых отмечены температуры, до которых проводился нагрев образцов при проведении рентгеновского фазового анализа

С увеличением содержания хрома температура начала первой стадии кристаллизации ( $T_{c1}$ ) монотонно повышается с ~480 °С для Cr<sub>0</sub> до ~510 °С для Cr<sub>6</sub>, что свидетельствует о стабилизации аморфной структуры. Температура начала второй стадии ( $T_{c2}$ ) демонстрирует немонотонное поведение: сначала возрастает до максимума ~575 °С при 2 ат. % Cr, затем снижается до ~550 °С для Cr<sub>6</sub> (таблица 3.2).

Таблица 3.2 – Температуры кристаллизации образцов с различным содержанием Cr

Образец	Cr <sub>0</sub>	Cr <sub>2</sub>	Cr <sub>4</sub>	Cr <sub>6</sub>
$T_{c1}$ , °С	~ 480	~ 490	~ 495	~ 510
$T_{c2}$ , °С	~ 555	~ 575	~ 565	~ 550

Примечание:  
 $T_{c1}$  – температура первого пика (первая стадия кристаллизации)  
 $T_{c2}$  – температура второго пика (вторая стадия кристаллизации)

На рисунке 3.2 представлены дифрактограммы образцов Cr<sub>0</sub>, Cr<sub>4</sub> после отжига при температурах, соответствующих различным стадиям кристаллизации (температуры отмечены на ДСК-кривых рисунка 3.1).

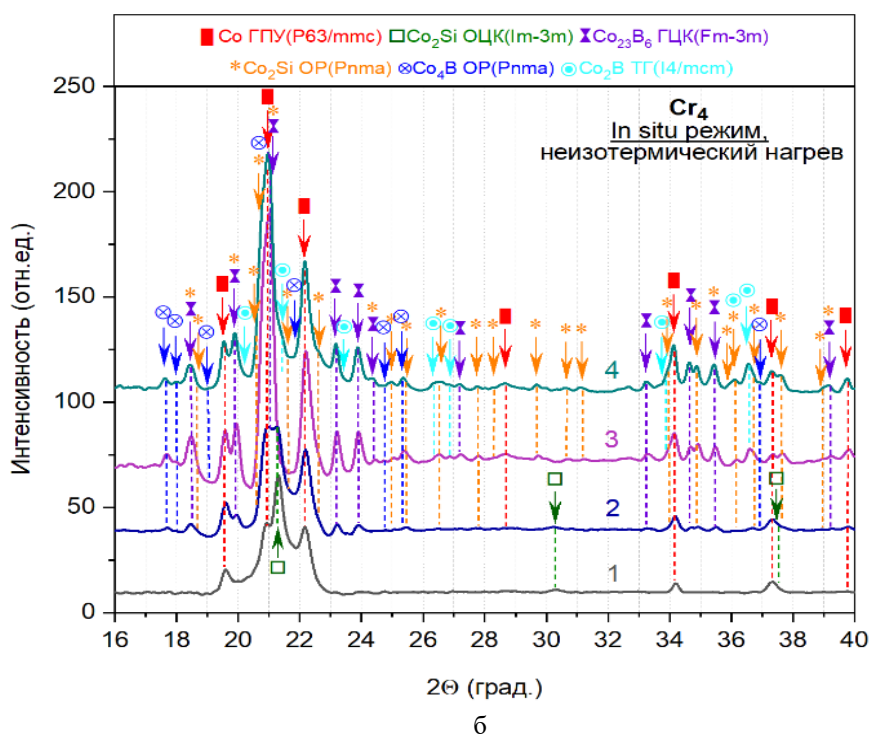
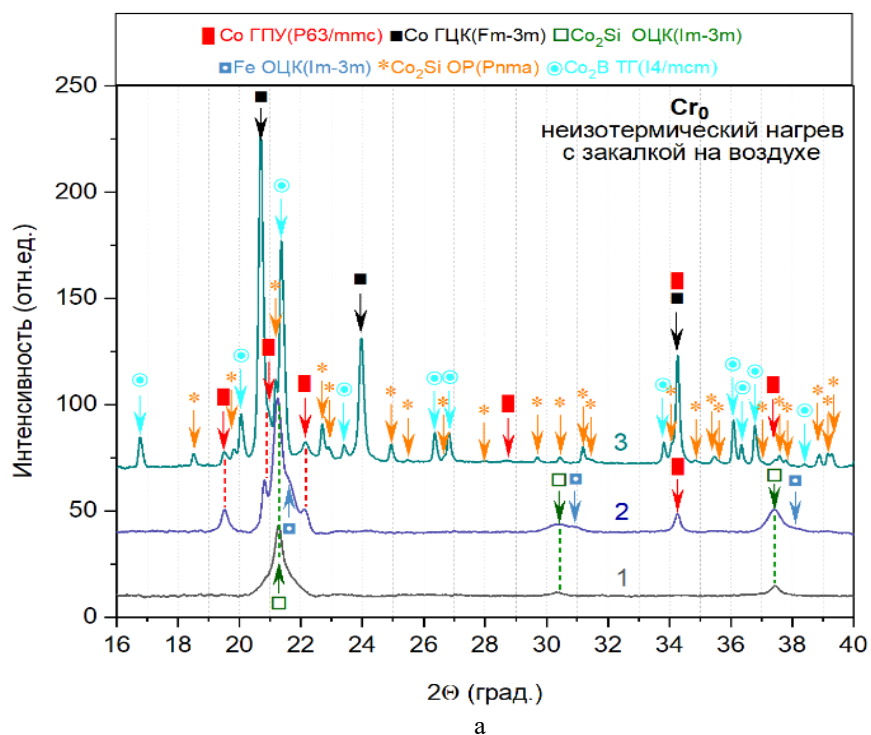


Рисунок 3.2 – Дифрактограммы микропроводов на различных стадиях кристаллизации:  
а – Cr<sub>0</sub>; б – Cr<sub>4</sub>

Согласно данным рентгеновского фазового анализа, механизмы кристаллизации сплавов имеют существенные различия в зависимости от содержания Cr (таблица 3.3).

Таблица 3.3 – Изменение фазового состава аморфных сплавов с содержанием хрома от 0 до 4 ат. % в процессе кристаллизации [А3]

Образец	Позиция на ДСК-кривых рисунка 3.1	Фазовый состав
Co <sub>73</sub> Fe <sub>4</sub> Si <sub>12</sub> B <sub>11</sub> (Cr <sub>0</sub> )	1	Co <sub>2</sub> Si (ОЦК)
	2	Co <sub>2</sub> Si (ОЦК) + Co (ГПУ) + [Fe (ОЦК)]
	3	Co (ГПУ) + Co (ГЦК) + Co <sub>2</sub> B (ТГ) + Co <sub>2</sub> Si (ОР)
Co <sub>71</sub> Fe <sub>4</sub> Cr <sub>2</sub> Si <sub>12</sub> B <sub>11</sub> (Cr <sub>2</sub> )	1	Co (ГПУ) + Co <sub>2</sub> Si (ОЦК)
	2	Co (ГПУ) + Co <sub>2</sub> Si (ОЦК) + [Co <sub>23</sub> B <sub>6</sub> (ГЦК) + Co <sub>4</sub> B (ОР) + Co <sub>2</sub> Si (ОР)]
	3	Co (ГПУ) + Co (ГЦК) + Co <sub>23</sub> B <sub>6</sub> (ГЦК) + Co <sub>2</sub> B (ТГ) + Co <sub>2</sub> Si (ОР) + [Co <sub>4</sub> B (ОР)]
Co <sub>69</sub> Fe <sub>4</sub> Cr <sub>4</sub> Si <sub>12</sub> B <sub>11</sub> (Cr <sub>4</sub> )	1	Co (ГПУ) + Co <sub>2</sub> Si (ОЦК)
	2	Co (ГПУ) + Co <sub>2</sub> Si (ОЦК) + [Co <sub>23</sub> B <sub>6</sub> (ГЦК) + Co <sub>4</sub> B (ОР) + Co <sub>2</sub> Si (ОР)]
	3	Co (ГПУ) + Co <sub>23</sub> B <sub>6</sub> (ГЦК) + Co <sub>2</sub> Si (ОР) + Co <sub>2</sub> B (ТГ) + [Co <sub>4</sub> B (ОР)]
	4	Co (ГПУ) + Co <sub>23</sub> B <sub>6</sub> (ГЦК) распад + Co <sub>2</sub> Si (ОР) + Co <sub>2</sub> B (ТГ) + [Co <sub>4</sub> B (ОР) распад]

Примечание: Фазы, указанные в квадратных скобках, присутствуют в небольшом количестве. «ТГ» обозначает тетрагональную решетку, а «ОР» – орторомбическую решетку. Пометка «распад» указывает на уменьшение количества данной фазы.

На первой стадии у всех образцов образуются две фазы: ГПУ-фаза (P6<sub>3</sub>/mmc) – твердый раствор на основе кобальта с пониженным содержанием Cr и Si, и метастабильная ОЦК-фаза (Im-3m) с составом, близким к Co<sub>2</sub>Si. Механизм их формирования зависит от содержания хрома. В бесхромовом сплаве сначала образуется Co<sub>2</sub>Si (ОЦК), затем ГПУ-Co. В легированных сплавах обе фазы формируются одновременно с образованием ламеллярной структуры (по данным ПЭМ).

На второй стадии в сплавах Cr<sub>0</sub> и Cr<sub>2</sub> наблюдается образование ГЦК-Co и уменьшение количества ГПУ-Co. В сплаве Cr<sub>4</sub> образование ГЦК-Co не обнаружено, что свидетельствует о стабилизации ГПУ-фазы хромом.

При дальнейшем повышении температуры происходит распад остаточной аморфной фазы. В сплаве Cr<sub>0</sub> формируются Co<sub>2</sub>B (I4/mcm) и Co<sub>2</sub>Si (Pnma). В сплавах Cr<sub>2</sub> и Cr<sub>4</sub> из обогащенной хромом и бором аморфной фазы преимущественно выделяется метастабильный борид (Co, Cr, Fe)<sub>23</sub>B<sub>6</sub> со структурой типа Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (Fm-3m).

Таким образом, при температуре ~600 °C фазовый состав включает металлические фазы ГПУ-Co и ГЦК-Co (последняя только в Cr<sub>0</sub> и Cr<sub>2</sub>), а также равновесные фазы Co<sub>2</sub>B и Co<sub>2</sub>Si. В легированных сплавах присутствует значительное количество метастабильного борида Co<sub>23</sub>B<sub>6</sub>.

### Влияние содержания хрома на электрические свойства

Для изучения влияния фазовых превращений на электрические свойства проведены измерения электросопротивления в процессе термообработки методом джоулева нагрева со скоростью 10 °С/мин до полной кристаллизации с последующим охлаждением.

Температурные зависимости нормированного сопротивления  $r(T) = R(T)/R_1$  микропроводов Cr<sub>0</sub>, Cr<sub>2</sub> и Cr<sub>4</sub> (рисунок 3.3) демонстрируют характерное для аморфных сплавов поведение: плавный рост сопротивления (стабильность аморфной структуры), резкое снижение (первая стадия кристаллизации) и повторный рост (вторая стадия). Добавление хрома смещает температуры кристаллизации в область более высоких значений, что согласуется с данными ДСК. В кристаллизованном состоянии зависимость  $r(T)$  практически линейна.

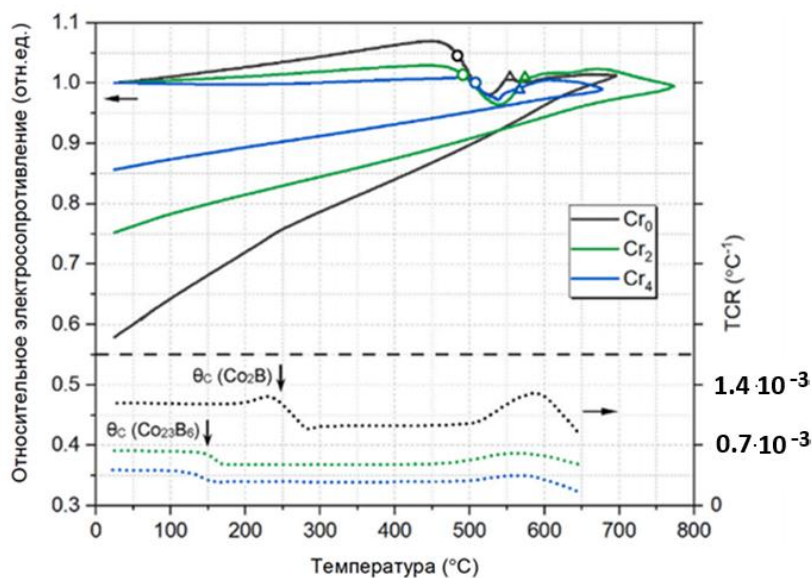


Рисунок 3.3 – Температурные зависимости относительного электросопротивления  $r(T)$  микропроводов при нагреве со скоростью 10 °С/мин и охлаждении

В таблице 3.4 представлены удельное электросопротивление  $\rho_{20^\circ\text{C}}$  и температурный коэффициент сопротивления (ТКС) аморфных и кристаллизованных образцов в интервале 20–80 °С.

Таблица 3.4 – Электрические характеристики микропроводов

Образцы	Аморфное состояние		Кристаллическое состояние	
	$\rho_{20^\circ\text{C}}$ (10 <sup>-6</sup> , Ом·м)	ТКС (20 – 80 °С) ppm/°С	$\rho_{20^\circ\text{C}}$ (10 <sup>-6</sup> , Ом·м)	ТКС (20 – 80 °С) ppm/°С
Cr <sub>0</sub>	1,18	132	0,68	1350
Cr <sub>2</sub>	1,26	59	0,95	543
Cr <sub>4</sub>	1,38	- 28,3	1,18	265

Снижение электросопротивления и увеличение ТКС при кристаллизации обусловлены формированием упорядоченной структуры и выделением высокопроводящих металлических фаз кобальта. Это приводит к изменению доминирующего механизма рассеяния

электронов: в аморфном состоянии – на структурном беспорядке, в кристаллическом – на фононах.

При уменьшении содержания хрома с 4 до 0 ат. % в кристаллизованных микропроводах удельное сопротивление снижается в 1,7 раза (с  $1,18 \cdot 10^{-6}$  до  $0,68 \cdot 10^{-6}$  Ом·м), а ТКС возрастает в 5 раз (с 265 до 1350 ppm/°C). Легирование хромом приводит к замещению борида  $\text{Co}_2\text{B}$  на  $\text{Co}_{23}\text{B}_6$  с более сложной структурой и повышенной ковалентностью связей Co–B, что снижает металлический характер проводимости и усиливает рассеяние электронов на дефектах решетки и примесях хрома. Увеличение вклада температурно-независимого примесного рассеяния по сравнению с фононным механизмом приводит к снижению ТКС.

Таким образом, состав  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  ( $\text{Cr}_0$ ) демонстрирует максимальный ТКС ( $\alpha = 1350$  ppm/°C в интервале 20–80 °C) при высоком удельном сопротивлении (0,68 мкОм·м), что делает его наиболее перспективным для создания миниатюрных температурных датчиков сопротивления.

**В четвертой главе** представлены результаты разработки температурного датчика сопротивления (ТДС) на основе кристаллизованного микропровода  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ . Выбор материала обусловлен максимальным значением ТКС среди исследованных составов.

#### **Технология изготовления**

Из торцевых концов отрезка АФМ длиной 12–13 мм удалялась стеклянная оболочка для обеспечения электрического контакта. Образец припаивался на печатную плату Rogers 4003 с четырехзондовой схемой подключения (рисунок 4.1а). Кристаллизация проводилась на плате методом джоулева нагрева на установке АКС-2 [П12].

Температурная зависимость сопротивления  $r(T)$  в процессе отжига (рисунок 4.1б) демонстрирует характерное поведение: верхняя ветвь соответствует кристаллизации аморфной фазы, нижняя – кристаллическому состоянию. Воспроизводимость нижней ветви в последующих циклах подтвердила стабильность кристаллической структуры.

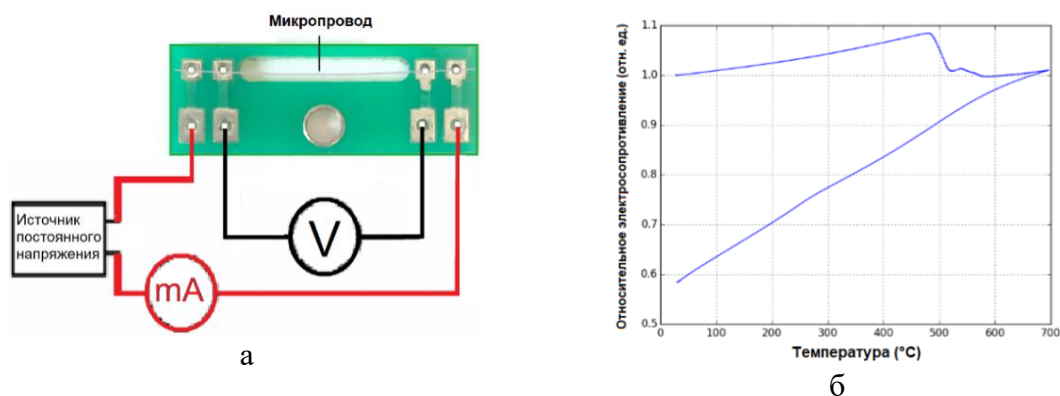


Рисунок 4.1 – а – Схема четырехзондового подключения микропровода на печатной плате;  
б – температурная зависимость относительного электросопротивления  $r(T)$

### Калибровка

Для калибровки использовалась четырехзондовая схема измерения (рисунок 4.2а). Через микропровод пропускался стабилизированный ток 1,509 мА, напряжение усиливалось в 50,9 раз и оцифровывалось АЦП. В качестве эталона применялся прецизионный термометр LM235 с линейной зависимостью выходного напряжения от температуры (10 мВ/°С) и точностью ± 1 °С (рисунок 4.2б). Калибровка проводилась путем циклического нагрева образцов в диапазоне 25–80 °С с одновременной регистрацией показаний эталонного термометра и разработанного ТДС, что позволило установить зависимости выходного напряжения и сопротивления микропровода от температуры.

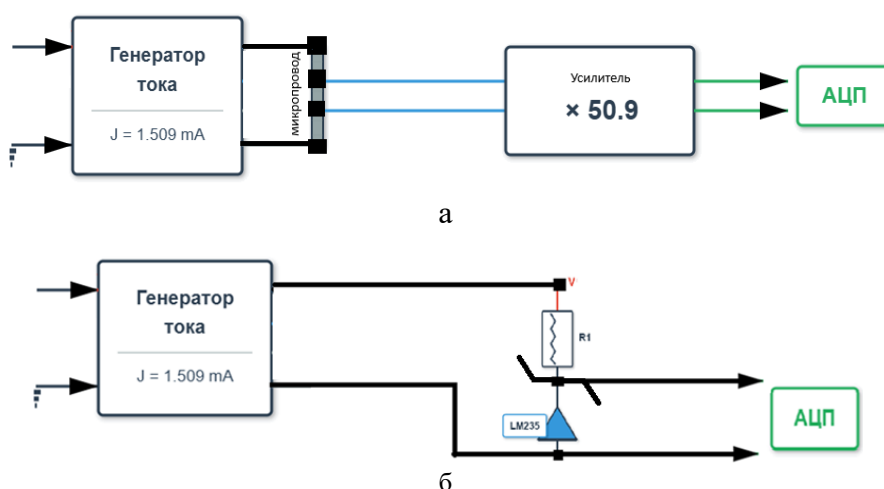


Рисунок 4.2 – Схемы измерительных каналов:

а – ТДС на основе кристаллизованного микропровода ( $\approx 5$  мВ/°С);

б – эталонный термометр LM235 (10 мВ/°С)

На основе синхронных измерений построена зависимость напряжения микропровода  $U_M$  от температуры (рисунок 4.3а). Линейная аппроксимация описывается уравнением:

$$U_M = 0,0617 \cdot T + 44,156 \quad (4.1)$$

Температурная чувствительность датчика составила  $S = 0,0617$  мВ/°С. Среднеквадратичное отклонение калибровочных точек от линейной зависимости не превышает ± 0,2 °С. Абсолютная погрешность измерения температуры определяется точностью эталонного термометра LM235 (± 1 °С).

Зависимость сопротивления микропровода  $R_M$  от температуры приведена на рисунке 4.3б. Линейная аппроксимация описывается уравнением:

$$R_M = 0,0413 \cdot T + 29,571 \quad (4.2)$$

При опорной температуре  $T_0 = 25$  °С сопротивление составляет  $R_0 = 30,60$  Ом.

Температурный коэффициент сопротивления определяется как:

$$\alpha = \frac{1}{R_0} \cdot \frac{dR_M}{dT} = 1350 \text{ ppm/}^\circ\text{C} \quad (4.3)$$

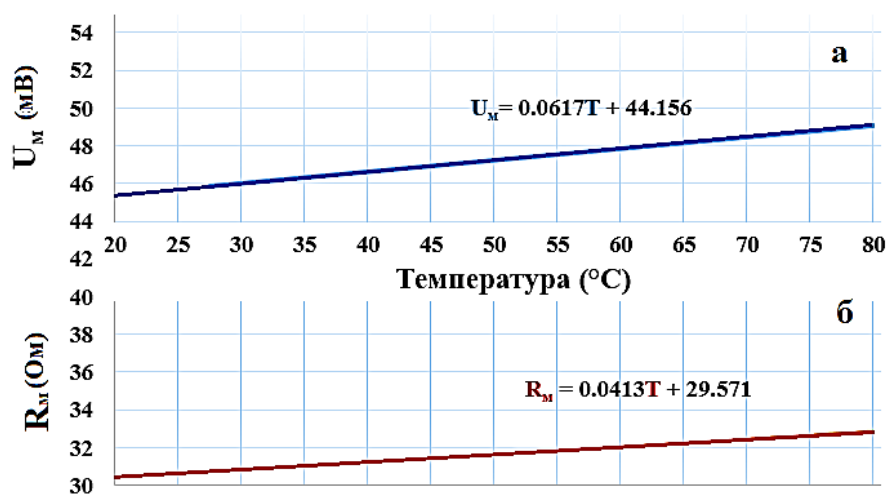


Рисунок 4.3 – Калибровочные характеристики термодатчика: а – напряжение; б – сопротивление

На рисунке 4.4 представлено сравнение динамических характеристик разработанного ТДС (кривая 1) и промышленного датчика LM335 (кривая 2) при кратковременном тепловом воздействии. Разработанный ТДС демонстрирует пиковую температуру 33,5 °С и время отклика менее 1 с, тогда как датчик LM335 показывает максимум лишь 25,5 °С при времени отклика около 5 с. Таким образом, разработанный ТДС обладает в 5 раз меньшей тепловой инерционностью и минимальной динамической погрешностью (амплитуда отклика на 8 °С выше, чем у LM335), что подтверждает его преимущества для контроля быстропротекающих тепловых процессов.

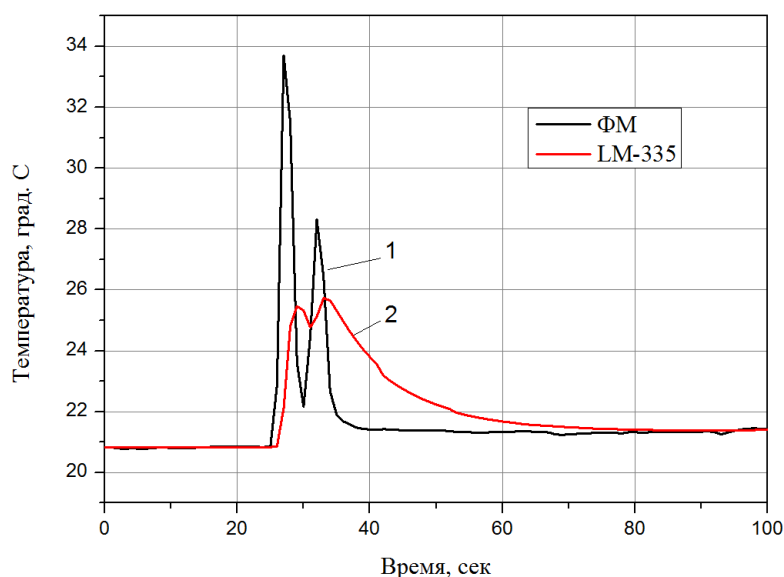


Рисунок 4.4 – Температурный отклик разработанного ТДС и датчика LM335 на кратковременное тепловое воздействие

## Основные характеристики

Проведено сравнение разработанного ТДС с промышленными аналогами – медным датчиком ТМ-232 и платиновым датчиком ТП-110 (таблица 4.1).

Таблица 4.1 – Сравнительные характеристики термодатчиков [8–9]

Параметр	ТДС	ТМ-232 (Cu)	ТП-110 (Pt)
Рабочий диапазон температур, °С	от + 20 до + 80 (калибровано) от – 50 до + 150 (потенциально)	от – 130 до + 180	от – 260 до + 100
Номинальное сопротивление при 25 °С R, Ом	30,60	110,7 ± 1,0	16,0 ± 0,3
ТКС, ppm/°С	1350	4280	3910
СКО от калибровочной прямой, °С	± 0,2	–	–
Погрешность измерения, °С	± 1,0*	± 0,5	± 0,5
Длина чувствительного элемента, мм	≈ 12	≈ 250 (спираль)	≈ 290 (зигзагообразная)
Диаметр чувствительного элемента, мкм	18 мкм	50 мкм	50 мкм
Габариты датчика, мм	14×5×2	20×10×3	32×20×8
Ориентировочная стоимость, руб.	500-1000	800-2500	3000-8000
Примечание: *Погрешность ТДС ограничена погрешностью эталонного датчика LM235			

Основное преимущество разработанного ТДС – компактность чувствительного элемента, обеспечивающая минимальные габариты, низкую тепловую инерцию и высокое быстродействие. Несмотря на меньший ТКС, датчик эффективен для локальных измерений с быстрым температурным откликом. Примеры применения рассмотрены в главе 5.

**Пятая глава** посвящена практическим применениям разработанных температурных датчиков сопротивления.

### 1. Методика определение теплопроводности композиционных материалов

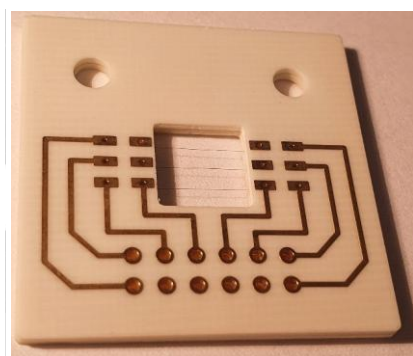
На основе разработанных ТДС предложена методика экспериментального определения коэффициента теплопроводности композиционных материалов. Высокое быстродействие и способность измерять локальную температуру позволяют использовать кристаллизованный микропровод в качестве термометра сопротивления. Аморфный микропровод использовался в качестве нагревателя.

### *Изготовление образцов*

Использовался аморфный микропровод состава  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  в стеклянной оболочке. Диаметр металлической жилы  $d \approx 18,5$  мкм, общий диаметр микропровода (с оболочкой)  $D \approx 22$  мкм. Из исходного материала нарезались отрезки длиной 13-14 мм. На торцевых участках механически удалялась стеклянная изоляция для обеспечения электрического контакта.

Для размещения микропроводов использовались печатные платы из термостойкого стеклотекстолита Rogers 4003 толщиной 1 мм. В центре платы выполнено окно размером  $8 \times 8$  мм для формирования композиционного образца. К контактным площадкам припаивались три отрезка микропровода параллельно друг другу с расстоянием 2 мм между осями. После закрепления микропроводов сверху припаивалась вторая идентичная плата, образуя двухслойную конструкцию. Проводящие дорожки на плате обеспечивали четырехзондовую схему подключения каждого микропровода ко внешним устройствам (рисунок 5.1а). Крайние микропровода на плате подвергались термической обработке постоянным током методом джоулева нагрева для перевода их в кристаллическое состояние.

Разработан трехстадийный технологический процесс изготовления функциональных композиционных материалов. Основа композитов – бутадиен-нитрильный каучук BNKS-18 AMN с наполнителем из гексагонального нитрида бора (40,48; 55,56 и 63,64 масс. %). Первая стадия включает формование заготовок композитов размером  $8 \times 8 \times 2$  мм с внедрением трех микропроводов (рисунок 5.1б). Вторая стадия – вулканизация при температуре  $170$  °С под давлением 5 МПа в течение 10 минут. Третья стадия представляет низкотемпературную карбонизацию при  $360$  °С в инертной атмосфере аргона в течение 12 часов [A1].



а



б

Рисунок 5.1 – а – печатная плата с микропроводами;

б – композиционный образец с тремя интегрированными микропроводами

### Экспериментальная ячейка

Экспериментальная ячейка включала образец композита размером  $8 \times 8 \times 2$  мм с тремя интегрированными микропроводами: центральным нагревателем и двумя боковыми термометрами сопротивления, расположенными на расстоянии  $x_0 = 2$  мм от нагревателя в центральной плоскости образца ( $z_0 = 0$ ) (рисунок 5.2). Образцы устанавливались на медный радиатор для обеспечения граничных условий математической модели. Через центральный микропровод-нагреватель пропускался постоянный ток  $I_{\text{heat}} = 100$  мА. Измерение температуры проводилось при пропускании тока  $I_{\text{term}} = 1$  мА через один микропровод-термометр. Коэффициент теплопроводности определялся по измеренным значениям мощности и температуры на основе разработанной математической модели.

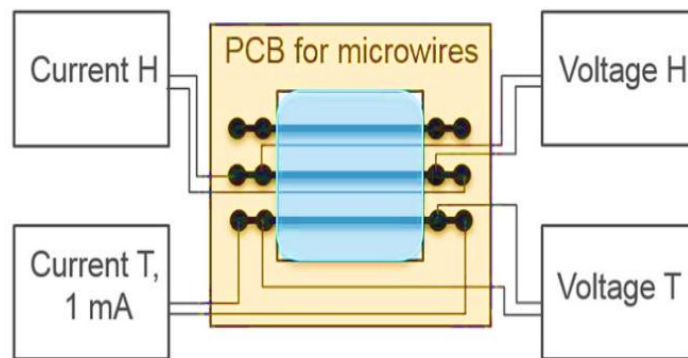


Рисунок 5.2 – Схема электрических подключений микропроводов при измерении Теплопроводности композиционных материалов

### Математическая модель

Модель основана на решении уравнения стационарной теплопроводности:

$$\lambda \cdot \nabla^2 T = -w(x, z) \quad (5.1)$$

Рассматривается плоский слой толщиной  $2h$ , бесконечно протяженный в плоскости  $x$ . Верхняя граница ( $z = h$ ) теплоизолирована, нижняя ( $z = -h$ ) имеет идеальный контакт с теплоотводом. В плоскости  $x = 0, z = 0$  вдоль оси  $y$  расположен бесконечно тонкий проводник с сопротивлением  $R_0$  на единицу длины. При протекании тока  $I$  выделяется джоулево тепло с линейной плотностью мощности  $w_0 = I^2 R_0$ . Объемная плотность источника:

$$w(x, z) = w_0 \cdot \delta(x) \cdot \delta(z) \quad (5.2)$$

где  $\delta(x), \delta(z)$  – дельта-функции Дирака.

Граничные условия:  $\partial T / \partial z = 0$  при  $z = h$  (теплоизоляция) и  $T = T_0$  при  $z = -h$  (фиксированная температура).

Решение получено методом изображений в виде сходящегося ряда фиктивных источников:

$$T(x, z) = T_0 + \frac{w_0}{2\pi\lambda} \cdot f(x, z) \quad (5.3)$$

где функция  $f(x, z)$  определяется выражением:

$$f(x, z) = -\frac{1}{2} \ln(x^2 + z^2) + \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_n \cdot \frac{1}{2} \ln(x^2 + (z - 2nh)^2) - \sum_{n=1}^{\infty} \beta_n \cdot \frac{1}{2} \ln(x^2 + (z + 2nh)^2) \quad (5.4)$$

где  $n$  – номер члена ряда;

$h$  – полутолщина образца;

$2nh$  – расстояние до  $n$ -ой зеркальной плоскости;

$\alpha_n$  – коэффициенты  $\pm 1$  для фиктивных источников выше изоляции ( $z > h$ );

$\beta_n$  – коэффициенты  $\pm 1$  для фиктивных источников ниже радиатора ( $z < -h$ ).

Коэффициенты  $\alpha_n$  и  $\beta_n$  определяются из условий выполнения граничных условий.

Из полученного решения следует выражение для коэффициента теплопроводности:

$$\lambda = \frac{w_0 \cdot f(x_0, z_0)}{2\pi \cdot [T(x_0, z_0) - T_0]} \quad (5.5)$$

где  $w_0$  – линейная плотность мощности нагревателя (Вт/м);

$f(x_0, z_0)$  – безразмерная функция;

$T(x_0, z_0)$  – температура в точке измерения (К);

$T_0$  – температура радиатора (нижней границы образца) (К).

Ряд сходится с точностью 0,04 % при  $N = 108$  членах. Применимость модели к образцам конечных размеров проверена сравнением с численным решением уравнения теплопроводности.

### *Экспериментальные результаты и верификация результатов*

В ходе эксперимента через микропровод-нагреватель пропускается стабилизированный ток. С помощью микропровода-термометра непрерывно измеряется температура (рисунок 5.3). На стабилизированных участках графика определяются линейная мощность нагревателя и стационарное значение температуры  $T$ . Теплопроводность рассчитывается по формуле 5.5.

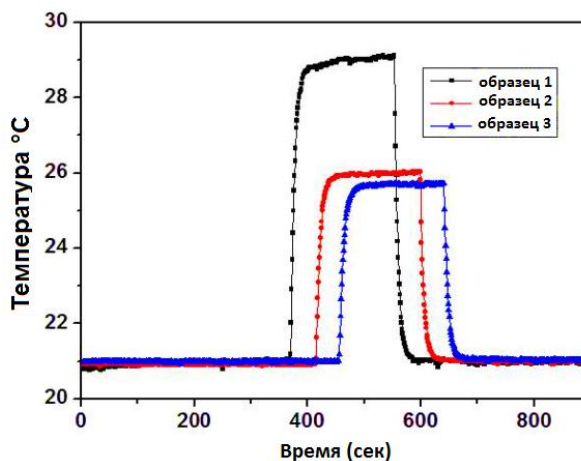


Рисунок 5.3 – Временные зависимости температуры для образцов с различной теплопроводностью

Верификация проведена сравнительным исследованием теплопроводности аналогичных образцов методом лазерной вспышки (LFA) на установке NETZSCH LFA447 NanoFlash по стандарту ASTM E1461-07. Теплопроводность определялась по формуле:

$$\lambda = a \cdot C_p \cdot \rho \quad (5.6)$$

где  $a$  – температуропроводность,  $\text{мм}^2/\text{с}$ ;

$C_p$  – удельная теплоемкость,  $\text{Дж}/(\text{г} \cdot \text{К})$ ;

$\rho$  – плотность материала,  $\text{г}/\text{см}^3$ .

Предложенная методика измерения теплопроводности с помощью встроенных ферромагнитных микропроводов продемонстрировала свою эффективность на практике. Результаты измерений отличаются от данных стандартного метода лазерной вспышки всего на 2,8–3,7% (таблица 5.1), что говорит о достаточной точности разработанного подхода. К преимуществам метода можно отнести относительную простоту, доступность необходимого оборудования и быстроту проведения измерений.

Таблица 5.1 – Сравнение результатов измерения теплопроводности двумя методами

Образец	Разность температур $\Delta T$ , К	Линейная плотность $w_0$ , Вт/м	$\lambda$ , Вт/(м·К)	$\lambda$ (LFA), Вт/(м·К)	$\Delta\lambda$ , Вт/(м·К)	Отклонение, %
1	7,8	118,0	1,05	1,08	0,03	2,8
2	5,0	120,5	1,65	1,71	0,06	3,5
3	4,7	123,0	1,80	1,87	0,07	3,7

## 2. Компенсация температурной нестабильности ГМИ-датчиков

Для обеспечения эффективной совместной работы разработанного ТДС и высокочувствительного ГМИ-датчика было проведено исследование магнитных свойств микропровода  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  до и после кристаллизации.

### *Магнитные характеристики микропровода*

На рисунке 5.4а представлена петля гистерезиса аморфного микропровода, измеренная при магнитных полях в диапазоне  $\pm 2,8$  кА/м. Измерения в более широком диапазоне полей до  $\pm 350$  кА/м показали незначительное увеличение магнитного момента до  $\pm 1,2$  мкА·м<sup>2</sup>. Аморфный микропровод характеризуется низкой коэрцитивной силой ( $H_c \approx 0,05$  кА/м) и насыщается в поле анизотропии  $H_a \approx 1,3$  кА/м, при этом в области магнитных полей  $\pm 1$  кА/м наблюдается линейная зависимость магнитного момента.

На рисунке 5.4б представлена петля гистерезиса кристаллизованного микропровода. В центральной части зависимости  $M(H_x)$  наблюдается гистерезисный участок с коэрцитивной силой  $H_c \sim 15$  кА/м и остаточной намагниченностью  $0,4$  мкА·м<sup>2</sup>. Этот гистерезис сохраняется до магнитных полей около 30 кА/м. При дальнейшем увеличении поля

до  $\pm 350$  кА/м магнитный момент линейно возрастает до  $\pm 1,2$  мкА·м<sup>2</sup>, как и для аморфного состояния.

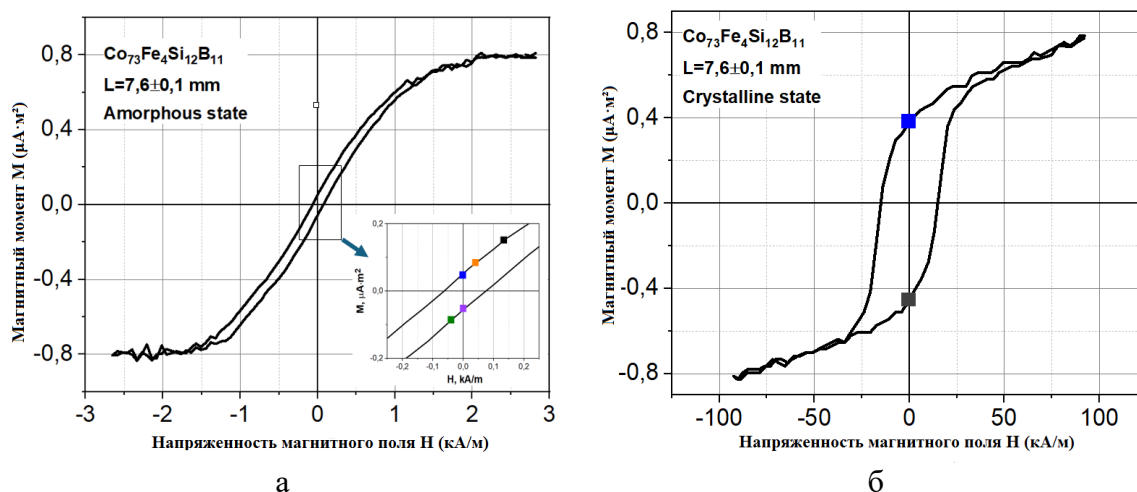


Рисунок 5.4 – Зависимость магнитного момента  $M$  от напряженности магнитного поля  $H$ :

а – для аморфного микропровода; б – для кристаллизованного микропровода

Для изучения намагниченности аморфного микропровода были проведены измерения с использованием ГМИ-магнитометра в диапазоне магнитных полей  $\pm 1$  кА/м. На рисунке 5.5а (верхняя часть) представлено двумерное распределение  $B_z(x, y)$  над микропроводом длиной 7,6 мм, ориентированным вдоль оси  $x$ . Измерения проведены на высоте  $z = 1$  мм. Максимумы  $|B_z|$  локализованы у концов микропровода. На рисунке 5.5а (нижняя часть) показаны профили  $B_z$  при значениях внешнего поля: 0,14 кА/м; 0,04 кА/м; 0 кА/м;  $-0,04$  кА/м и  $-0,14$  кА/м. При уменьшении  $H_x$  от  $+0,14$  кА/м до 0 кА/м амплитуда экстремумов уменьшается до нуля, при этом  $|B_z|$  снижается пропорционально  $|H_x|$ . Значения магнитных полей на петле гистерезиса указаны квадратными маркерами (см. рисунок 5.4а).

Измерения остаточных магнитных полей кристаллизованных микропроводов проведены с помощью ГМИ-магнитометра в нулевом магнитном поле. На рисунке 5.5б (верхняя часть) показано двумерное распределение  $B_z(x, y)$  над микропроводом длиной 7,6 мм, ориентированным вдоль оси  $x$ . Измерения проведены на высоте  $z = 1$  мм. На рисунке 5.5б (нижняя часть) представлены профили  $B_z(x)$ , измеренные после намагничивания в положительном ( $+350$  кА/м, синяя кривая) и отрицательном ( $-350$  кА/м, черная кривая) полях. Эти профили соответствуют остаточной намагниченности микропровода и отмечены квадратными маркерами на петле гистерезиса (см. рисунок 5.4б) [A4].

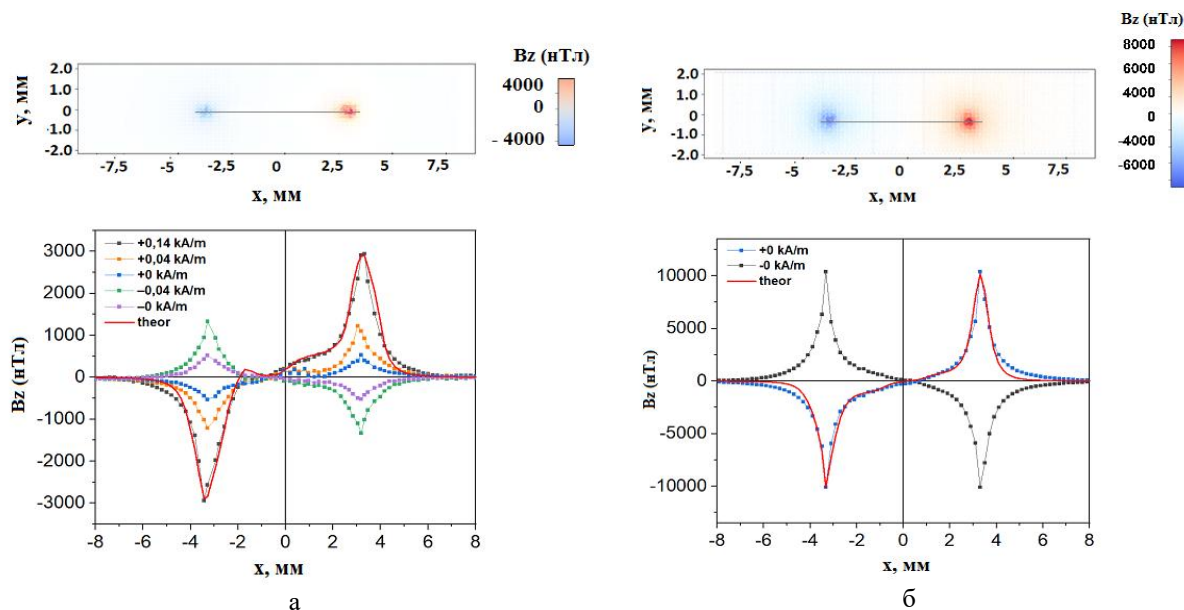


Рисунок 5.5 – Пространственное распределение магнитного поля микропровода:

а – аморфный микропровод: двумерное  $B_z(x, y)$  и профили  $B_z$  при различных  $H_x$ . Теория - красная линия;  
 б – кристаллизованный микропровод: двумерное  $B_z(x, y)$  остаточного поля и профили  $B_z(x)$  после намагничивания. Теория - красная линия

Основные результаты магнитных исследований приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Основные магнитные характеристики микропровода  $Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$

Тип образца	Коэрцитивная сила, кА/м	Поле анизотропии, кА/м	Остаточный магнитный момент, мкА·м <sup>2</sup>	Магнитный момент в максимальном поле $\pm 350$ кА/м, мкА·м <sup>2</sup>
Аморфный	< 0,05	1,2	< 0,04	1,2
Кристаллизованный	15	30	0,4	1,2

Для устранения влияния остаточной намагниченности ТДС разработана оригинальная геометрия взаимного расположения элементов, защищенная как ноу-хау [П13]. Предложенная конфигурация позволяет эффективно минимизировать паразитное магнитное поле в чувствительной области ГМИ-датчика, обеспечивая высокую точность измерений.

#### *Алгоритм температурной компенсации ГМИ-датчика с помощью ТДС*

В работе [10] представлен высокочувствительный ГМИ-датчик на основе аморфного микропровода  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  с чувствительностью менее 0,1 нТл на частоте 1 Гц. Однако данные характеристики достигнуты в лабораторных условиях при стабильной температуре. Калибровочное уравнение имеет вид:

$$U_{\text{вых}} = B \cdot \alpha + U_0 \quad (5.7)$$

где  $U_{\text{вых}}$  – выходное напряжение (В);  $B$  – магнитная индукция (нТл);  $\alpha$  – чувствительность датчика (В/нТл);  $U_0$  – смещение нуля (В).

При повышенных температурах параметры датчика изменяются, что приводит к систематическим погрешностям. В этих условиях калибровочное уравнение:

$$U_{\text{вых}} = B \cdot (\alpha + \Delta\alpha) + (U_0 + \Delta U_0) \quad (5.8)$$

где  $\Delta\alpha$  и  $\Delta U_0$  – температурные поправки, учитывающие изменения чувствительности и смещения нуля при отклонении от комнатной температуры.

Для определения температурных зависимостей параметров ГМИ-датчика проведен калибровочный эксперимент. Датчик размещался в соленоиде, создающем постоянное магнитное поле. Нагрев осуществлялся в печи в диапазоне от 20 до 80 °С. Температура измерялась с помощью ТДС. Методика включала: установку фиксированного значения магнитной индукции, плавный нагрев, синхронную регистрацию выходного напряжения ГМИ-датчика и температуры. Процедура повторялась для двух значений магнитной индукции:  $B_1 = 0$  нТл и  $B_2 = + 95200$  нТл. Полученные зависимости выходного напряжения ГМИ-датчика от температуры представлены на рисунке 5.6.

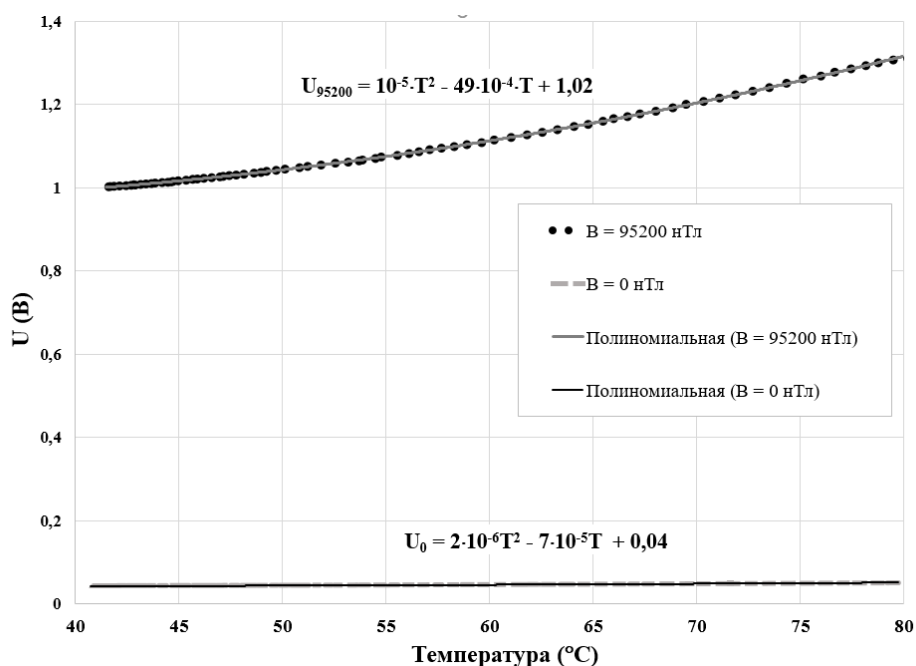


Рисунок 5.6 – Выходные сигналы датчика  $U_{\text{вых}}$  в зависимости от температуры при двух фиксированных значениях магнитного поля

Анализ экспериментальных данных показал, что зависимости  $U_{\text{вых}}$  от температуры имеют нелинейный характер и адекватно описываются полиномиальной моделью второго порядка (коэффициент детерминации  $R^2 > 0,999$ ):

$$U_{\text{вых}}(T, B) = A_2(B_i) \cdot T^2 + A_1(B_i) \cdot T + A_0(B_i) \quad (5.9)$$

где  $A_2$ ,  $A_1$ ,  $A_0$  – коэффициенты, зависящие от магнитной индукции;  $T$  – температура, °С.

Для расчета коэффициентов  $A_i$  при произвольных значениях магнитной индукции  $B$ , лежащих в диапазоне между калибровочными точками, применена линейная интерполяция. Зависимость коэффициентов от величины магнитной индукции описывается линейной функцией:

$$A_i(B) = C_1 \cdot B + C_0 \quad (5.10)$$

где  $C_1$  характеризует чувствительность параметра  $A_i$  к изменению магнитного поля,  $C_0$  – его значение при нулевой индукции. Коэффициенты  $C_1$  и  $C_0$  определены по двум калибровочным точкам ( $B_1 = 0$  нТл и  $B_2 = 95200$  нТл) для каждого параметра:

$$A_2(B) = 1,268 \cdot 10^{-9} \cdot B - 2,362 \cdot 10^{-6} \quad (5.11)$$

$$A_1(B) = -6,569 \cdot 10^{-8} \cdot B + 3,024 \cdot 10^{-4} \quad (5.12)$$

$$A_0(B) = 1,065 \cdot 10^{-5} \cdot B + 2,835 \cdot 10^{-2} \quad (5.13)$$

Подстановка выражений (5.11)–(5.13) в уравнение (5.9) и группировка членов по переменной  $B$  позволяет получить универсальное калибровочное уравнение, описывающее зависимость выходного напряжения:

$$U_{\text{вых}} = B \cdot \alpha(T) + U_0(T), \quad (5.14)$$

где  $\alpha(T) = 1,268 \cdot 10^{-9} T^2 - 6,569 \cdot 10^{-8} T + 1,065 \cdot 10^{-5}$ ;

$U_0(T) = -2,362 \cdot 10^{-6} T^2 + 3,024 \cdot 10^{-4} T + 2,835 \cdot 10^{-2}$ .

Физический смысл полученных функций:  $\alpha(T)$  – температурно-зависимая чувствительность датчика (В/нТл);  $U_0(T)$  – температурно-зависимое смещение нуля (В).

Уравнение (5.14) описывает прямую задачу калибровки – расчет  $U_{\text{вых}}$  по известным значениям  $B$  и  $T$ . При практическом применении решается обратная задача – определение магнитной индукции по измеренным  $U_{\text{вых}}$  и  $T$ :

$$B = \frac{U_{\text{вых}} - U_0(T)}{\alpha(T)} \quad (5.15)$$

### ***Влияние температуры на параметры ГМИ-датчика***

Для количественной оценки влияния температуры на параметры ГМИ-датчика проведены прямые измерения калибровочных характеристик. Калибровочные кривые  $U_{\text{вых}}(B)$  измерены при двух температурах:  $T = +40$  °С и  $T = +80$  °С в пяти контрольных точках магнитной индукции:  $B = \pm 95200$  нТл,  $\pm 51000$  нТл и  $0$  нТл (рисунок 5.7). Результаты показывают, что при нагреве от  $40$  °С до  $+80$  °С чувствительность датчика увеличивается на  $\Delta\alpha = 0,33 \cdot 10^{-5}$  В/нТл (+ 33 %), а смещение нуля – на  $\Delta U_0 = +0,5$  мВ (+ 1,3 %). Доминирующим эффектом является изменение чувствительности, что приводит к систематической погрешности измерения магнитной индукции  $\sim 33$  % при использовании калибровки для  $40$  °С при температуре  $80$  °С.

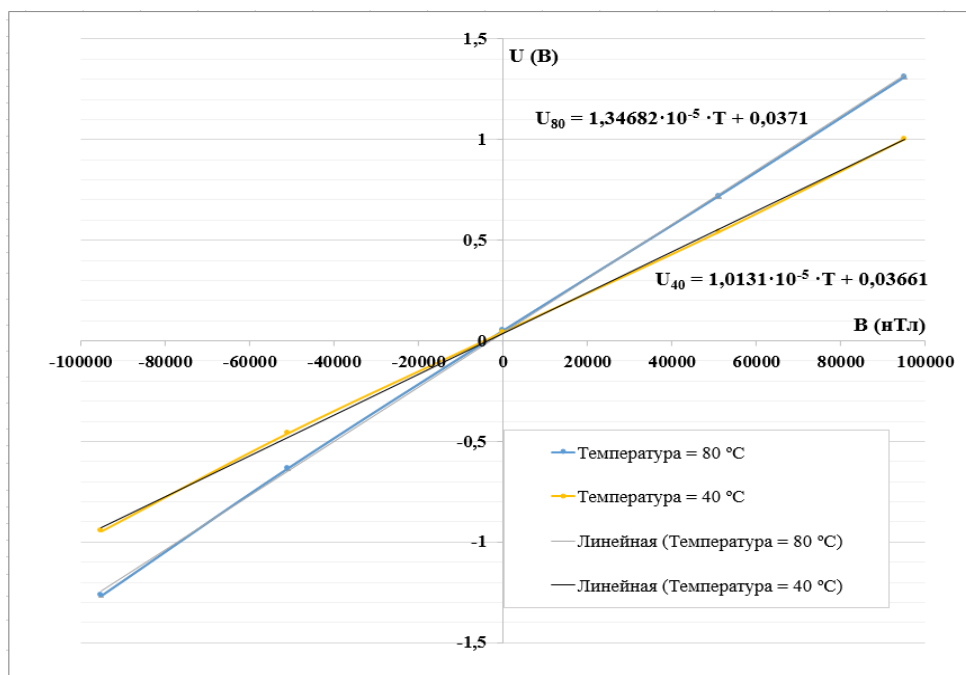


Рисунок 5.7 – Калибровочные кривые ГМИ-датчика при комнатной (+ 40 °C) и повышенной (+ 80 °C) температурах

### Проверка калибровочного уравнения

Для проверки алгоритма при температуре 80 °C по измеренным значениям  $U_{\text{вых}}$  с использованием формулы (5.15) рассчитаны значения магнитной индукции. Сравнение с эталонными значениями представлено в таблице 5.3.

Таблица 5.3 – Сравнение измеренных и рассчитанных значений B при 80 °C

№	$U_{\text{вых}}, \text{В}$	$B_{\text{эталон}}, \text{нТл}$	$B_{\text{расч}}, \text{нТл}$	$\Delta B, \text{нТл}$	$\delta, \%$
1	1,35	95200	95011	- 189	0,20
2	0,72	51000	51276	+ 276	0,54
3	0,04	0	2169	+ 2169	-
4	- 0,65	- 51000	- 50709	+ 291	0,57
5	- 1,31	- 95200	- 94825	+ 375	0,39

Разработанный алгоритм температурной компенсации позволяет определить значения магнитного поля с относительной погрешностью не более 0,57 %. Полученные результаты подтверждают применимость предложенного метода для компенсации температурного дрейфа ГМИ-датчика с помощью ТДС.

## **Основные результаты и выводы**

Установлены механизмы влияния структурно-фазовых превращений на электрические характеристики микропроводов  $\text{Co}_{73-x}\text{Fe}_4\text{Cr}_x\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$  (где  $x = 0, 2, 4$  ат. %):

- При кристаллизации микропроводов происходит снижение удельного электросопротивления на 15–40 % и увеличение температурного коэффициента сопротивления примерно в 10 раз (в диапазоне 20–80 °С). Эти изменения обусловлены формированием высокопроводящих кристаллических фаз ГПУ-Со, ГЦК-Со и боридов  $\text{Co}_2\text{B}$ ,  $\text{Co}_{23}\text{B}_6$ , что приводит к переходу от рассеяния электронов на структурном беспорядке (аморфное состояние) к доминированию фононного механизма рассеяния (кристаллическое состояние).

- Уменьшение содержания хрома с 4 до 0 ат. % в кристаллизованных микропроводах приводит к возрастанию температурного коэффициента сопротивления (ТКС) в 5 раз (с 265 до 1350 ppm/°С в диапазоне 20–80 °С) и снижению удельного сопротивления в 1,7 раза (с  $1,18 \cdot 10^{-6}$  до  $0,68 \cdot 10^{-6}$  Ом·м при 20 °С). Механизм связан с заменой боридов  $\text{Co}_{23}\text{B}_6$  на  $\text{Co}_2\text{B}$ , что приводит к формированию более упорядоченной кристаллической структуры и удалению примесных атомов Cr. Это обуславливает переход к доминированию фононного рассеяния над примесным (увеличение ТКС) и снижение общего уровня рассеяния носителей заряда (уменьшение удельного сопротивления).

2. Разработана конструкция и изготовлен температурный датчик сопротивления (ТДС) на основе кристаллизованного микропровода  $\text{Co}_{73}\text{Fe}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ . ТДС характеризуется рабочим диапазоном 20–80 °С, стабильностью показаний  $\pm 0,2$  °С и номинальным сопротивлением  $R_{20} \approx 30$  Ом (при 20 °С). Основными преимуществами являются компактные габариты (14×5×2 мм) и быстрый температурный отклик (менее 1 с), обеспечиваемый малым чувствительным элементом ( $L \approx 10$  мм,  $d \approx 18$  мкм) с низкой тепловой инерцией.

3. С использованием разработанного ТДС предложена методика экспериментального определения коэффициента теплопроводности композиционных материалов. Верификация проведена на композитах на основе бутадиен-нитрильного каучука с содержанием нитрида бора 40,48–63,64 масс. %. Полученные значения коэффициентов теплопроводности (1,05–1,80 Вт/(м·К)) показывают относительное отклонение от значений, полученных эталонным методом лазерной вспышки, менее 4 %.

4. С использованием разработанного ТДС предложена методика компенсации температурной зависимости высокочувствительных магнитоимпедансных датчиков (чувствительность менее 0,1 нТл на частоте 1 Гц), позволяющая расширить их рабочий диапазон до 20–80 °С без дополнительных калибровок. Верификация показала, что относительная погрешность измерения магнитной индукции составляет менее 1 %.

## Список использованных источников

1. Vazquez, M. Magnetic microwires for sensor applications / M. Vazquez, H. Chiriac, A. Zhukov [et al.] // *Physica Status Solidi (A)*. – 2011. – Vol. 208, No. 3. – P. 493–501.
2. Gudoshnikov, S. On the temperature dependence of the magnetic field sensitivity of a GMI sensor / S. Gudoshnikov, N. Usov, A. Nozdrin [et al.] // *Physica Status Solidi (A)*. – 2014. – Vol. 211, No. 5. – P. 980–985.
3. Салем, М. М. Влияние температурного воздействия на магнитные свойства аморфных и нанокристаллических микропроводов / М. М. Салем, М. Г. Неъматов, А. Уддин [и др.] // *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия физико-технических наук*. – 2016. – № 4. – С. 98–103.
4. Popova, A. V. Research of Thermal Stability of Amorphous Magnetic Microwires for Temperature Sensors / A. V. Popova, V. I. Odintsov, I. V. Kozlov [et al.] // *KnE Materials Science*. – 2018. – Vol. 3, No. 4. – P. 323–329.
5. Popova, A. V. Crystalline magnetic microwires for temperature sensors / A. V. Popova, V. I. Odintsov, S. A. Menshov [et al.] // *Intermetallics*. – 2018. – Vol. 99. – P. 39–43.
6. Varga, R. Magnetically Bistable Microwires: Properties and Applications for Magnetic Field, Temperature, and Stress Sensing / R. Varga, P. Klein, R. Sabol [et al.] // *High Performance Soft Magnetic Materials* / ed. by A. Zhukov. – Cham: Springer, 2017. – P. 169–212. – (Springer Series in Materials Science; Vol. 252). – DOI: 10.1007/978-3-319-49707-5\_8.
7. Джумъазода, А. Разработка методов оптимизации термомагнитных свойств аморфных микропроводов и построение миниатюрных сенсоров на их основе: автореферат дис. ... канд. техн. наук: 05.27.06 – Москва, 2019. – 24 с.
8. Датчик измерения температуры ТМ-232. – URL: <https://priborpostavka.ru/item/datchik-izmereniya-temperature-tm-232> (дата обращения: 11.02.2026).
9. Датчик измерения температуры ТП-110А. – URL: <https://priborpostavka.ru/item/datchik-izmereniya-temperature-tp-110a> (дата обращения: 11.02.2026).
10. Козлов, И. В. Разработка методов формирования и контроля структурно-фазовых состояний аморфных микропроводов для применений в магнитных сенсорах на основе эффекта гигантского магнитоимпеданса: автореферат дис. ... канд. физ.-мат. наук – Москва, 2025. – 27 с.