Vplyv teploty na Barkhausenov šum v Co a Gd

Miroslav Neslušan, prof. Dr. Ing.*

Katedra obrábania a výrobnej techniky, Strojnícka fakulta, Žilinská univerzita v Žiline, Univerzitná 1, 010 26 Žilina. E-mail: miroslav.neslusan@fstroj.uniza.sk, Tel.: + 421 41 513 2785

Jakub Čížek, prof. Mgr., PhD.

Katedra fyziky nízkých teplot, Matematicko-fyzikální fakulta, Univerzita Karlova, V Holešovičkách 747/2, 180 00 Praha 8. E-mail: jakub.cizek@mff.cuni.cz, Tel.: + 420 951552788

Anna Mičietová, prof. Ing., PhD.

Katedra obrábania a výrobnej techniky, Strojnícka fakulta, Žilinská univerzita v Žiline, Univerzitná 1, 010 26 Žilina. E-mail: anna.micietova@fstroj.uniza.sk, Tel.: + 421 41 513 2781

Mária Čilliková, doc. Ing., PhD.

Katedra obrábania a výrobnej techniky, Strojnícka fakulta, Žilinská univerzita v Žiline, Univerzitná 1, 010 26 Žilina. E-mail: maria.cillikova@fstroj.uniza.sk, Tel.: + 421 41 513 2784

Influence of temperature on Barkhausen noise in Co a Gd

Abstract: The present paper deals with *Barkhausen noise* emission in *Gd. Barkhausen noise* emission was investigated in the temperature range mainly below the *Gd Curie temperature* when the spontaneous magnetization in *Gd* occurs. *Barkhausen noise* from the heavy rare-earth *Gd* is compared with *Barkhausen noise* emission from the transition metal *Co* measured at the same magnetizing and other conditions. This study demonstrates that *Barkhausen noise* emitted from *Gd* is much weaker than that originating from *Co*. This is a consequence of different spin exchange interaction among the neighbouring atoms, domain wall thickness as a well as domain wall energies. Moreover, *Barkhausen noise* is temperature sensitive especially for *Gd* sample as a result of the altering magneto-crystalline anisotropy.

Keywords: Barkhausen noise, temperature, ferromagnetic materials, rare earths.

ÚVOD

Cyklické premagnetovávanie feromagnetických materiálov spôsobuje nevratné a nekontinuálne skoky doménových stien. Tieto skoky sú spôsobené stien kolíziou doménových defektmi S kryštalografickej mriežky ako sú precipitáty, dislokácie, neferomagnetické fázy a iné. Tento jav sa nazýva Barkhausenov šum (MBN) a využíva sa predovšetkým pri monitorizácii v priemysle komponentov po brúsení s ohľadom na ich tepelné popustenie. MBN je citlivý na zmenu napäťového stavu, zmeny štruktúry, distribúcie karbidov, dislokačnej hustoty a podobne. Tento jav je možné použiť na analýzu telies, ktoré sú feromagnetické [1, 2] alebo počas procesov sa v nich inicializuje feromagnetická fáza [3, 4].

Najčastejšie na MBN využíva pri monitorovaní komponentov vyrobených z Fe zliatin. Štúdium MBN v Co a Ni, prípadne ich feromagnetických zliatinách je realizované vo veľmi obmedzenej miere. Okrem toho úplne absentujú poznatky z oblasti feromagnetizmu takých materiálov ako sú Gd, Tb, Dy a podobne. Tieto materiály sú taktiež feromagnetické, avšak iba pri teplotách hlboko pod 273 K s výnimkou Gd, u ktorého je Currieho teplota približne 291 K. Vyššie uvedené kovy vzácnych zemín a iné majú obvykle hexagonálnu mriežku a pri prechode z paramagnetického do feromagnetického stavu sa u nich inicializuje jednoosová magnetokryštalická anizotropia, kedy je os ľahkej magnetizácie totožná s výškou hexagonálnej mriežky (teda parametrom c) [5, 6]. Fe a Ni sú matrice s dvojosovou magnetokryštalickou anizotropiou, avšak Co má z hľadiska magnetokryštalickej anizotropie rovnaké usporiadanie ako kovy vzácnych zemín, čo súvisí s tým, že mriežka Co je taktiež hexagonálna. Tento článok predstavuje pilotnú štúdiu v oblasti MBNkovov vzácnych zemín a sústreďuje sa na meranie MBN ako funkciu teploty pre Gd. Pre porovnanie je v článku aj MBN pre Co, ktorý má rovnaký typ mriežky a teda aj magnetické usporiadanie.

1 PODMIENKY EXPERIMENTOV

Experimenty boli realizované na čistom Gd (99,9%) a Co (99,9%). Disky kruhového prierezu s priemerom 12 mm a hrúbkou 1 mm boli odrezané z tyče rovnakého priemeru a následne žíhané. V prípade Co bola vzorka žíhaná pri teplote 1000 °C počas 1 h vo vákuu. V prípade Gd bola meraná vzorka jednak po narezaní z tyče a aj po žíhaní taktiež vo vákuu pri teplote 850 °C počas 1 h.

MBN bolo merané s použitím zariadenia RollScan 350 MicroScan 500 a softvéru (*Umag* = 16 V, *fmag* = 125 Hz, snímač S1-18-12-01, MBN pulzy vo frekvenčnom rozsahu od 10 kHz do 1000 kHz). MBN reprezentuje jej efektívnu (rms) hodnotu. Všetky MBN parametre boli získané z 10 MBN premagnetizácií a teda päť hysteréznych slučiek. Okrem toho boli extrahované a analyzované obálky MBN a z nich hodnoty Peak Position (PP) a FWHM (Full Width at Half Maximum). PP reprezentuje polohu maxima MBN obálkv v magnetickom poli. MBN bolo merané v teplotnom rozsahu od 235 K do 300 K. Ochladzovanie vzoriek prostredníctvom realizované bolo Peltierovho článku. Teplota vzorky bola meraná prostredníctvom PT100 termočlánku.

2 VÝSLEDKY EXPERIMENTOV

Obrázok 1 ukazuje ako sa mení MBN ako funkcia teploty. Pokiaľ MBN pre Co vykazuje mierny pokles, MBN pre Gd a to v žíhanom ako aj nežíhanom stave vykazujú s poklesom teploty nárast. Tento nárast ale pomerne rýchlo saturuje a vzorka Gd v žíhanom stave vykazuje mierny pokles pre najnižšie teploty.



Obr. 1. MBN ako funkcia teploty

Obrázok 1 taktiež ukazuje, že *MBN* pre *Gd* v stave žíhanom je menší, ako v stave nežíhanom, čo súvisí s poklesom dislokačnej hustoty v matrici po žíhaní a teda menšou opozíciou, ktorú kladie matrica voči pohybu doménových stien.



Obr. 2. MBN obálky pre Gd - žíhané



Obr. 3. MBN obálky pre Co

Obrázok 1 taktiež ukazuje, že nad teplotou 291 K v prípade Gd je MBN nulový, keďže matrica prechádza do paramagnetického. stavu a doménové steny sa vytrácajú. Obálky MBN (obr. 2 a obr. 3) a hodnoty (obr. 4) poskytujú informácie PP o magnetickej tvrdosti, ktorá často korešponduje s mechanickou. V prípade Gd dochádza k postupnému nárastu PP čo súvisí s rastúcou hodnotou K_1 (prvej konštanty magnetokryštalickej anizotropie) [7]. Hodnoty PP pre žíhanú vzorku sú menšie ako pre nežíhané, keďže dislokačná hustota doménových je menšia a pohyb stien ie inicializovaný pri nižšom magnetickom poli. V prípade Co sa PP v podstate nemení v celom rozsahu teplôt a PP hodnoty sú vyššie ako je tomu v prípade Gd vzoriek. Až pri nižších teplotách a vzorky Gd - žíhanú sú PP hodnoty porovnateľné. Obrázok 4 ukazuje, že hodnoty PP pod teplotou 250 K prudko rastú. Tento nárast je spôsobený tým, že K_1 klesá a pri teplotách približne 230 K dosahuje 0 a následne mení znamienko [7].

Hodnoty *FWHM*, ako ich ukazuje obr. 5 sa menia v rozsahu meraných teplôt podobne ako je tomu v prípade parametra *PP*. Do teploty 250 K sa výraznejšie nemenia a následne rastú (v prípade *Gd*). Hodnoty *FWHM* pre *Gd* nežíhanú vzorku sú mierne vyššie ako tie pre žíhanú. *FWHM* pre *Co* sa v teplotou nemení, keďže K_1 pre *Co* sa nachádza len oblasti kladných hodnôt [8].



Obr. 4. PP ako funkcia teploty



Obr. 5. FWHM ako funkcia teploty



Obr. 6. Distribúcia MBN pulzov ako funkcia teploty pre Co

Distribúcia amplitúdy detegovaných *MBN* pulzov sa s teplotou pre *Co* výraznejšie nemení ako to ukazuje

obr. 6. Na druhej strane, tesne pod kritickou teplotou 291 K je amplitúda pulzov pre *Gd* pomerne malá a v spektre sa vyskytujú len slabé pulzy, pretože matrica je z feromagnetického pohľadu v metastabilnom stave medzi feromagnetizmom a paramagnetizmom. Väčšina *MBN* pulzov v oblasti amplitúd, kde distribúcia dosahuje maximum, pochádza zo samotného senzora (obr. 7 a obr. 8).



Obr. 7. Distribúcia MBN pulzov ako funkcia teploty preGd - nežíhané



Obr. 8. Distribúcia *MBN* pulzov ako funkcia teploty pre *Gd* - žíhané



Obr. 9. Hrúbka doménovej steny ako funkcia teploty

V prípade, že celá matrica je vo feromagnetickom stave, v spektre *MBN* pulzov sa vyskytuje už veľký počet pomerne silných pulzov až do 1,5 V. Tento faktor je daný nielen samotným feromagentizmom, ale aj tým, že do týchto pulzov prispieva oveľa viac doménových stien a taktiež sa zlepšuje "komunikácia" medzi jednotlivými doménami počas premagnetovávania.



Obr. 10. Energia doménovej steny ako funkcia teploty

Magnetické vlastnosti čistých kovov sú pomerne dobre preskúmané a teda je možné realizovať aj výpočty takých aspektov ako je hrúbka a energia doménových stien a to aj ako funkcia teploty [7, 8] (obr. 9 a obr. 10). Tieto analýzy ako aj ďalšie merania ukazujú, že *MBN* klesá, keď klesá energia doménových stien a rastie ich hrúbka. Výrazne sa do tohto aspektu premieta veľkosť K_1 a jej zmeny, obzvlášť v prípade *Gd.* Ak K_1 prechádza nulou a mení sa z kladnej na zápornú, tak doménová stena je teoreticky nekonečne široká a má nulovú energiu. *MBN* pri tomto prechode dosahuje minimum a následne opäť rastie.

ZÁVER

Analýza MBN v prípade kovov vzácnych zemín ako je aj Gd si vyžaduje skúmať tieto materiály v oblasti nízkych teplôt. Obzvlášť rozsah teplôt okolo 230 K je veľmi zaujímavý čo súvisí s výraznými zmenami súvisiacimi s energiou a hrúbkou doménových stien. ako aj v súvislosti s tým, že pri malých hodnotách K_1 dominujú K_2 a K_3 čo je pomerne vzácny jav. V súvislosti s tým aj ľahká os magnetizácie nie je orientovaná pozdĺž smeru c hexagonálnej mriežky, ale výrazne sa odkláňa, pričom tento odklon je pomerne výrazný a ovplyvňuje aj samotný pohyb doménových stien, charakter premagnetovávania a teda aj MBN. Obdobné prechodové javy sa vyskytujú aj pri iných kovoch vzácnych zemín alebo napríklad Heuslerových zliatinách. Takýto výskum si ale vyžaduje ochladzovať vzorky až do teplôt tekutého hélia.

Pod'akovanie

Táto štúdia vznikla s finančnou podporou VEGA projektu č. 1/0052/22.

LITERATÚRA

[1] MIČÚCH, M. et al. (2014): *Micro magnetic* study of cutting conditions and grinding wheel wear influence on surface integrity. In: Manufacturing Technology, Vol. 14, p. 66-71.

[2] NESLUŠAN, M. et al. (2017): Monitoring of grinding burn via Barkhausen noise emission in case-hardened steel in large-bearing production. In: Journal of Mater. Proc. Technol., Vol. 240, p.104-117.

[3] KLEBER, X. - BARROSO, S. P. (2010): Investigation of shot-peened austenitic stainless steel 304L by means of magnetic Barkhausen noise. In: Mater. Sci. Eng. A., Vol. 527, p. 6046-6052.

[4] HAUŠILD, P. et al. (2013): Characterization of strain-induced martensitic transformation in A301 stainless steel by Barkhausen noise measurement. In: Mater. Design, Vol. 44, p. 548-554.

[5] JILES, D. (2016): *Introduction to magnetism and magnetic materials*. Third ed. Taylor & Francis Group, New York.

[6] CULLITY, B. D. - GRAHAM, C. D. (2009): *Introduction to the magnetic materials*. Second ed. IEEE Press, New Jersey.

[7] CORNER, W. D. - ROE, W. C. - TAYLOR, K. N. R. (1962): *The magnetocrystalline anisotropy of gadolinium*. In: Proc. Phys. Soc., Vol. 80, p. 927-933.

[8] ONO, F. - MAETA, H. (1989): *Thermal expansion and magnetocrystalline anisotropy in HPC cobalt.* In: Phys. B, Vol. 161, p. 134-138.