

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ

---

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Национальный исследовательский  
технологический университет «МИСиС»

Турутин Андрей Владимирович

МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В КОМПОЗИТНЫХ  
МУЛЬТИФЕРРОИКАХ НА ОСНОВЕ БИДОМЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА  
ЛИТИЯ

Специальность:

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

к.ф.-м.н., доцент,

Кобелева С.П.

Научный консультант:

Dr. rer. nat., профессор,

Соболев Н.А.

Москва, 2021

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Композитные мультиферроики – это структуры, в компонентах которых по отдельности существуют ферромагнитное и сегнетоэлектрическое упорядочение [1]. Магнитоэлектрический (МЭ) эффект в композитных мультиферроиках возникает за счёт упругой связи между магнитострикционным и пьезоэлектрическим (ПЭ) материалами. Термин «МЭ эффект» описывает влияние намагниченности на электрическую поляризацию образца (прямой МЭ эффект) и наоборот, влияние электрической поляризации на намагниченность (обратный МЭ эффект) [2].

В настоящее время отмечается значительный всплеск публикационной активности по композитным мультиферроикам. Так, поиск по ключевым словам «composite multiferroic» в наукометрической базе данных Web of Science Core Collection показывает ежегодный рост количества публикаций и цитирований на 10 - 15% с 2010 г. Такой интерес к композитным мультиферроикам связан, в первую очередь, с возможностью изготовления на их основе устройств, обладающих уникальными свойствами, таких как микроволновые фазовращатели, электронно-настраиваемые СВЧ-резонаторы и линии задержки, системы сбора бросовой тепловой энергии, МЭ энергонезависимая память, микромеханические МЭ антенны, МЭ гираторы и сверхчувствительные сенсоры магнитных полей [3, 4]. Слоистые МЭ композиты, содержащие параллельные друг другу механически связанные магнитострикционные и ПЭ слои, способны генерировать большой электрический сигнал в ответ на слабые изменения внешнего магнитного поля [5, 6].

Одним из наиболее перспективных и близких к практической реализации направлений является создание на основе композитных мультиферроиков высокочувствительных сенсоров сверхслабых магнитных полей [7]. Отсутствие необходимости охлаждения таких сенсоров является значительным техническим преимуществом перед безальтернативно применяемыми сейчас для этих целей сверхпроводящими квантовыми интерферометрами (СКВИДами). Очевидно, что датчики магнитного поля на основе композитных мультиферроиков не могут полноценно заменить СКВИДы, способные детектировать отдельные кванты магнитного потока [8]; однако существует ряд приложений, в которых использование сенсоров магнитного поля на основе композитных мультиферроиков является оправданным. К таким областям применения можно отнести высокочувствительные миниатюрные магнитометры промышленного и исследовательского классов для бесконтактного измерения сверхслабых токов, магнитных полей в живых организмах, визуализации магнитных наночастиц, измерения магнитных аномалий, магнитной геологоразведки и др.

На сегодняшний день с помощью датчиков на основе композитных мультиферроиков достигнут предел детектирования магнитных полей порядка единиц  $\text{пТл/Гц}^{1/2}$ , причем регулярно выходят новые работы, снижающие этот порог за счет совершенствования обрабатывающей

электроники и изменения конструкции датчика [9]. Такой чувствительности достаточно для детектирования магнитных полей, индуцируемых токами  $\alpha$ -ритма головного мозга с амплитудами в единицы пТл (магнитоэнцефалография) и токами, протекающими в сердце человека (магнитокардиография) [7, 10]. С другой стороны, для исследования активности коры головного мозга необходимо уметь с высокой степенью достоверности измерять магнитные поля, на 1 - 2 порядка меньшие. В настоящий момент такой уровень чувствительности датчика на основе композитного мультиферроика не реализован ни одним из исследовательских коллективов мира.

Для достижения высокой чувствительности к магнитному полю на низких частотах МЭ датчики должны обладать большим коэффициентом преобразования магнитного поля в электрическое, а также низкими внутренним и внешним уровнями шума. Подавляющее большинство научных коллективов, занимающихся изготовлением и изучением свойств композитных мультиферроиков, применяют материалы на основе пьезокерамики типа PZT (цирконат-титанат свинца) или сегнетоэлектриков-релаксоров типа PMN-PT (ниобат магния-свинца - титанат свинца). Несмотря на выдающиеся ПЭ характеристики, эти материалы обладают рядом недостатков, таких как низкая температура Кюри, значительный механоэлектрический гистерезис, ползучесть (временная задержка между механической деформацией и электрическим сигналом и насыщение), нелинейная зависимость свойств от температуры и большие диэлектрические потери. Являясь многокомпонентными твердыми растворами, вышеперечисленные вещества могут сильно различаться по своим свойствам у различных производителей, а управление сегнетоэлектрической доменной структурой и электропроводностью становится сложной технической задачей. Использование PZT или PMN-PT с высокими значениями ПЭ модулей  $d_{ij}$  позволяет получить высокий коэффициент преобразования механической деформации в электрический сигнал; однако в то же время, вследствие огромных величин диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  и, следовательно, большой емкости, генерируемое посредством ПЭ эффекта напряжение будет относительно небольшим. Таким образом, эффективность преобразования механической деформации в электрический сигнал определяется, в частности, соотношением  $d/\epsilon$  [11, 12].

Одним из перспективных подходов к получению больших коэффициентов преобразования энергии магнитного поля в электрический сигнал является использование ПЭ монокристаллов со средними по величине значениями пьезомодулей, но с низкими механическими и диэлектрическими потерями. Интересным вариантом для этой цели являются монокристаллы классических  $180^\circ$ -ных сегнетоэлектриков, таких как ниобат лития ( $\text{LiNbO}_3$ , LN) и танталат лития ( $\text{LiTaO}_3$ , LT) [13, 14]. Эти материалы демонстрируют превосходную температурную стабильность, имеют высокие температуры Кюри ( $1140^\circ\text{C}$  у LN и  $620^\circ\text{C}$  у LT), не обладают ползучестью и механоэлектрическим гистерезисом [15]. При этом ниобат лития и

танталат лития выпускаются промышленностью в больших объемах и обладают отличной воспроизводимостью свойств.

Чувствительность МЭ датчика лимитируется, в основном, собственным шумом, в котором доминируют тепловой шум Найквиста и  $1/f$ -шум [12]. Тепловой шум может быть сведен к минимуму за счет использования соответствующих схем детектирования слабого выходного сигнала от МЭ структур [16]. Правильно спроектированные схемы детектирования, основанные на усилителях напряжения или заряда, должны иметь амплитуду шума на уровне предела чувствительности данных компонентов [17, 18]. С другой стороны, внешние шумы, вызванные вибрациями пьезоэлектрика, пьезоэлектрическим эффектом и магнитными источниками требуют более сложных стратегий борьбы с ними [19].

Известно, что асимметричные двухслойные системы, содержащие механоэлектрический преобразователь биморфного типа, показывают особенно большие МЭ коэффициенты при изгибном резонансе [20]. При этом для значительного увеличения МЭ эффекта на низких частотах можно закреплять биморф в виде консоли [21]. Кроме увеличения чувствительности на низких частотах и повышения МЭ коэффициента, такая конфигурация способна частично компенсировать вибрационные и тепловые шумы [12].

Обычно биморфные ПЭ структуры изготавливают путем склеивания или спекания вместе ПЭ пластин на основе PZT [22]. Такая методика приводит к появлению межфазных границ и клеевых слоёв, из-за чего возникают большие механические потери и нестабильность свойств материала. С этой точки зрения преимуществом LN и LT является возможность получения на их основе монокристаллических биморфов, не содержащих клеевого слоя или межкристаллитной границы, за счет создания встречно поляризованных сегнетоэлектрических бидоменных структур типа «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту» [23]. Бидоменные кристаллы получают с помощью импульсного инфракрасного отжига, сопровождающегося возникновением в объеме образца заданного градиента температуры и, как следствие, внутреннего электрического поля, поляризующего домены навстречу друг другу [15]. Применение бидоменного кристалла в качестве ПЭ части композитного мультиферроика исключает потери, связанные с границей спекания или склеивания в ПЭ материале.

Для того, чтобы увеличить чувствительность МЭ композитных мультиферроиков к сверхслабым низкочастотным магнитным полям, в настоящей работе было предложено использовать бидоменные кристаллы LN, соединенные с магнитострикционными слоями метгласа (аморфного металлического сплава) для создания композитных мультиферроиков. Метглас был выбран по нескольким причинам: высокое значение пьезомагнитного коэффициента, низкое поле насыщения магнитострикции, коммерческая доступность, потенциал миниатюризации (возможность создания тонких плёнок данного материала методом магнетронного распыления или лазерной абляции). Для увеличения МЭ эффекта можно использовать низкочастотный изгибный электромеханический (ЭМ) резонанс композитных

структур. Анизотропия свойств бидоменных кристаллов LN также имеет большой потенциал для увеличения МЭ эффекта в композитных мультиферроиках. В работе были проведены исследования МЭ эффекта в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.

Исследования выполнялись на базе НИТУ «МИСиС» в рамках НИР, поддержанных по следующим проектам:

- грант РНФ № 18-79-10265 «Исследование композитных мультиферроиков на основе сегнетоэлектрических монокристаллов с целью создания высокочувствительных магнитных сенсоров, в том числе для медицинских приборов» (2018-2021 гг.);
- грант РФФИ Экспансия № 20-12-50229\20 «Сверхчувствительные магнитоэлектрические сенсоры магнитных полей для биомедицинских применений» (2020-2021 гг.);
- Государственное задание проект № 0718-2020-0031 «Новые магнитоэлектрические композитные материалы на основе оксидных сегнетоэлектриков с упорядоченной доменной структурой: получение и свойства» (2020-2023 гг.);
- грант УМНИК Фонда содействия инновациям № 11028ГУ/2016 «Разработка векторного датчика магнитного поля на основе мультиферроиков» (2017-2019 гг.).

### **Цели работы**

Создание новых композитных мультиферроиков на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, разработка методов их теоретического описания, исследование МЭ эффекта, установление основных физических процессов, влияющих на предел чувствительности к низкочастотным сверхслабым магнитным полям в данных структурах, и разработка оптимальной конструкции МЭ сенсора на их основе.

### **Для достижения поставленной цели решались следующие задачи**

1. Теоретическое описание МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.
2. Анализ фундаментальных основ возникновения шумов в композитных мультиферроиках.
3. Теоретическое описание эквивалентного магнитного шума в МЭ композитных материалах на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.
4. Сравнение МЭ эффекта в композитных структурах, изготовленных на основе ПЭ подложек LN с монодоменной, бидоменной и биморфной структурой.
5. Экспериментальное исследование анизотропного прямого МЭ эффекта и эквивалентного магнитного шума в композитных структурах на основе бидоменных кристаллов LN y+128°-среза / метгласа.

6. Исследование МЭ эффекта в композитной структуре на основе бидоменного кристалла LN y+140°-среза / метгласа.

7. Разработка структуры МЭ сенсора на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, позволяющей подавлять паразитные вибрационные и тепловые шумы, не уменьшая МЭ сигнал от сенсора.

### **Объекты и методы исследования**

В качестве объекта исследования были выбраны композитные мультиферроики на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа. В данных материалах были проведены измерения величины прямого МЭ коэффициента в зависимости от напряженности постоянного магнитного поля и от частоты переменного магнитного поля. Был измерен импеданс исследуемых структур с целью определения ёмкости, тангенса угла диэлектрических потерь, резонансных частот, эффективного коэффициента электромеханического преобразования и механической добротности образцов. Данные измерения проводились с помощью синхродетектора при подаче на образец переменного сигнала и одновременного измерения тока в цепи и падения напряжения на структуре. Измерения МЭ коэффициента и предела чувствительности к магнитному полю изучаемых МЭ образцов производились на созданной в рамках диссертационной работы измерительной системе, состоящей из катушек Гельмгольца, усилителя мощности и синхродетектора.

### **Основные положения, выносимые на защиту**

- Расчёт МЭ коэффициента и эквивалентного магнитного шума для композитных структур на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа.
- Оптимизация соотношения толщин ПЭ и магнитострикционной компонент в композитной структуре на основе бидоменного кристалла LN y+128°-среза / метгласа повышает максимальное значение статического МЭ коэффициента до 95 В/(см·Э) при отношении толщины ПЭ фазы к общей толщине композитной структуры  $t_p/t = 0,6$ .
- Экспериментально показано, что максимальное значение МЭ коэффициента в композитных МЭ структурах на основе бидоменных кристаллов LN выше, чем в композитном образце на основе монодоменного кристалла LN, что согласуется с расчетом МЭ коэффициента по предложенной модели.
- Динамический МЭ коэффициент в МЭ образцах на основе бидоменных кристаллов LN (y+128°-срез) со структурой «хвост-к-хвосту», полученных по технологии диффузионного отжига (ТДО), в два раза больше, чем в МЭ композитах на основе бидоменных образцов LN (y+128°-срез) со структурой «голова-к-голове» (ТДО) либо на основе биморфных кристаллов LN (y+128°-срез).

– За счёт использования анизотропии ПЭ свойств бидоменных кристаллов LN получено рекордное значение чувствительности к магнитному полю и высокое значение МЭ коэффициента.

– Предложенная конструкция композитного мультиферроика на основе бидоменных кристаллов LN  $y+128^\circ$ -среза / метгласа в форме камертона с асимметричным расположением магнитострикционных слоёв позволяет подавить паразитные акустические сигналы и усилить полезный МЭ сигнал, что приводит к увеличению чувствительности к магнитному полю.

### **Научная новизна работы**

– Впервые в качестве ПЭ слоя в композитном мультиферроике использованы бидоменные кристаллы LN.

– Разработана теоретическая модель расчёта МЭ коэффициента для композитных структур на основе моно- и бидоменных кристаллов LN / метгласа. Установлено, что МЭ коэффициент выше в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов.

– Применение в композитном мультиферроике в качестве ПЭ слоя бидоменных кристаллов LN позволяет достигать высокой чувствительности к магнитным полям на низких частотах изгибного резонанса.

– В композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN  $y+140^\circ$ -среза / метгласа получен гигантский МЭ коэффициент  $1704 \text{ В}/(\text{см}\cdot\text{Э})$ . Достигнута рекордная чувствительность к переменному магнитному полю среди композитных мультиферроиков, которая составила  $92 \text{ фТл}/\text{Гц}^{1/2}$  при комнатной температуре на частоте резонанса  $6862 \text{ Гц}$ .

– Разработан и запатентован МЭ сенсор в форме камертона на основе бидоменного кристалла LN  $y+128^\circ$ -среза / метгласа.

– Установлено, что применение МЭ сенсора с чувствительным элементом, выполненным в форме камертона, позволяет увеличить чувствительность к магнитному полю на резонансной частоте в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком. На резонансной частоте спектральные плотности магнитного шума составляли  $3 \text{ пТл}/\text{Гц}^{1/2}$  и  $20 \text{ пТл}/\text{Гц}^{1/2}$  для МЭ камертона и единичного МЭ сенсора, соответственно. Усиление шумоподавления на нерезонансных частотах составляло от 7 до 25 раз для МЭ камертона в сравнении с единичным МЭ датчиком.

### **Практическое значение полученных результатов**

Предложенная модель расчёта МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа позволяет предсказывать оптимальный срез бидоменных кристаллов LN для создания МЭ сенсоров с максимальной чувствительностью к магнитному полю. Разработанный МЭ сенсор в форме камертона на основе бидоменного

кристалла LN у+128°-среза/ метгласа позволяет увеличить чувствительность к низкочастотному магнитному полю в 6,7 раза по сравнению с единичным МЭ датчиком. Данная разработка получила патент на полезную модель (RU188677U1). В результате исследований предложена оптимальная структура композитного мультиферроика на основе бидоменного кристалла LN у+128°-среза / метгласа для создания коммерческих сенсорных систем детектирования сверхслабых магнитных полей. Использование данных сенсоров наряду со СКВИД-магнетометрами в устройствах магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии в перспективе позволит снизить стоимость такого оборудования и создаст условия для более широкого распространения и применения его в медицинской практике.

### **Личный вклад автора**

Личный вклад автора в работу состоит в разработке измерительной системы МЭ эффекта, проведении всех экспериментальных работ, подготовке композитных образцов, расчёте МЭ коэффициента в исследуемых структурах, анализе и обобщении полученных результатов, и написании статей по результатам исследований. Экспериментальные результаты были получены в Департаменте Физики Университета Авейру (Португалия), а также на кафедрах Полупроводниковой электроники и физики полупроводников и Материаловедения полупроводников и диэлектриков НИТУ «МИСиС».

### **Апробация работы**

Результаты исследований были представлены в виде докладов на следующих конференциях:

1. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Magnetoelectric Properties of Laminates Based on Y+140°-cut Bidomain Lithium Niobate Crystals. 10th International Conference of the Africa Material Research Society (AMRS 2019). Arusha, Tanzania. 10/12/2019 – 13/12/2019. Устный доклад.
2. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Suppression of acoustic and thermal noises in magnetoelectric sensors based on bidomain lithium niobite. 4th European Symposium on Intelligent Materials. Kiel, Germany, 17/06/2019 – 19/06/2019. Устный доклад.
3. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. High-sensitivity magnetic field sensors based on metglas / bidomain lithium niobate composites. EMRS 2019 Spring meeting. Nice, France 27/05/2019 – 31/05/2019. Устный доклад.
4. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Pushing of acoustic and

thermal noises in magnetoelectric sensors based on bidomain lithium niobite. 7th International Symposium on Sensor Science, Napoli, Italy, 09/05/2019 - 11/05/2019. Устный доклад.

5. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Magnetoelectric composite based on bidomain lithium niobite / metglas laminate shaped in form of a tuning fork. Fourth International Symposium on Dielectric Materials and Applications (ISyDMA 4) Amman, Jordan, 02/05/2019 – 04/05/2019. Устный доклад.

6. A.V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Yu. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, D.A. Kiselev, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. Pushing acoustic noises in magnetoelectric sensors based on bidomain lithium niobate. International Workshop on Advanced Magnetic Oxides 2019. Aveiro, Portugal, 15/04/2019 – 17/04/2019. Устный доклад.

7. A.V. Turutin, J.V. Vidal, I.V. Kubasov, A.M. Kislyuk, M.D. Malinkovich, S.P. Kobeleva and N.A. Sobolev. Sensing fT magnetic fields by magnetoelectric metglas / bidomain y+140°-cut lithium niobate composite. 2018 4th Edition Smart Materials & Surfaces conference, SMS 2018, Venice, Italy, 23/10/2018 – 25/10/2018. Устный доклад.

8. A. V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Y. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. “Sensing of pT magnetic field by magnetoelectric metglas/bidomain LiNbO<sub>3</sub> long bars”. 12th European Magnetic Sensors and Actuators Conference EMSA 2018, Athens, Greece, 01/07/2018 – 04/07/2018. Устный доклад.

9. A. V. Turutin, J. V. Vidal, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Y. N. Parkhomenko, S. P. Kobeleva, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev. “Magnetoelectric Properties of Laminates Based on Y+140°-cut Bidomain Lithium Niobate Crystals”. 12th European Magnetic Sensors and Actuators Conference EMSA 2018, Athens, Greece, 01/07/2018 – 04/07/2018. Устный доклад.

10. Andrei V. Turutin, João V. Vidal, Ilya V. Kubasov, Mikhail D. Malinkovich, Svetlana P. Kobeleva, Andrei L. Kholkin, and Nikolai A. Sobolev. “Low-frequency magnetic noise measurements by magnetoelectric composites based on bidomain LiNbO<sub>3</sub>/metglas long bars”. E-MRS Spring Meeting 2018, Strasbourg, France, 18/06/2018 – 22/06/2018. Постер.

11. Andrei V. Turutin, João V. Vidal, Ilya V. Kubasov, Mikhail D. Malinkovich, Svetlana P. Kobeleva, Andrei L. Kholkin, and Nikolai A. Sobolev. Highly thermally stable magnetoelectric composite. 17th Non - Volatile Memory Technology Symposium 2017. Aachen, Germany, I. Institute of Physics, 30/08/2017 – 01/09/2017. Постер.

По теме диссертации опубликовано 7 статей.

### **Структура и объём работы**

Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов и списка используемых источников из 188 наименований, изложена на 164 страницах, включая 86 рисунков и 7 таблиц.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **ВВЕДЕНИИ** раскрыта актуальность выполненной работы, приведены основные тенденции и направления развития исследований по теме МЭ композитных мультиферроиков, показана научная новизна и практическая значимость диссертационной работы, поставлены цели и задачи.

В **Главе 1** представлен анализ современной литературы по тематике МЭ эффекта в композитных мультиферроиках. Приведен основательный и критический анализ преимуществ применения в композитных материалах бессвинцовых ПЭ кристаллов, которые могут конкурировать по величине МЭ эффекта с безальтернативно применяемыми свинецсодержащими пьезокерамиками типа PZT и др. Проанализированы все типы МЭ композитных мультиферроиков и показаны их основные преимущества и недостатки. Раскрываются основные направления применения МЭ композитных мультиферроиков в науке и технике. Сделан обзор теоретических моделей для расчёта МЭ коэффициента в композитных мультиферроиках. В обзоре представлены основные подходы к изучению композитных мультиферроиков и те параметры, которые критически влияют на величину МЭ коэффициента. Показано, что чувствительность МЭ датчика лимитируется, с одной стороны, собственным шумом, в котором доминируют тепловой шум Найквиста и  $1/f$ -шум, а с другой - внешними шумами, вызванными источниками вибраций, пьезоэлектрическим эффектом и магнитными источниками. В литературном обзоре рассмотрены приёмы борьбы с данными источниками шума и стратегии по достижению высокой чувствительности к магнитному полю на низких частотах.

В **Главе 2** представлена модель расчёта МЭ коэффициента для композитной структуры на основе бидоменного или монодоменного кристалла  $\text{LiNbO}_3$  / метгласа. С целью прогнозирования МЭ характеристик в простых двухслойных композитных структурах, представленных на рисунке 1, были проведены расчёты МЭ коэффициентов с применением низкочастотной модели на основе теории пьезоэлектричества, магнитострикции и эластодинамики тонких пластин.

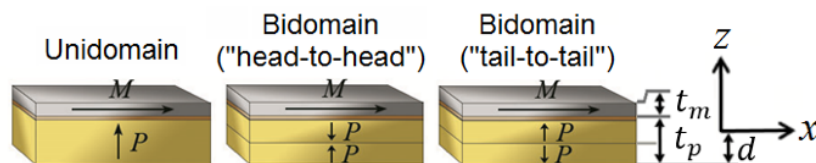


Рисунок 1 – Различные типы двухслойных композитных МЭ структур, состоящих из магнитострикционного (метглас) и ПЭ (монодоменный и бидоменный  $\text{LiNbO}_3$ ) материалов.

Приведен расчёт МЭ коэффициента как функции угла  $\theta = 90 + \beta$  (угол вокруг оси  $x$

относительно плоскости, параллельной направлению  $y$ ) для бидоменных и монодоменных ( $t_{p-} = 0$  и  $t_{p+} = t_p = 0.5$  мм) кристаллов  $\text{LiNbO}_3$ . МЭ коэффициент как функция угла среза кристалла представлен на рисунке 2.

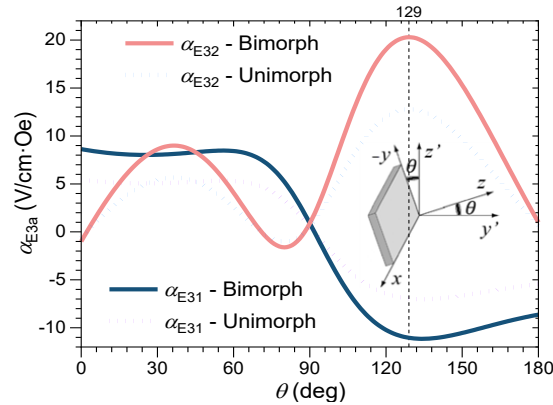


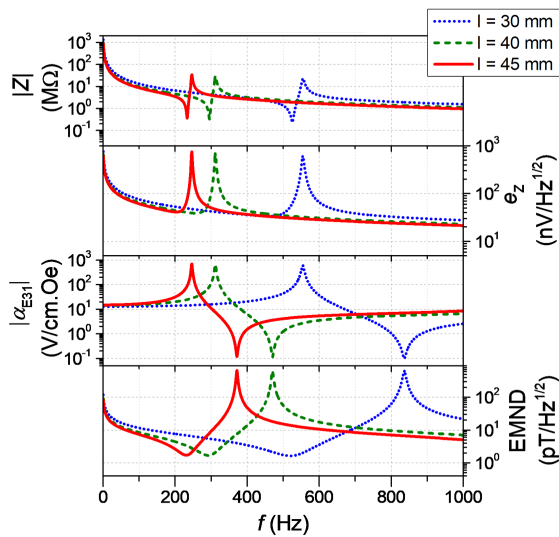
Рисунок 3 – МЭ коэффициенты, рассчитанные для двух перпендикулярных направлений магнитного поля в плоскости образца, в композитных материалах с монодоменным и бидоменным кристаллом LN в зависимости от угла  $y$ -среза  $\theta$ .

Максимальный поперечный МЭ коэффициент ( $|\alpha_{E32}|$ ) был найден для композитной структуры на основе бидоменного кристалла  $\text{LiNbO}_3$  / метгласа, где  $t_{p-} = t_{p+} = t_p/2 = 0,25$  мм, а толщина метгласа  $t_m = 29$  мкм. МЭ коэффициент для бидоменного кристалла почти в два раза больше, чем для структуры с монодоменным кристаллом  $\text{LiNbO}_3$ , из-за преобладания изгибной деформации для данного соотношения толщин  $t_p/t = 0,945$ .

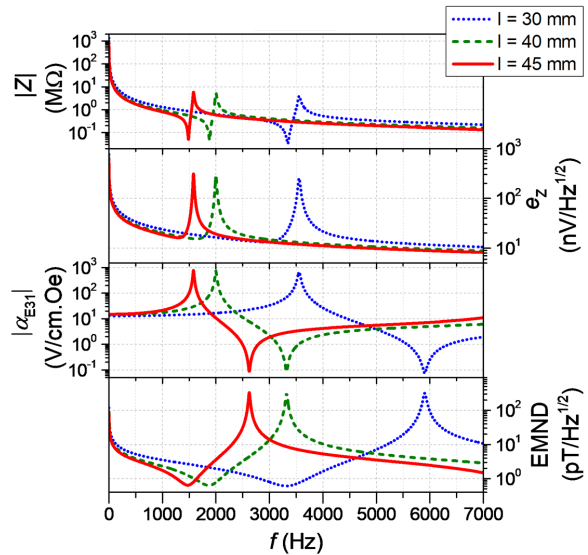
Данные вычисления были проведены для квазистатического случая, в котором не учитывается частотная зависимость основных свойств композитного мультиферроика.

В динамическом случае решение основных уравнений учитывает зависимость параметров МЭ материала от частоты. Были получены аналитические выражения для адмиттанса и МЭ коэффициента в зависимости от частоты. Также модель учитывает ЭМ резонанс МЭ структуры. Для практического применения МЭ композитных материалов важно знать чувствительность данных структур к магнитному полю, поэтому были также проведены расчёты для плотности эквивалентного магнитного шума. Для этого в модели был учтён тепловой шум, который создаёт МЭ материал. По модели были вычислены значения абсолютного импеданса  $|Z|$ , теплового шума  $e_z$ , МЭ коэффициента  $|\alpha_{E31}|$  и плотности эквивалентного магнитного шума ( $EMND$ , в единицах  $\text{Тл}/\text{Гц}^{1/2}$ ) в зависимости от частоты.  $EMND$  является важным параметром с точки зрения практического применения МЭ композитных материалов для чувствительных сенсоров магнитных полей

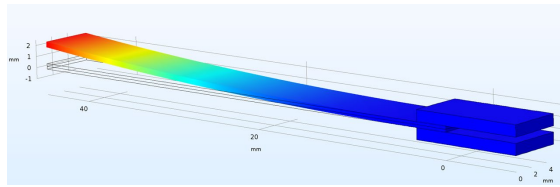
Результаты вычислений для динамической модели представлены на рисунке 3.



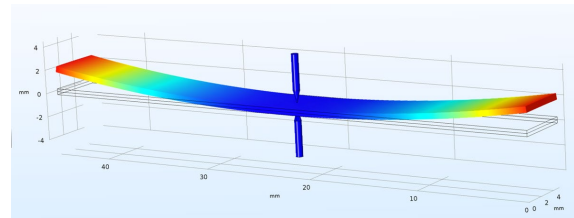
(а)



(б)



(в)



(г)

Рисунок 3 – (а,б) Рассчитанные значения абсолютного импеданса  $|Z|$ , теплового шума  $e_z$ , МЭ коэффициента ( $|\alpha_{E31}|$ ) и  $EMND$  в зависимости от частоты для следующих типов закрепления: (а) консольного, (б) свободно колеблющегося кристалла. (в,г) Результаты конечно-элементного моделирования изгибной деформации бидоменного кристалла  $\text{LiNbO}_3$   $y+128^\circ$  для двух случаев закрепления: (в) консольное и (г) свободно колеблющийся кристалл.

Для расчётов был выбран коммерчески доступный угол среза кристаллов  $\text{LiNbO}_3$   $y+128^\circ$ . Также в расчётах учтён фактор размагничивания магнитострикционного материала. Эквивалентный магнитный шум составил  $1.67 \text{ пТл/Гц}^{1/2}$  в случае консольного закрепления и  $0.63 \text{ пТл/Гц}^{1/2}$  при свободно колеблющемся образце длиной  $l = 45 \text{ мм}$ . При оптимальном соотношении  $t_p/t$  в диапазоне от 0,7 до 0,2 без изменения толщины ПЭ фазы МЭ коэффициент увеличивается более чем в три раза, а эквивалентный магнитный шум уменьшается до  $0,5 \text{ пТл/Гц}^{1/2}$  на частоте резонанса 234 Гц.

В **Главе 3** представлена разработка и калибровка измерительной системы для исследования МЭ эффекта. В главе также разобрана теория измерения прямого МЭ эффекта динамическим методом.

Для измерения МЭ эффекта динамическим методом необходима система, которая будет

одновременно подавать переменное и постоянное магнитное поле и измерять переменный сигнал от МЭ образца. Поэтому для подачи постоянного и переменного магнитного поля в экспериментальной установке применяются катушки Гельмгольца. Для управления постоянным и переменным током, подаваемым на катушки Гельмгольца, использовали синхродетектор (Zurich Instruments, модель HF2LI). Диапазон модулирующего магнитного поля мог варьироваться от 1 нЭ до 3 Э. Постоянное поле могло изменяться в диапазоне от -400 Э до +400 Э. Схематичное изображение измерительной установки представлено на рисунке 4.

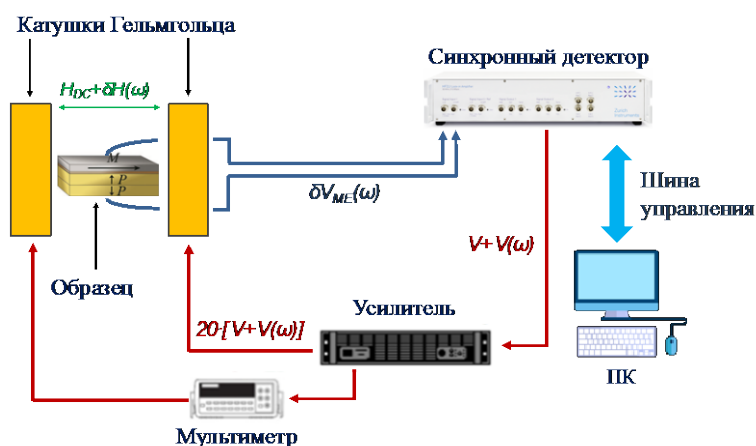


Рисунок 4 – Схема измерительной установки МЭ эффекта в динамическом режиме. Красные стрелки относятся к сигналу, подаваемому на катушки Гельмгольца, а синие - к МЭ сигналу от образца, который измеряется синхронным детектором.

Проведены измерения спектральной плотности шума измерительной установки в режиме холостого хода. В режиме высокого входного сопротивления синхродетектора на частоте 1 кГц она составила  $2 \text{ мкВ}/(\text{Э} \cdot \text{Гц}^{1/2})$  при амплитуде модулирующего поля 0,1 Э. Тогда при значении полосы пропускания входного фильтра измерительной системы  $\Delta f = 1 \text{ Гц}$ , средней толщине ПЭ слоя в композитном МЭ материале  $t_p = 0,05 \text{ см}$  и при необходимом соотношении сигнал-шум, равном 10, можно достоверно измерить значение МЭ эффекта величиной  $130 \text{ мкВ}/(\text{см} \cdot \text{Э})$ . Такого порядка эффекты встречаются в однофазных мультиферроиках, поэтому разработанная система способна измерять как огромные значения МЭ эффекта, так и сверхмалые, что делает данную разработку универсальной с точки зрения применения в лабораторном оборудовании.

В первой части Главы 4 представлены результаты измерения анизотропного прямого МЭ эффекта и эквивалентного магнитного шума в композитных структурах на основе бидоменных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  / метгласа. Для исследования были выбраны следующие ПЭ кристаллы LN у+128°-среза: с монокристаллической структурой, бидоменной «голова-к-голове» (технология светового отжига, TCO), два кристалла со структурой «голова-к-голове» и «хвост-

к-хвосту» (технология диффузионного отжига, ТДО) и биморфный кристалл со структурой «голова-к-голове».

Измерения МЭ коэффициентов на частоте 1 кГц (вдали от резонансных частот) проводились при амплитуде модуляции магнитного поля  $\delta H = 1$  Э. МЭ коэффициент  $|\alpha_{E3a}|$  и фаза сигнала были измерены как функция приложенного постоянного магнитного поля в направлениях  $x$  ( $\alpha_{E31}$ ) и  $y$  ( $\alpha_{E32}$ ) кристалла. Наблюдаемые кривые МЭ эффекта соответствуют зависимости пьезомагнитного коэффициента  $q = \partial S / \partial H$  метгласа, который имеет максимум при постоянном поле, равном 16 Э, и стремится к нулю при насыщении намагниченности. В таблице 1 приведены основные данные измерения МЭ эффекта.

МЭ коэффициенты  $|\alpha_{E31}|$  и  $|\alpha_{E32}|$  отличаются друг от друга, что является следствием анизотропии кристаллов LN. В среднем значение коэффициента  $\alpha_{E32}$  в три раза больше, чем  $\alpha_{E31}$ , и они имеют разные знаки, поскольку  $d_{32} \approx -3d_{31}$ . Это согласуется с вычислениями, проведенными в главе 2.

Таблица 1. Основные экспериментальные данные по измерению МЭ эффекта.

| Образцы                     | Монодомен | Биморф | Бидомен<br>(ТСО) | Бидомен<br>(«голова-к-голове», ТДО) | Бидомен («хвост-к-хвосту», ТДО) |
|-----------------------------|-----------|--------|------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| $\alpha_{E31}$ , В/(см·Э)   | –0,50     | 0,29   | 0,30             | 0,30                                | –0,41                           |
| $\alpha_{E32}$ , В/(см·Э)   | 0,81      | –1,06  | –0,74            | –0,95                               | 1,88                            |
| $f_a^{ME}$ , кГц            | 31,20     | 25,55  | 28,20            | 30,35                               | 30,82                           |
| $ \alpha_{E32} $ , В/(см·Э) | 82,8      | 242,0  | 131,5            | 233,2                               | 462,7                           |

Проведены динамические измерения МЭ эффекта как функции частоты переменного магнитного поля ( $f = 20 - 600$  кГц,  $\delta H = 0,1$  Э) с оптимальным постоянным магнитным полем (16 Э), приложенным в направлении  $y$ .

Амплитуда коэффициента  $|\alpha_{E32}|$  возрастает до максимального значения на частоте, соответствующей ЭМ резонансу данной структуры, что связано с антирезонансными частотами, наблюдаемыми в импедансных измерениях. Как и в случае низкочастотных измерений, наибольший МЭ коэффициент, 463 В/(см·Э), соответствует бидоменному образцу со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО) при частоте антирезонанса 30,8 кГц, затем следует биморфный образец, 242 В/(см·Э). Бидоменный образец со структурой «голова-к-голове» (ТДО) показал МЭ коэффициент 233 В/(см·Э), а наименьший эффект, 131 В/(см·Э), был обнаружен для бидоменного образца, полученного по ТСО. МЭ эффект в бидоменном образце со структурой «хвост-к-хвосту» (ТДО) почти вдвое больше, чем в биморфном, как при низкой частоте, так и

при изгибном резонансе структуры. Это доказывает превосходство ТДО и бидоменных структур на основе LN над биморфными образцами.

На лучшем образце, который показал максимальный МЭ коэффициент на низкой частоте (изгибная мода резонанса), были проведены измерения шума и способности детектировать сверхслабые магнитные поля. К образцу прикладывалось оптимальное постоянное магнитное поле 16 Э. Результаты измерений спектральной плотности шума и расчёта чувствительности к магнитному полю в зависимости от частоты представлены на рисунке 6.

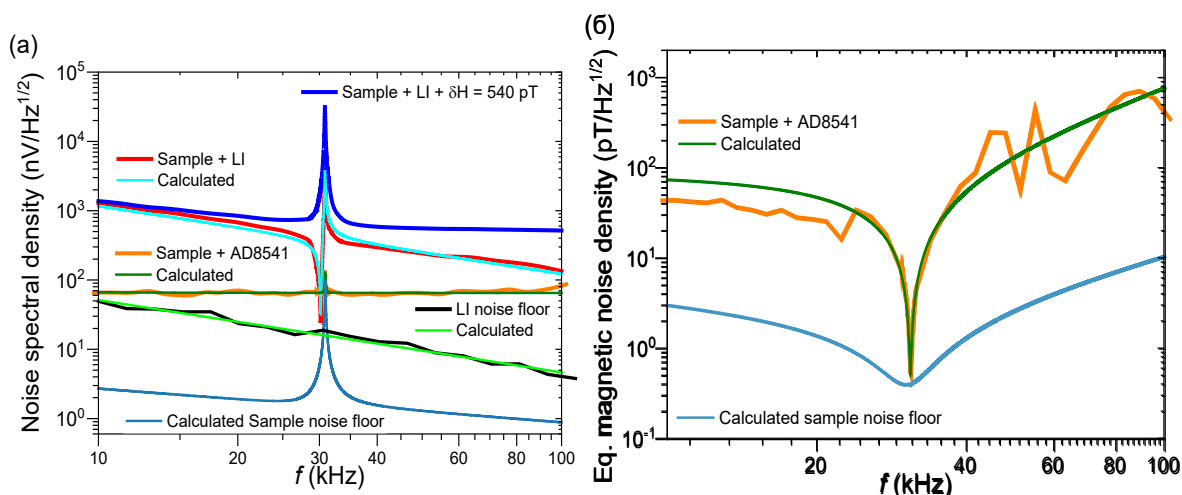


Рисунок 6 – (а) Спектральная плотность шума как функция частоты для выбранного двуслойного МЭ образца LN / метглас на основе бидоменного (ТДО) кристалла LN у+128°-среза. Схема детектирования включала в себя синхродетектор или операционный усилитель AD8541 плюс синхродетектор (в режиме низкого импеданса). На экспериментальные графики наложены результаты теоретического вычисления спектральной плотности шума. (б) Экспериментальная и расчетная эквивалентная спектральная плотность магнитного шума для образца и схемы детектирования «синхронный детектор (LI – lock-in) и AD8541».

Минимальное значение эквивалентного магнитного шума составило 524 фТл/Гц<sup>1/2</sup> на частоте антирезонанса структуры 30,8 кГц, и 153 пТл/Гц<sup>1/2</sup> на частоте 1 кГц. Данные измерения были проведены на лучшем МЭ образце на основе бидоменного (ТДО, «хвост-к-хвосту») кристалла LN у+128°-среза / метгласа. Для сравнения был вычислен эквивалентный магнитный шум самого образца, который составил 388 фТл/Гц<sup>1/2</sup>. Важно отметить, что данные значения сопоставимы с чувствительностями, полученными для МЭ материалов на основе PZTi других ПЭ керамик.

**Во второй части Главы 4** продемонстрировано детектирование полей уровня фТл композитным МЭ материалом на основе бидоменного кристалла LN у+140°-среза / метгласа. Было показано, что анизотропия кристалла LN может быть использована в МЭ сенсорах для

достижения высокой чувствительности к низкочастотным магнитным полям, зависящей от направления.

На рисунке 7 представлены результаты измерения МЭ коэффициента как функции напряженности постоянного магнитного поля и частоты переменного магнитного поля.

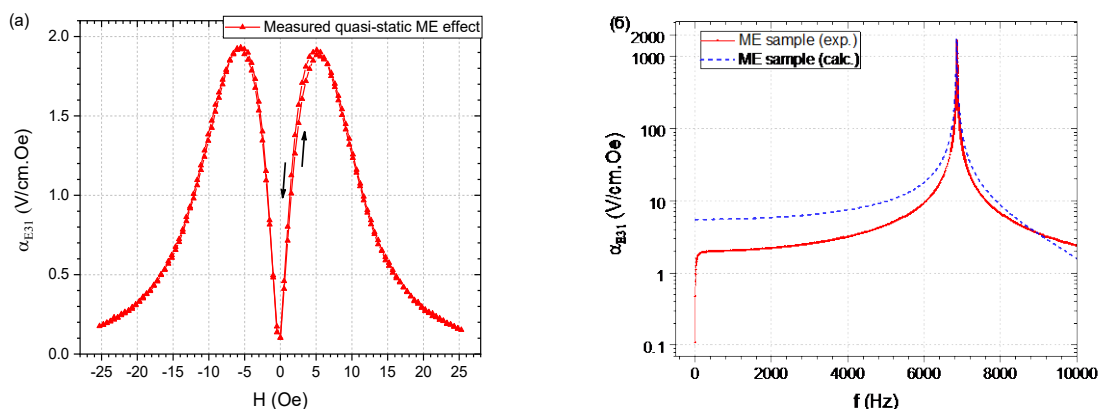


Рисунок 7 – (а) МЭ коэффициент ( $|\alpha_{E31}|$ ) как функция постоянного магнитного поля на частоте 110 Гц при амплитуде модулирующего поля  $\delta H = 0,1$  Э. (б) Динамический МЭ эффект как функция частоты переменного магнитного поля. В обоих случаях образцы находились в постоянном магнитном поле 5 Э. Пунктирной кривой изображен расчётный график МЭ коэффициента, полученный по динамической модели (глава 2).

Максимальное значение МЭ коэффициента составило  $|\alpha_{E31}| = 1,9 \text{ В} \cdot (\text{см} \cdot \text{Э})^{-1}$  на частоте 110 Гц при постоянном магнитном поле 5 Э. Динамический МЭ коэффициент был измерен как функция частоты модулирующего магнитного поля (рисунок 7 (б)). На частоте антирезонанса (6,8 кГц) структура показала огромный МЭ коэффициент, равный  $1704 \text{ В} \cdot (\text{см} \cdot \text{Э})^{-1}$ . Рассчитанный по динамической модели МЭ коэффициент на антирезонансной частоте равен  $1707 \text{ В} \cdot (\text{см} \cdot \text{Э})^{-1}$ .

Были проведены измерения чувствительности МЭ сенсора к магнитному полю на резонансной частоте как функции амплитуды модулирующего магнитного поля. Результаты измерения представлены на рисунке 8.

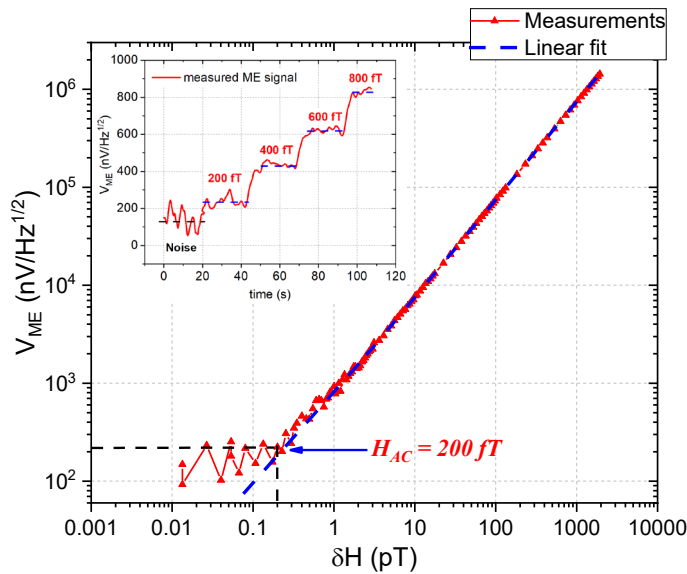


Рисунок 8 – Предел обнаружения магнитного поля и линейная характеристика выходного напряжения датчика в зависимости от амплитуды переменного магнитного поля  $\delta H$  в диапазоне от 0,015 пТ до 2000 пТ при резонансной частоте 6862 Гц с приложенным оптимальным постоянным полем  $H = 5$  Э. На вставке к графику приведена зависимость напряжения на сенсоре от времени при последовательном изменении амплитуды модулирующего поля со ступенькой в 200 фТл.

Данные измерения были проведены без дополнительного экранирования внешних шумов. Предельное детектируемое переменное магнитное поле составило  $\delta H = 200$  фТл. С повышением амплитуды модулирующего поля отклик сенсора возрастает линейно с наклоном  $\approx 74$  В/Э.

Эквивалентный магнитный шум на частоте резонанса составил  $92$  фТл/Гц $^{1/2}$ , что является рекордом для частот менее 25 кГц.

**В третьей части Главы 4** показаны измерения низкочастотных магнитных полей при помощи композитных МЭ материалов на основе бидоменных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  у+128°-срез / метгласа.

Были исследованы прямоугольные образцы длиной 30, 40 и 45 мм, шириной 5 мм и толщиной 0,5 мм. Измерения проводились для двух режимов закрепления: (1) консольное и (2) свободно колеблющаяся структура. Для уменьшения резонансной частоты структур на конце МЭ пластины длиной 45 мм закреплялись различные массы ( $m = 0,1, 0,6$  и  $1,2$  г).

Наиболее важной характеристикой МЭ магнитного датчика является эквивалентная плотность магнитного шума ( $EMND$ ), которая определяет его нижний предел чувствительности. Частотная зависимость  $EMND$  композитных МЭ материалов представлена на рисунке 9.

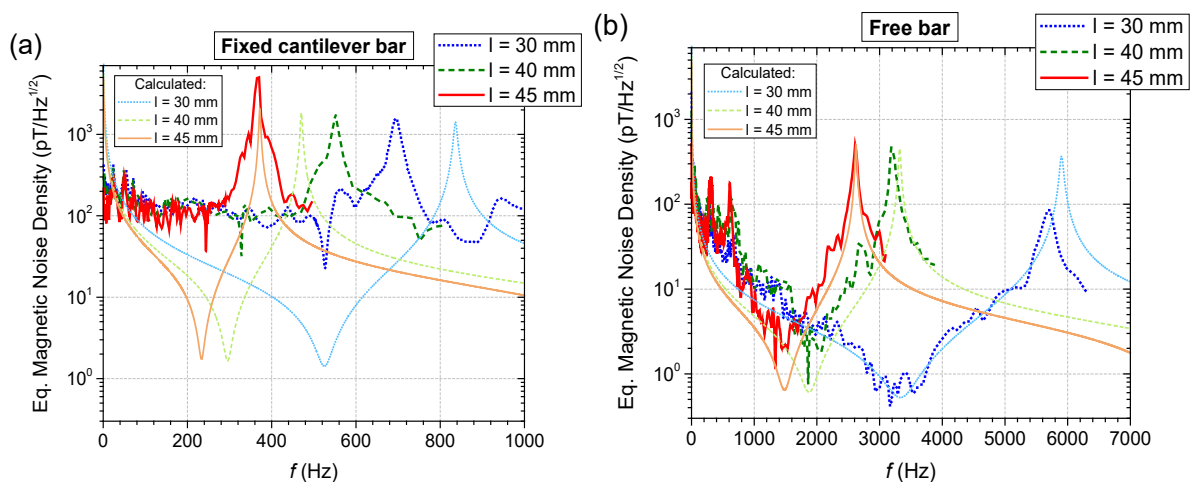


Рисунок 9 – Эквивалентная плотность магнитного шума композитных МЭ образцов (длиной  $l = 30, 40$  и  $45$  мм) для двух режимов закрепления: (а) консольное закрепление и (б) режим свободно колеблющейся структуры. На рисунках также представлены вычисления эквивалентной плотности магнитного шума для МЭ структур по динамической модели, в которой учитывался только тепловой шум образцов и входной шум синхродетектора.

Максимальное значение МЭ коэффициента составило  $550 \text{ В}/(\text{см} \cdot \text{Э})$ . Данная величина была получена в условиях резонанса на частотах порядка  $100 \text{ Гц}$  с приложенным постоянным магнитным полем  $2 \text{ Э}$  и массой на свободном конце образца  $m = 0,1 \text{ г}$ . Эквивалентная плотность магнитного шума составила  $68 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  на частоте изгибного резонанса  $81 \text{ Гц}$  МЭ образца длиной  $45 \text{ мм}$  с массой  $1,2 \text{ г}$  и  $120 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  на частоте  $10 \text{ Гц}$ . В этом же образце без добавленной массы было показано, что магнитный шум может быть уменьшен до  $37 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  при резонансной частоте  $244 \text{ Гц}$  и до  $1,2 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  при резонансной частоте  $1335 \text{ Гц}$  в режиме свободно колеблющейся структуры. Таким образом, МЭ образцы на основе бидоменных кристаллов  $\text{LiNbO}_3$  у+128°-среза конкурентоспособны по сравнению с некоторыми недавно разработанными МЭ датчиками магнитных полей с минимальным магнитным шумом около  $1 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  при резонансной частоте  $1 \text{ кГц}$  и  $60 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  при частоте  $10 \text{ Гц}$  с использованием метода модуляции низкочастотного сигнала. Можно отметить, что динамическая модель предсказывает возможность снижения значения  $37 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  по меньшей мере до  $2 \text{ пТ}/\text{Гц}^{1/2}$  в случае отсутствия всех внешних источников шума, особенно связанных с внешними вибрациями.

**В четвертой части Главы 4** представлены результаты измерения чувствительности к магнитному полю МЭ сенсора на основе бидоменного кристалла  $\text{LiNbO}_3$  у+128°-среза / метгласа в форме камертона. Конструкция сенсора выполнена на одном кристалле ПЭ материала.

Принцип работы сенсора магнитного поля можно описать следующим образом: при нахождении во внешнем магнитном поле за счет магнитострикционного эффекта происходит расширение или сжатие слоев магнетика, приводящее к изгибу каждого из зубьев плоского

камертона в противоположных направлениях. Изгиб приводит к деформации ПЭ материала и появлению разности потенциалов на электрических контактах структуры, причем за счет гальванического соединения электродов количество индуцированных на них зарядов складывается. В случае воздействия на сенсор внешнего вибрационного шума изгиб зубьев плоского камертона происходит в одном и том же направлении, а наведенные на поверхности пьезоэлектрика положительные и отрицательные заряды компенсируются благодаря соединению электродов двух зубьев “накрест”. Таким образом, реализуется дифференциальная схема, в которой вибрационное воздействие приводит к возникновению на зубьях синфазного сигнала, а магнитное поле - противофазного, причем предлагаемое соединение электродов зубьев позволяет ослабить синфазный сигнал и повысить отношение сигнал-шум.

С целью демонстрации преимущества данной конструкции над обычным сенсором были проведены измерения предела чувствительности МЭ датчика к магнитному полю (*MFDL*). Здесь сравнивали чувствительность камертона и одного из зубцов МЭ структуры на резонансной частоте около 318 Гц. Также показана спектральная плотность магнитного шума образцов. Рисунок 10 (а) показывает *MFDL* камертона в сравнении с одним зубцом МЭ структуры в реальных условиях (без экранирования от внешних шумов). Предельная магнитная чувствительность камертона составила 3 пТл, в то время как зубец продемонстрировал чувствительность  $\approx 20$  пТл. Плотность шума МЭ камертона по напряжению составила  $0,2 \text{ мкВ/Гц}^{1/2}$ , а для одного зубца –  $1,5 \text{ мкВ/Гц}^{1/2}$ . На рисунке 10 (б) показаны значения *EMND* для МЭ камертона и одного зубца данной структуры.

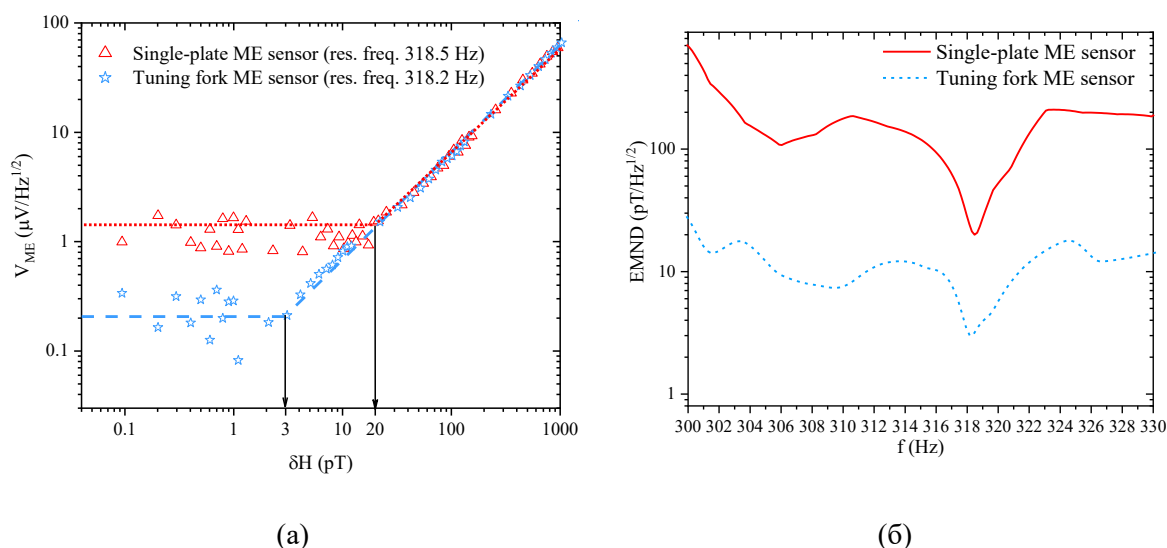


Рисунок 10 – (а) Линейная зависимость МЭ напряжения от приложенного переменного магнитного поля в диапазоне от 0,1 пТл до 1000 пТл на резонансной частоте одного зубца МЭ образца (318,5 Гц) и МЭ камертона (318,2 Гц) при оптимальном постоянном магнитном поле. Пунктирные горизонтальные линии показывают уровень шума, которым определяется

предел детектирования магнитного поля. (б) Спектральная плотность магнитного шума в зависимости от частоты.

Данная конструкция обеспечивает эффективное подавление низкочастотных вибрационных шумов как на резонансной частоте, так и вне её. Поэтому МЭ структуры в форме камертона, выполненного на одной подложке, возможно использовать для датчиков переменного и постоянного магнитных полей.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Результаты проделанной работы соответствуют поставленным целям диссертации – созданию новых композитных МЭ материалов на основе бидоменных кристаллов LN / метгласа, исследованию МЭ эффекта в данных структурах и измерению предела детектирования низкочастотных сверхслабых магнитных полей.

Проведены вычисления МЭ коэффициента в композитных двухслойных структурах с бидоменным или монодоменным кристаллом LN и магнитострикционным слоем метгласа. Вычислены МЭ коэффициенты для квазистатического и динамического режимов. Максимальный МЭ коэффициент наблюдается для образцов на основе ПЭ кристалла с бидоменной структурой и срезом кристалла  $y+129^\circ$ , что очень близко к коммерчески доступному срезу  $y+128^\circ$ . Максимальный квазистатический МЭ коэффициент составил  $|\alpha_{E32}| = 20,3 \text{ В}/(\text{см} \cdot \text{Э})$ . Оптимизация соотношения толщин ПЭ и магнитострикционной компонент повышает максимальное значение квазистатического МЭ коэффициента до  $95 \text{ В}/(\text{см} \cdot \text{Э})$  при отношении толщины ПЭ фазы к общей толщине композитной структуры  $t_p/t = 0,6$ .

В динамическом случае получены аналитические выражения для адмиттанса и МЭ коэффициента в зависимости от частоты. В расчётах учтён ЭМ резонанс МЭ структуры и фактор размагничивания магнитострикционного материала. Для расчётов был выбран коммерчески доступный угол среза кристаллов LN  $y+128^\circ$ . Эквивалентный магнитный шум составил  $1,67 \text{ пТл}/\text{Гц}^{1/2}$  в случае консольного закрепления и  $0,63 \text{ пТл}/\text{Гц}^{1/2}$  при свободно колеблющемся образце для длины 45 мм. При оптимальном соотношении  $t_p/t$  в диапазоне от 0,7 до 0,4 без изменения толщины ПЭ фазы МЭ коэффициент увеличивается более чем в три раза, а эквивалентный магнитный шум уменьшается до  $0,5 \text{ пТл}/\text{Гц}^{1/2}$  на частоте резонанса 234 Гц.

Предсказанная высокая чувствительность к низкочастотному магнитному полю показывает высокий потенциал выбранного композитного МЭ материала для применения в сверхчувствительных сенсорах магнитных полей.

В экспериментальной части работы получены следующие результаты:

– Впервые в качестве ПЭ слоя в композитном мультиферроике использованы бидоменные кристаллы LN. Экспериментально показано, что максимальное значение МЭ коэффициента в

МЭ композитных структурах на основе бидоменных кристаллов LN выше, чем в композитном образце на основе монокристалла LN, что согласуется с расчетом МЭ коэффициента по предложенной модели.

- Для измерения композитных мультиферроиков спроектирована и реализована система измерения МЭ эффекта динамическим и квазистатическим методами. Представлена реализация данных методов на основе измерительной системы, которая включает в себя синхродетектор, катушки Гельмгольца и усилитель мощности. Модулирующее магнитное поле в данной системе варьируется в диапазоне от 1 нЭ до 3 Э. Постоянное поле изменяется в пределах от -400 Э до +400 Э.

- Динамический МЭ коэффициент в два раза больше в МЭ образцах на основе бидоменных кристаллов LN (y+128°-срез) со структурой «хвост-к-хвосту», полученных по технологии диффузионного отжига, чем в МЭ композитах на основе бидоменных образцов LN (y+128°-срез) со структурой «голова-к-голове» (ТДО) либо на основе биморфных кристаллов LN (y+128°-срез).

- За счёт использования анизотропии ПЭ свойств бидоменных кристаллов LN получено рекордное значение чувствительности к магнитному полю и высокое значение МЭ коэффициента. В композитных мультиферроиках на основе бидоменных кристаллов LN y+140°-среза / метгласа получен гигантский МЭ коэффициент 1704 В/(см·Э). Достигнута рекордная чувствительность к переменному магнитному полю среди композитных мультиферроиков, которая составила 92 фТл/Гц<sup>1/2</sup> при комнатной температуре на частоте резонанса 6862 Гц.

- Предложенная конструкция композитного мультиферроика на основе бидоменных кристаллов LN y+128°-среза / метгласа в форме камертона с асимметричным расположением магнитострикционных слоёв позволяет подавить паразитные акустические сигналы и усилить полезный МЭ сигнал, что приводит к увеличению чувствительности к магнитному полю. Применение МЭ структуры в форме камертона позволяет в 6,7 раза увеличить чувствительность к магнитному полю на резонансной частоте по сравнению с единичным МЭ датчиком. На резонансной частоте спектральные плотности магнитного шума составляли 3 пТл/Гц<sup>1/2</sup> и 20 пТл/Гц<sup>1/2</sup> для МЭ камертона и единичного МЭ датчика, соответственно. Усиление шумоподавления на нерезонансных частотах составляло от 7 до 25 раз для МЭ камертона в сравнении с единичным МЭ датчиком.

Основные преимущества использования бидоменных кристаллов LN в качестве компоненты МЭ сенсора следующие: кристалл не имеет гистерезиса при деформации, обладает высокой температурной стабильностью физических и химических свойств, является бессвинцовым материалом, не имеет эффектов ползучести и старения, обладает высоким соотношением  $|d/\epsilon| = 0,54$  пм/В, свойства материала воспроизводятся с высокой точностью в силу хорошо изученных процессов роста данного кристалла и его широкого применения в других

областях техники.

Композитные мультиферроики на основе бидоменных кристаллов LN / метглас могут быть основой сверхчувствительных сенсоров низкочастотных магнитных полей, работающих при комнатной температуре. Такие сенсоры могут найти применение в высокочувствительных миниатюрных магнитометрах промышленного и исследовательского классов для бесконтактного измерения сверхслабых токов, магнитных полей в живых организмах в применении к магнитокардиографии и магнитоэнцефалографии, измерения магнитных аномалий, магнитной геологоразведки и визуализации магнитных наночастиц.

**Основные положения диссертационной работы изложены в следующих публикациях:**

- [1] Vidal J.V. Equivalent Magnetic Noise in Magnetoelectric Laminates Comprising Bidomain LiNbO<sub>3</sub> Crystals / Vidal J.V., **Turutin A.V.**, Kubasov I.V., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control – 2017. – Т. 64 – № 7.
- [2] **Turutin A.V.** Low-frequency magnetic sensing by magnetoelectric metglas/bidomain LiNbO<sub>3</sub> long bars / Turutin A.V., Vidal J.V., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Journal of Physics D: Applied Physics – 2018. – Т. 51 – № 21.
- [3] **Turutin A.V.** Magnetoelectric metglas/bidomain  $y + 140^\circ$ -cut lithium niobate composite for sensing fT magnetic fields / Turutin A.V., Vidal J.V., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Pakhomov O.V., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Applied Physics Letters – 2018. – Т. 112 – № 26.
- [4] **Turutin A.V.** Highly sensitive magnetic field sensor based on a metglas/bidomain lithium niobate composite shaped in form of a tuning fork / Turutin A.V., Vidal J.V., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Kiselev D.A., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // Journal of Magnetism and Magnetic Materials – 2019. – Т. 486.
- [5] **Turutin A.V.** Low-frequency vibration energy harvesting with bidomain LiNbO<sub>3</sub> single crystals / Vidal J. V., Turutin A. V., Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N., Kobeleva S.P., Pakhomov O.V., Sobolev N.A., Kholkin A.L. // IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control. – 2019. – Т. 66 – № 9.
- [6] Bichurin M. I. Magnetoelectric Effect in the Bidomain Lithium Niobate/Nickel/Metglas Gradient Structure / M. I. Bichurin, O. V. Sokolov, V. S. Leontiev, R. V. Petrov, A. S. Tatarenko, G. A. Semenov, S. N. Ivanov, **A. V. Turutin**, I. V. Kubasov, A. M. Kislyuk, M. D. Malinkovich, Y. N. Parkhomenko, A. L. Kholkin, N. A. Sobolev // Physica Status Solidi (B) Basic Research. – 2020. – Т. 257 – № 3.
- [7] Vidal J. V. Dual vibration and magnetic energy harvesting with bidomain LiNbO<sub>3</sub> based composite / Vidal, J. V., **Turutin A. V.**, Kubasov, I. V., Kislyuk, A. M., Malinkovich, M. D., Parkhomenko, Y.

N., Kobeleva S.P., Sobolev, N. A., Kholkin, A.L. // IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control. – 2020. – Т. 67 – № 6

**Патенты:**

Магнитоэлектрический сенсор магнитных полей // Патент на полезную модель РФ RU 188677 U1, опубликован 22.04.2019, приоритет 08.02.2019, срок действия истекает 08.02.2039 / **Турутин А. В.**, Кубасов И. В., Кислюк А. М., Малинкович М.Д., Кобелева С.П., Пархоменко Ю.Н., Соболев Н.А.

# **1. Список цитируемой литературы:**

1. Eerenstein W. Multiferroic and magnetoelectric materials / Eerenstein W., Mathur N.D., Scott J.F. // *Nature* – 2006. – Т. 442 – № 7104 – С.759–765.
2. Fiebig M. Revival of the magnetoelectric effect / Fiebig M. // *Journal of Physics D: Applied Physics* – 2005. – Т. 38 – № 8 – С.R123–R152.
3. Vopson M.M. Fundamentals of Multiferroic Materials and Their Possible Applications / Vopson M.M. // *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* – 2015. – Т. 40 – № 4 – С.223–250.
4. Tu C. Mechanical-Resonance-Enhanced Thin-Film Magnetoelectric Heterostructures for Magnetometers, Mechanical Antennas, Tunable RF Inductors, and Filters / Tu C., Chu Z.-Q., Spetzler B., Hayes P., Dong C.-Z., Liang X.-F., Chen H.-H., He Y.-F., Wei Y.-Y., Lisenkov I., Lin H., Lin Y.-H., McCord J., Faupel F., Quandt E., Sun N.-X. // *Materials* – 2019. – Т. 12 – № 14 – С.2259.
5. Palneedi H. Status and Perspectives of Multiferroic Magnetoelectric Composite Materials and Applications / Palneedi H., Annapureddy V., Priya S., Ryu J. // *Actuators* – 2016. – Т. 5 – № 1 – С.9.
6. Ma J. Recent Progress in Multiferroic Magnetoelectric Composites: from Bulk to Thin Films / Ma J., Hu J., Li Z., Nan C.-W. // *Advanced Materials* – 2011. – Т. 23 – № 9 – С.1062–1087.
7. Reermann J. Evaluation of magnetoelectric sensor systems for cardiological applications / Reermann J., Durdaut P., Salzer S., Demming T., Piorra A., Quandt E., Frey N., Höft M., Schmidt G. // *Measurement* – 2018. – Т. 116 – С.230–238.
8. Sternickel K. Biomagnetism using SQUIDS: Status and perspectives / Sternickel K., Braginski A.I. // *Superconductor Science and Technology* – 2006. – Т. 19 – № 3 – С.S160–S160.
9. Salzer S. Noise Limits in Thin-Film Magnetoelectric Sensors With Magnetic Frequency Conversion / Salzer S., Röbisch V., Klug M., Durdaut P., McCord J., Meyners D., Reermann J., Höft M., Knöchel R. // *IEEE Sensors Journal* – 2018. – Т. 18 – № 2 – С.596–604.
10. Reermann J. Real-time Biomagnetic Signal Processing for Uncooled Magnetometers in Cardiology / Reermann J., Elzenheimer E., Schmidt G. // *IEEE Sensors Journal* – 2019. – С.1.
11. Annapureddy V. A  $\text{pT}/\sqrt{\text{Hz}}$  sensitivity ac magnetic field sensor based on magnetoelectric composites using low-loss piezoelectric single crystals / Annapureddy V., Palneedi H., Yoon W.-H., Park D.-S., Choi J.-J., Hahn B.-D., Ahn C.-W., Kim J.-W., Jeong D.-Y., Ryu J. // *Sensors and Actuators A: Physical* – 2017. – Т. 260 – С.206–211.
12. Xing Z. Investigation of external noise and its rejection in magnetoelectric sensor design / Xing Z., Zhai J., Li J., Viehland D. // *Journal of Applied Physics* – 2009. – Т. 106 – № 2 – С.24512.
13. Timopheev A.A. Direct and converse magnetoelectric effects in Metglas/LiNbO<sub>3</sub>/Metglas trilayers / Timopheev A.A., Vidal J. V, Kholkin A.L., Sobolev N.A. // *Journal of Applied Physics* – 2013. – Т. 114 – № 4 – С.44102.
14. Vidal J. V Anisotropy of the magnetoelectric effect in tri-layered composites based on single-crystalline piezoelectrics / Vidal J. V, Timopheev A.A., Kholkin A.L., Sobolev N.A. // *Vacuum* – 2015. – Т. 122 – С.286–292.

15. Bykov A.S. Formation of bidomain structure in lithium niobate plates by the stationary external heating method / Bykov A.S., Grigoryan S.G., Zhukov R.N., Kiselev D.A., Ksenich S. V, Kubasov I. V, Malinkovich M.D., Parkhomenko Y.N. // Russian Microelectronics – 2014. – T. 43 – № 8 – C.536–542.
16. Xing Z.P. Modeling and detection of quasi-static nanotesla magnetic field variations using magnetoelectric laminate sensors / Xing Z.P., Zhai J.Y., Dong S.X., Li J.F., Viehland D., Odendaal W.G. // Meas. Sci. Technol. – 2008. – T. 19 – № 1 – C.15206–15214.
17. Jahns R. Noise Performance of Magnetometers With Resonant Thin-Film Magnetoelectric Sensors / Jahns R., Greve H., Woltermann E., Quandt E., Knochel R.H. // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement – 2011. – T. 60 – № 8 – C.2995–3001.
18. Zhuang X. Theoretical analysis of the intrinsic magnetic noise spectral density of magnetostrictive-piezoelectric laminated composites / Zhuang X., Cordier C., Saez S., Lam Chok Sing M., Dolabdjian C., Gao J., Li J.-F., Viehland D. // J. Appl. Phys. – 2011. – T. 109 – № 12 – C.124512–1245110.
19. Jahns R. Sensitivity enhancement of magnetoelectric sensors through frequency-conversion / Jahns R., Greve H., Woltermann E., Quandt E., Knöchel R. // Sensors and Actuators A: Physical – 2012. – T. 183 – C.16–21.
20. Fetisov L.Y. Resonance magnetoelectric interactions in an asymmetric ferromagnetic-ferroelectric layered structure / Fetisov L.Y., Perov N.S., Fetisov Y.K., Srinivasan G., Petrov V.M. // Journal of Applied Physics – 2011. – T. 109 – № 5 – C.53908.
21. Rübisch V. Pushing the detection limit of thin film magnetoelectric heterostructures / Rübisch V., Salzer S., Urs N.O., Reermann J., Yarar E., Piorra A., Kirchhof C., Lage E., Höft M., Schmidt G.U., Knöchel R., McCord J., Quandt E., Meyners D. // Journal of Materials Research – 2017. – T. 32 – № 6 – C.1009–1019.
22. Wang Y.J. A review on equivalent magnetic noise of magnetoelectric laminate sensors / Wang Y.J., Gao J.Q., Li M.H., Shen Y., Hasanyan D., Li J.F., Viehland D. // Philosophical transactions. Series A, Mathematical, physical, and engineering sciences – 2014. – T. 372 – № 2009 – C.20120455.
23. Kubasov I. V Interdomain region in single-crystal lithium niobate bimorph actuators produced by light annealing / Kubasov I. V, Timshina M.S., Kiselev D.A., Malinkovich M.D., Bykov A.S., Parkhomenko Y.N. // Crystallography Reports – 2015. – T. 60 – № 5 – C.700–705.