Die approbierte Originalversion dieser Diplom-/ Masterarbeit ist in der Hauptbibliothek der Technischen Universität Wien aufgestellt und zugänglich.



#### DIPLOMARBEIT

## Magnetostriktionsmessungen bei Raumtemperatur

Ausgeführt am Institut für

Festkörperphysik

der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von

Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Roland Grössinger

durch

#### Stephan Sorta

Feldgasse 39, A-2100 Korneuburg

Wien, 08.09.2014

## Danksagung

Zurück zu blicken, zu resümieren und über die Vergangenheit nachzudenken fällt oft nicht unbedingt leicht.

Ich möchte meiner Familie danken, ohne die und deren Unterstützung mein Studium und folglich diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre, meinem Betreuer Herrn Prof. Roland Grössinger und Frau Prof. Reiko Sato Turtelli für die unzähligen thematischen Diskussionen und Versuche mein Verständnis hinsichtlich Magnetismus zu fördern, sowie meinen KollegInnen Stefan Hartl, Monika Antoni, Nasir Mehboob und Markus Schönhart, wie auch allen anderen für deren Gesellschaft und produktive Zusammenarbeit.

### Kurzfassung

Eine einfache und vor allem leicht reproduzierbare Bestimmung magnetostriktiver Eigenschaften magnetisch ordnender Materialien ist, sowohl im Anwendungsbereich von Aktuatoren mit gewünscht hoher, als auch bei industriell verwendeten weichmagnetischen Materialien mit niedriger Magnetostriktion, von großer Bedeutung.

Abhängig von der vorhandenen Probengeometrie und den sowohl magnetischen als auch mechanischen Eigenschaften des Materials sollte entsprechend eine geeignete Messmethode gewählt werden.

Anhand spannungsabhängiger Hysterese-Messungen, der Small-Angle Magnetization Rotation (SAMR)-Methode und Messungen mit Dehnungsmessstreifen (DMS) werden die Probleme und auch Einschränkungen der jeweiligen Messmethode aufgezeigt. Schwerpunkt hinsichtlich der untersuchten Materialen wird auf die Messung amorpher und polykristalliner *melt spinning* Bänder, insbesondere Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub>, gelegt, welche entsprechend ihrer Geometrie für die SAMR-Methode geeignet sind.

Weiters wurde mittels DMS-Messungen die Feldabhängigkeit der Magnetostriktion untersucht und anhand von Messungen an Nickel Ringkernen das frequenzabhängige hysteretische Verhalten der Magnetostriktion studiert und auch mit jenem der Magnetisierung verglichen. Auf Grund der Verknüpfung zwischen Magnetisierung und Magnetostriktion spiegeln sich so die Effekte des gesamten Magnetisierungsverhaltens auch in der Hysterese der Magnetostriktion, dem sogenannten *Butterfly*, wider. Es wird gezeigt, dass sich das frequenzabhängige Verhalten der magnetischen Verluste, bestimmt über die Flächen der Hysteresen der Magnetisierungskurven, mit jenem der Magnetostriktionskurven über einen frequenzunabhängigen multiplikativen Faktor korrelieren lässt.

#### Abstract

A simple and above all easily reproducible determination of magnetostrictive properties of magnetic materials is very relevant for the application area of actuators with desired high magnetostriction, as well as for industrially used soft magnetic materials with low magnetostriction.

Depending on the available sample geometry and the magnetic and mechanical properties of the material, a suitable measurement method should be accordingly selected.

Based on stress dependent hysteresis measurements, the Small-Angle Magnetization Rotation (SAMR) method, and measurements with strain gauges, problems, difficulties and limitations depending on the respective measurement method are shown. The focus was set on the measurement of amorphous and polycrystalline *melt spinning* ribbons, particularly on  $Fe_{85}Ga_{15}$ , which are suitable for the SAMR method corresponding to their sample geometry.

Furthermore, the field dependence of the magnetostriction was shown and the frequency dependent behavior of the hysteretic magnetostriction was investigated based on strain gauge measurements of nickel ring cores. The obtained results of the frequency dependent magnetostriction measurements were compared with corresponding magnetization measurements. Due to the correlation between magnetization and magnetostriction, the effects of the magnetization process are reflected in the hysteresis curve of the magnetostriction, the so-called *Butterfly*. It is shown, that the frequency dependent behavior of magnetic losses can be determined by the area of the hysteresis curves of magnetization, as well as by the area of the magnetostriction curves. Both areas are correlated over a frequency independent multiplicative factor.

### Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Theoretische Grundlagen	2
2.1. Magnetisches Feld und Magnetisierung	2
2.2. Einmündungsgesetz	6
2.3. Magnetische Anisotropie	7
2.4. Magnetostriktion	9
2.5. Magnetische Hysterese	14
3. Messmethoden	21
3.1. Spannungsabhängige Hysterese-Messung	21
3.2. Small-Angle Magnetization Rotation (SAMR)-Methode	25
3.3. Magnetostriktionsmessung mit Hilfe von Dehnungsmessstreifen (DMS)	29
4. Resultate und Diskussion	32
4.1. Fe <sub>85</sub> Ga <sub>15</sub>	32
4.2. Fe <sub>66</sub> Co <sub>18</sub> Si <sub>1</sub> B <sub>15</sub> - VC7600	41
4.3. Co <sub>71</sub> Fe <sub>4</sub> B <sub>15</sub> Si <sub>10</sub>	44
4.4. Fe <sub>83.5</sub> Si <sub>16.5</sub>	46
4.5. Fe <sub>56.7</sub> Ni <sub>10</sub> Si <sub>33.3</sub>	47
4.6. Fe <sub>100-x</sub> Mn <sub>x</sub>	50
4.7. Ni-Ringkerne	52
5. Zusammenfassung	60
Literaturverzeichnis	62
Anhang	66

#### 1. Einleitung

Magnetostriktion ist ein wichtiger Parameter, der magnetisch ordnende Materialien charakterisiert. Unter Magnetostriktion versteht man die Längen- oder Volumsänderung eines Werkstoffes verursacht durch das Eintreten einer magnetischen Ordnung, infolge des Anlegens eines externen beziehungsweise Magnetfeldes. Diese Längenänderung kann weniger als 0.01 ppm sein aber auch 1000 ppm betragen. Für weichmagnetische industriell genutzte Materialien, wie zum Beispiel Fe3%Si (Elektrostahl) oder Finemet wünscht man eine kleine Magnetostriktion um magnetoelastische Energieverluste zu minimieren. Für Sensoroder Aktuatoranwendungen sucht man nach Materialien mit hoher Magnetostriktion um einen guten magnetomechanischen Kopplungsfaktor (und damit verbundene Empfindlichkeit) zu erzielen. Neben der physikalisch interessanten Größe der Magnetostriktion spielt bei so kleinen Längenänderungen auch die verwendete Messtechnik eine wichtige Rolle.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden verschiedenste magnetostriktive Messungen mit vorhandenen Messsystemen durchgeführt und bezüglich der erzielbaren Genauigkeit verglichen. Physikalisch motiviert wurden Proben verschiedener Zusammensetzung bezüglich ihrer magnetischen und magnetostriktiven Eigenschaften untersucht und deren Verhalten analysiert. Ziel der folgende Arbeit ist es sowohl messtechnisch bedingte Grenzen und Probleme aufzeigen, als auch physikalisch interessante Resultate an zum Teil neuen Systemen zu präsentieren.

Um sinnvolle und vor allem richtige Ergebnisse zu erhalten, ist die Wahl der geeigneten Messmethode genauso wichtig wie die Vermeidung möglicher systematischer Fehler.

Es wurden daher Magnetostriktionsmessungen mit verschiedenen Methoden bei Proben gleicher Zusammensetzung durchgeführt, um die erhaltenen Resultate und deren Fehler vergleichen zu können.

#### 2. Theoretische Grundlagen

Im folgenden Kapitel wird ein kurzer Überblick über die benötigten theoretischen Grundlagen des Magnetismus vermittelt, welche für das Verständnis der verwendeten Messmethoden, die Auswertung der Messdaten, sowie die Interpretation der erhaltenen Resultate nötig sind.

#### 2.1. Magnetisches Feld und Magnetisierung

Das Konzept eines magnetischen Feldes ist eine der grundlegendsten Ideen in der Geschichte des Magnetismus. Ein magnetisches Feld wird erzeugt sobald sich eine elektrische Ladung in Bewegung befindet, wie schon H. C. Oersted im Jahre 1819 anhand von elektrischem Strom in einem Leiter nachweisen konnte [O20]. Die Existenz eines Magnetfeldes verursacht eine Energie, wobei die Kraft in diesem Bereich wiederum proportional dem Gradienten dieser Energie ist. Diese lässt sich durch das Drehmoment einer Kompassnadel, welche ein Beispiel für ein magnetisches Dipolmoment darstellt, oder der Beschleunigung und Bewegung von elektrisch geladenen Teilchen nachweisen.



Abb. 2.1.1 Körper im Magnetfeld: (a) Kompassnadel, (b) homogen magnetisiertes Material [S08]

Gemäß dem Ampèreschen Gesetz führt ein magnetisches Feld *H*, erzeugt durch einen elektrischen Strom in einem Material, zur magnetische Induktion *B* in diesem. Das Verhältnis zwischen der magnetischen Induktion und dem magnetischen Feld wird dabei als die Permeabilität  $\mu$  bezeichnet und ist eine Materialeigenschaft. Die magnetische

Permeabilität des Vakuums, die magnetische Feldkonstante  $\mu_0$ , kann somit als Proportionalitätskonstante definiert werden.

$$\boldsymbol{B} = \boldsymbol{\mu} \boldsymbol{H} \tag{1}$$

Der magnetische Fluss  $\Phi$  wird über die magnetische Induktion als Flussdichte über eine Fläche *A* definiert,

$$\boldsymbol{\Phi} = \int\limits_{A} \boldsymbol{B} \cdot d\boldsymbol{A} \tag{2}$$

wird somit vom magnetischen Feld verursacht, und ist daher sowohl von dessen Feldstärke als auch vom Medium abhängig.

Das Drehmoment au eines magnetischen Dipols mit dem Moment m im externen Magnetfeld der Flussdichte ist gegeben durch

$$\boldsymbol{\tau} = \boldsymbol{m} \times \boldsymbol{B}$$
 mit  $\boldsymbol{m} = \frac{\boldsymbol{\Phi}}{\mu_0} l$ , (3)

wobei die Polstärke nach Sommerfeld Konvention mit  $\Phi/\mu_0$  anzunehmen ist und l den Abstand zwischen den zwei Polen darstellt.

Die Magnetisierung M eines Materials wird dabei als magnetisches Moment pro Volumseinheit V definiert.

$$\boldsymbol{M} = \frac{\boldsymbol{m}}{V} = \frac{\boldsymbol{\Phi}}{\mu_0 A} = \frac{\boldsymbol{B}}{\mu_0} \tag{4}$$

Was dazu führt, dass unter der Voraussetzung keiner Einflussnahme externer elektrischer Ströme beziehungsweise magnetischer Felder, sich eine vergleichbare Relation der magnetischen Induktion zur Magnetisierung wie zum magnetischen Feld ergibt. Wie man sieht, tragen sowohl das magnetische Feld als auch die Magnetisierung zur magnetischen Induktion bei, wobei das magnetische Feld durch äußere elektrische Ströme erzeugt und die Magnetisierung als Resultat der Wechselwirkung zwischen den Spins und Bahndrehimpulsen der für den Magnetismus "verantwortlichen" Elektronen (3d oder 4f Elektronen) innerhalb des Materials hervorgerufen wird.

$$\boldsymbol{B} = \mu_0 (\boldsymbol{H} + \boldsymbol{M}) \tag{5}$$

Dabei wird das Verhältnis zwischen Magnetisierung und magnetischem Feld als Suszeptibilität  $\chi$  definiert.

$$\chi = \frac{M}{H} \tag{6}$$

$$\mu = \mu_0(\chi + 1) = \mu_0 \mu_r \tag{7}$$

Die Permeabilität ist somit das Produkt der magnetische Feldkonstante und der relativen Permeabilität  $\mu_r$ .

$$\boldsymbol{J} = \boldsymbol{\mu}_0 \boldsymbol{M} \tag{8}$$

$$\boldsymbol{J} = \boldsymbol{B} - \boldsymbol{\mu}_0 \boldsymbol{H} \tag{9}$$

Die magnetische Polarisation *J* kann man über die Magnetisierung und magnetische Feldkonstante definieren. Sie stellt die Differenz zwischen magnetischer Induktion in Materie und Vakuum dar und wird daher auch als intrinsische magnetische Flussdichte bezeichnet.

Wie in Abb. 2.1.2 schematisch dargestellt ist, wird das Magnetisierungsverhalten M(H)eines ferromagnetischen Materials bei angelegtem externen Magnetfeld H durch seine Hystereseschleife beschrieben. Die Form der Hysterese ist dabei durch die Existenz von beziehungsweise die Bewegung der Domänwände Domänen bestimmt. Von magnetischer Sättigung beziehungsweise Sättigungsmagnetisierung  $M_s$  spricht man falls, makroskopisch gesehen, alle magnetischen Momente parallel zum externen Magnetfeld stehen. Als Koerzitivfeldstärke  $H_c$  definiert man jenen Punkt der gesättigten Hystereseschleife [K49] an dem die Magnetisierung gleich Null ist (M = 0), also bei jenem angelegten Feld  $-H_c$ , welches benötigt wird um das Material, ausgehen von der materialspezifischen Restmagnetisierung (magnetischen Remanenz  $M_r$ ) zu entmagnetisieren ( $M = 0, H = -H_c$ ).



**Abb. 2.1.2** Schematische Darstellung der Hysterese der Magnetisierung M(H) mit Anordnung der Domäne [S08]

Verantwortlich für die Hysterese des Magnetisierungsverhalten ist die Existenz magnetischer Domänen, welche durch Domänwände getrennt sind. Dabei ist die Bildung und Bewegung der Domänwände durch Pinningzentren der Mikrostruktur oder auch durch Nukleation, der Ausbildung von Domänen entgegengesetzter Magnetisierungsrichtung innerhalb magnetisch gesättigter Regionen, bestimmt. Daher liegt es auch nahe phänomenologisch anhand der Neukurve, der Magnetisierungskurve ausgehend vom entmagnetisiertem Zustand (M = 0, H = 0), zwischen Nukleation-Typ (Abb. 2.1.3 (a)) und Pinning-Typ (Abb. 2.1.3 (b)) entsprechend des dominierenden Effekts des Magnetisierungsverhaltens M(H) zu unterscheiden [B98].



**Abb. 2.1.3** Schematische Darstellung der Neukurve der Magnetisierung: (a) Nukleation-Typ, (b) Pinning-Typ [B98]

Bei genauerer Betrachtung der Magnetisierungskurve M(H) (Abb. 2.1.4) kann man entsprechend der Form der Kurve zwischen energetisch reversiblen Domänwandverschiebungen (1), irreversiblen Domänwandverschiebungen (2) und Rotation der Magnetisierungsrichtung der Domänen (3) unterscheiden [K49].



Abb. 2.1.4 Dominante Effekte der Magnetisierung anhand der Magnetisierungskurve: (1) reversible,(2) irreversible Domänwandverschiebungen, (3) Rotation der Magnetisierungsrichtung [K49]

Eine analytische Betrachtung der Hysterese des Magnetisierungsverhaltens, sowie der Einfluss der Magnetostriktion auf diese findet sich in Kapitel 2.5.

#### 2.2. Einmündungsgesetz

In einem ferromagnetischen Material wird eine vollständige Ausrichtung der magnetischen Momente (magnetische Sättigung) erreicht wenn alle magnetischen Momente parallel zum externen Magnetfeld stehen. Dies findet bei einem polykristallinem Material theoretisch erst bei einem unendlich hohen externen Magnetfeld statt.

Bei einer realen Hysterese-Messung sollte man jedoch zwischen einer vollständigen Sättigung (bei  $H_{\infty}$ ), und einer technisch möglichen Sättigungsmagnetisierung  $M_{s}$ , wo das Materials als eine einzige magnetische Domäne betrachtet werden kann, unterscheiden. Denn selbst wenn alle magnetischen Domänen parallel zur Feldrichtung ausgerichtet sind, kann es bei weiterer Erhöhung der Feldstärke zu einem sehr langsamen Anstieg der spontanen Magnetisierung kommen. Bei endlichen (T > 0 K)Temperaturen führt die thermische Energie dass die dazu. Magnetisierungsvektoren um die Feldrichtung präzedieren und erst bei sehr hohen Feldstärken vollständig ausgerichtet werden können. Hinzu können Effekte wie das Aufspalten des Bandes (Zeeman-Effekt), Spinwellen oder auch paramagnetische Verunreinigungen kommen.

Schon früh wurde nach einer mathematischen Beschreibung der Magnetisierung nahe der Sättigung gesucht, um die Magnetisierungskurve extrapolieren zu können. So verwendete P. Weiss schon im Jahre 1910 eine dem späteren Einmündungsgesetz ähnliche Form [W10].

$$M = M_s \left( 1 - \frac{aM_s}{H} + \left(\frac{aM_s}{H}\right)^2 + \cdots \right)$$
(10)

Das Einmündungsgesetz der Magnetisierung (*Law of Approach to Saturation*) wurde ebenfalls als Potenzreihe des magnetischen Feldes definiert [B39], wobei der lineare kH Term der zuvor erwähnten erzwungenen Magnetisierung bei hohen Feldern entspricht.

$$M = M_s \left( 1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2} - \cdots \right) + kH$$
(11)

Dabei entsprechen die Fitparameter verschiedenen physikalischen Bedeutungen: a stellt einen Inhomogenitätsparameter (Poren, Konzentrationsfluktuationen, ...) des Materials dar, b ist proportional zur magnetischen Anisotropie und k spiegelt die Hochfeld-Suszeptibilität wider.

#### 2.3. Magnetische Anisotropie

Der Ursprung spontaner Magnetisierung in ferro- und ferrimagnetischen Materialen liegt in der Austauschwechselwirkung der Spins, welche grundsätzlich isotrop ist und bei Änderung der Richtung der Magnetisierung zu keiner Änderung der inneren Energie führen sollte [C09]. Dies könnte jedoch nur in einem kubisch primitiven Gitter erfüllt sein. In realen Kristallstrukturen (fcc, bcc, hcp, ...) ist die Situation komplizierter. In ferro- und ferrimagnetischen Materialen gibt es immer ein oder mehrere magnetische Vorzugsrichtungen, sogenannte *easy axes*, der Magnetisierung. Nur durch Anlegen eines externen Feldes oder einer mechanischen Spannung (Zug oder Druck) ist es möglich eine Rotation der Magnetisierung aus dieser Vorzugsachse zu bewirken.

Dieses Phänomen der Abhängigkeit der inneren Energie von der Richtung der spontanen Magnetisierung wird als magnetische Anisotropie beziehungsweise magnetokristalline Anisotropie bezeichnet. Der Name ergibt sich aus der Tatsache, dass die Symmetrieeigenschaften durch die Kristallstruktur festgelegt sind.

Nach W. Heisenberg liegt die Ursache der magnetischen Wechselwirkung in der Interaktion benachbarter Spins  $S_i$  und  $S_i$  [H28]:

$$w_{ii} = -2J\boldsymbol{S}_i \cdot \boldsymbol{S}_i = -2JS^2 \cos \psi, \tag{12}$$

wobei *J* das Austauschintegral und  $\psi$  den Winkel zwischen den zwei Spins darstellt. Falls nun alle Spins parallel stehen, also bei  $\psi = 0$ , bleibt die Austauschenergie unabhängig von der veränderten Richtung der Magnetisierung und ist isotrop. Somit ist es nötig einen von der Kristallachse abhängigen Term einzuführen, um die magnetische Anisotropie zu erklären.



Abb. 2.3.1 Benachbarte Spins [C09]

Unter der Annahme, dass die benachbarten Spins einen Winkel  $\varphi$  mit der Bindungsachse (Kristallachse) einschließen, kann man die Energie des Spin-Paars abhängig vom Richtungscosinus mit Hilfe von Legendre-Polynomen darstellen als [C09]

$$w(r,\cos\varphi) = g(r) + l(r)\left(\cos^2\varphi - \frac{1}{3}\right) + q(r)\left(\cos^4\varphi - \frac{6}{7}\cos^2\varphi + \frac{3}{35}\right) + \cdots.$$
(13)

Dabei stellt der erste winkelunabhängige Term die Austauschwechselwirkung, der zweite den Dipol-Dipol-Wechselwirkungsterm, welcher formal der magnetischen Dipolwechselwirkung entspricht und der dritte die Quadrupol-Wechselwirkung dar. Anzumerken ist jedoch, dass es ebenfalls zu einer pseudodipolaren Wechselwirkung durch die Kopplung von magnetischen Momenten und Spins kommt, welche zu einer Überlappung der Wellenfunktion und somit einem 100 bis 1000 fach höherem Dipol Term führt, als man erwarte würde. Dies ist ein nur aus der Quantenmechanik verständlicher Effekt, welcher aber für die Größe der magnetischen Wechselwirkung von entscheidender Bedeutung ist.

Bei Annahme einer einfachen kubischen Struktur kann man so die magnetische Anisotropieenergie  $E_a$  als Summe über die Energien der einzelnen Spin-Paare annehmen.

$$E_a = \sum_i w_i \tag{14}$$

Auf Grund der mit dem Abstand zweier Atome stark abnehmenden Wechselwirkung scheint die Vereinfachung sich nur auf die nächsten Nachbaren zu beziehen sinnvoll, und lässt sich mit Hilfe des Richtungscosinus  $\alpha = (\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$  in Bezug zur Kristallachse zu

$$E_{a} = N \left\{ l \left( \alpha_{1}^{2} - \frac{1}{3} \right) + q \left( \alpha_{1}^{4} - \frac{6}{7} \alpha_{1}^{2} + \frac{3}{35} \right) + \cdots \right.$$

$$+ l \left( \alpha_{2}^{2} - \frac{1}{3} \right) + q \left( \alpha_{2}^{4} - \frac{6}{7} \alpha_{2}^{2} + \frac{3}{35} \right) + \cdots$$

$$+ l \left( \alpha_{3}^{2} - \frac{1}{3} \right) + q \left( \alpha_{3}^{4} - \frac{6}{7} \alpha_{3}^{2} + \frac{3}{35} \right) + \cdots \right\}$$

$$= Nq \left( \alpha_{1}^{4} + \alpha_{2}^{4} + \alpha_{3}^{4} \right) + \text{const.}$$

$$= -2Nq \left( \alpha_{1}^{2} \alpha_{2}^{2} + \alpha_{2}^{2} \alpha_{3}^{2} + \alpha_{3}^{2} \alpha_{1}^{2} \right) + \text{const.}$$
(15)

vereinfachen, wobei *N* die Anzahl der Atome pro Volumen angibt und *l* sowie *q* feldunabhängige Vorfaktor darstellen. Der Betrag in der ersten Klammer trägt dabei nur zum konstantem Term bei, da die Summe über alle Richtungen im kubischen Fall  $\sum_i \alpha_i^2 = 1$  ergibt. Weiters wurde die Beziehung  $\alpha_1^4 + \alpha_2^4 + \alpha_3^4 = 1 - 2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2)$  verwendet.

Im allgemeinen Fall ohne Einschränkung auf den nächsten Nachbaren kann man so die Energie der magnetischen Anisotropie eines kubischen Kristalls als

$$E_{a} = K_{0} + K_{1}(\alpha_{1}^{2}\alpha_{2}^{2} + \alpha_{2}^{2}\alpha_{3}^{2} + \alpha_{3}^{2}\alpha_{1}^{2}) + K_{2}\alpha_{1}^{2}\alpha_{2}^{2}\alpha_{3}^{2} + K_{3}(\alpha_{1}^{2}\alpha_{2}^{2} + \alpha_{2}^{2}\alpha_{3}^{2} + \alpha_{3}^{2}\alpha_{1}^{2})^{2} + \cdots$$
(16)

schreiben. Wie schon zuvor bei der Legendre-Polynom Entwicklung tragen auf Grund der hohen Symmetrie des kubischen Kristalls nur die geraden Potenzen von  $\alpha_i$  zur Potenzreihe bei, da im Falle ungerader Potenzen eine Änderung des Vorzeichens von  $\alpha_i$ den Magnetisierungsvektor wieder in eine Richtung äquivalent zur Originalrichtung K<sub>i</sub> sollte. Die feldunabhängigen Faktoren werden als bringen kubische Anisotropiekonstanten bezeichnet, wobei  $K_0$  im eigentlichen Sinne kein Teil der magnetischen Anisotropie ist, sondern die richtungsunabhängige Energie des Magnetisierungsprozesses beschreibt und somit die Qualität und Homogenität des Kristalls widerspiegelt [B39]. Ein Indiz für die Vorzugsrichtung der Magnetisierung im Material liefert  $K_1$  und entspricht nach Formel (15) gleich -2Nq, wobei l generell meist ein bis zwei Größenordnungen größer als q ist, was dazu führt, dass Kristalle mit geringer Symmetrie eine relativ große magnetische Anisotropie aufweisen. Während  $K_2$ die Abhängigkeit kristallographisch intermediärer Achsen wiedergibt und abhängig von Vorzeichen und Größe von  $K_1$  die Lage der *easy axis* beeinflusst [B36].

Für die meisten magnetischen Systeme sind die ersten beiden Anisotropiekonstanten ausreichend für die Beschreibung der Anisotropieenergie, da Terme höherer Ordnung vergleichbar nur einen sehr kleinen Betrag liefern und so vernachlässigt werden können.

Man sollte jedoch bedenken, dass die konventionell verwendeten Anisotropiekonstanten  $K_i$  symmetrischer Polynome entsprechend Gleichung (16) kein orthogonales System bilden und voneinander abhängig sind. Daher empfiehlt es sich bei Verwendung Anisotropiekonstanten höherer Ordnung eine Linearkombination unabhängiger Anisotropiekonstanten zu verwenden [G78]. Ebenso ist es möglich, entsprechend einer kubischen Struktur des Kristalls, die Energie der magnetischen Anisotropie mit Hilfe eines Satzes orthogonaler kubisch harmonischer Schwingungen zu entwickeln und so abhängig von den entsprechenden Kugelflächenfunktionen Informationen über die Bandstruktur sowie die Aufenthaltswahrscheinlichkeiten der Elektronen zu erhalten [M66, F68].

#### 2.4. Magnetostriktion

Unter Magnetostriktion versteht man im Allgemeinen die Längen- oder Volumsänderung eines Materials während eines Magnetisierungsprozesses oder bei Einsetzen eines magnetischen Ordnungszustandes (T < T<sub>c</sub>). Phänomenologisch unterscheidet man hier zwischen der spontanen Magnetostriktion, begründet durch magnetische Ordnung der Momente in Domänen bei Unterschreiten der Curie Temperatur, und einer durch äußere magnetische Felder verursachten Magnetostriktion, wobei sich hier die Domänen in Feldrichtung ausrichten und es dadurch zu einer linearen Änderung der Länge (parallel beziehungsweise auch senkrecht zum Feld) kommt. In beiden Fällen definiert man die richtungsabhängige relative Längenänderung des Körpers als lineare Magnetostriktion  $\lambda$ .

Im einfachsten Fall einer ferromagnetischen Kugel mit Radius 1 und einer maximalen Längenänderung in Feldrichtung im gesättigten Zustand von  $(\Delta l/l)_{sat} = e$  (Abb. 2.4.1) kann man von einer Längenänderung

$$\frac{\Delta l}{l} = e \cos^2 \varphi \tag{17}$$

ausgehen.





Im entmagnetisierten Zustand hingegen kann man von einer statistischen Gleichverteilung der Magnetisierungsrichtungen der Domänen ausgehen und einen Mittelwert über alle Winkel bilden, sodass die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  als Differenz zwischen der Länge im gesättigten Zustand  $(\Delta l/l)_{sat}$  und der Länge im entmagnetisierten Zustand  $(\Delta l/l)_{em}$  definiert werden kann.

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{em} = \int_{0}^{\pi/2} e \cos^2 \varphi \sin \varphi d\varphi = \frac{e}{3}$$
(18)

$$\lambda_s = \left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{sat} - \left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{em} = \frac{2}{3}e$$
(19)

Dabei wurde angenommen, dass Ausdehnung *e* völlig unabhängig von der kristallographischen Richtung der spontanen Magnetisierung wäre.

Im Allgemeinen kann man diese Annahme jedoch nicht treffen, da der Ursprung der Magnetostriktion in der Wechselwirkung der atomaren magnetischen Momente (Spins) mit dem Bahndrehimpuls L liegt (Spin-Bahn-Kopplung) und somit ähnlich wie die magnetische Anisotropie zu verstehen ist [N54]. Nach Gleichung (13) repräsentiert der

erste Term g(r) der Wechselwirkungsenergie eine richtungsunabhängige Kristalldeformation, welche zu einer geringen Änderung des Volumens führt und somit der Volumsmagnetostriktion entspricht, und der zweite die schon erwähnte richtungsabhängige Dipol-Dipol-Wechselwirkung, welche den eigentliche Ursprung der Magnetostriktion darstellt. Höhere Terme liefern dabei nur einen geringen Beitrag zur Energie und können meist vernachlässig werden.

Abhängig von dem Richtungscosinus der Magnetisierung  $\boldsymbol{\alpha} = (\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$  und dem der Paarbindung  $\boldsymbol{\beta} = (\beta_1, \beta_2, \beta_3)$  der Spins führt dies zur Wechselwirkungsenergie

$$w(r,\varphi) = g(r) + l(r) \left\{ (\alpha_1 \beta_1 + \alpha_2 \beta_2 + \alpha_3 \beta_3)^2 - \frac{1}{3} \right\} + \cdots.$$
(20)

Im Falle kubischer Symmetrie gelangt man so zur bekannten Becker-Döring Relation [B39]

$$\frac{\Delta l}{l}(\alpha_{i},\beta_{i}) = h_{0} + h_{1}\left(\alpha_{1}^{2}\beta_{1}^{2} + \alpha_{2}^{2}\beta_{2}^{2} + \alpha_{3}^{2}\beta_{3}^{2} - \frac{1}{3}\right) + 2h_{2}(\alpha_{1}\alpha_{2}\beta_{1}\beta_{2} + \alpha_{2}\alpha_{3}\beta_{2}\beta_{3} + \alpha_{1}\alpha_{3}\beta_{1}\beta_{3}) + \dots,$$
(21)

wobei die  $h_i$  den Becker-Döring-Magnetostriktionskonstanten entsprechen und auch hier höhere Terme vernachlässigt wurden. Falls der Kristall nun unter einem mechanischen Spannungszustand steht, ändert sich von jedem Spin-Paar sowohl die Richtung  $\beta$  als auch die Distanz r der Bindung. Die Energie kann nun abhängig von der Spannung des Kristallgitters und der Richtung der Domänen-Magnetisierung gesehen werden und wird als magnetoelastische Energie bezeichnet.

Der richtungsabhängige Teil der freien Energie setzt sich so aus der Energie der magnetischen Anisotropie  $E_a$  (siehe Gleichung (16)), der magnetoelastischen Energie [L55, K49]

$$E_{mel} = B_1 \left\{ \varepsilon_{xx} \left( \alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) + \varepsilon_{yy} \left( \alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) + \varepsilon_{zz} \left( \alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) \right\}$$

$$+ B_2 \left( \varepsilon_{xy} \alpha_1 \alpha_2 + \varepsilon_{yz} \alpha_2 \alpha_3 + \varepsilon_{zx} \alpha_3 \alpha_1 \right)$$
(22)

und der elastischen Energie [N76]

$$E_{el} = \frac{1}{2}c_{1111}(\varepsilon_{xx}^{2} + \varepsilon_{yy}^{2} + \varepsilon_{zz}^{2}) + c_{1122}(\varepsilon_{yy}\varepsilon_{zz} + \varepsilon_{zz}\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{xx}\varepsilon_{yy}) + \frac{1}{2}c_{4444}(\varepsilon_{xy}^{2} + \varepsilon_{yz}^{2} + \varepsilon_{zx}^{2})$$
(23)

zusammen. Die  $B_i$  stellen die magnetoelastischen Konstanten,  $\varepsilon_{ij}$  die Längenänderung in jeweiliger Richtung und  $c_{ijkl}$  die Koeffizienten des Elastizitätsmodul dar. Der

Gleichgewichtszustand wird dabei erreicht wenn die freie Energie E bei Verformung und konstanter Spannung ein Minimum annimmt.

$$\frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{ij}}\Big|_{\widetilde{\sigma}=const.} = \frac{\partial}{\partial \varepsilon_{ij}} (E_a + E_{mel} + E_{el})\Big|_{\widetilde{\sigma}=const.} = 0$$
(24)

Somit erhält man für die richtungsabhängige Längenänderung aus

$$\frac{\Delta l}{l}(\varepsilon_{ij},\beta_i) = \varepsilon_{xx}\beta_1^2 + \varepsilon_{yy}\beta_2^2 + \varepsilon_{zz}\beta_3^2 + \varepsilon_{xy}\beta_1\beta_2 + \varepsilon_{yz}\beta_2\beta_3 + \varepsilon_{zx}\beta_3\beta_1$$
(25)

in Abhängigkeit vom Richtungscosinus der Magnetisierung:

$$\frac{\Delta l}{l} (\alpha_i, \beta_i) = \frac{B_1}{c_{1122} - c_{1111}} \left( \alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3} \right) - \frac{B_2}{c_{4444}} (\alpha_1 \alpha_2 \beta_1 \beta_2 + \alpha_2 \alpha_3 \beta_2 \beta_3 + \alpha_3 \alpha_1 \beta_3 \beta_1).$$
(26)

Für die Magnetisierung in der [100] Richtung, mit  $\alpha_1 = \beta_1 = 1$  und  $\alpha_2 = \alpha_3 = \beta_2 = \beta 3 = 0$  erhält man daher eine Längenänderung von

$$\lambda_{100} = \frac{2}{3} \frac{B_1}{c_{1122} - c_{1111}} \tag{27}$$

beziehungsweise für [111]

$$\lambda_{111} = -\frac{1}{3} \frac{B_2}{c_{4444}}.$$
(28)

Somit kann man die Becker-Döring-Magnetostriktionskonstanten  $h_i$  aus Gleichung (21) als Längenänderung der jeweiligen kristallographischen Raumrichtungen identifizieren:

$$\frac{\Delta l}{l} (\alpha_i, \beta_i) = \frac{3}{2} \lambda_{100} \left( \alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3} \right) 
+ \frac{3}{2} \lambda_{111} (2\alpha_1 \alpha_2 \beta_1 \beta_2 + 2\alpha_2 \alpha_3 \beta_2 \beta_3 + 2\alpha_3 \alpha_1 \beta_3 \beta_1).$$
(29)

Für ein isotropes Material ergibt sich so die Magnetostriktion  $\lambda$  zu

$$\lambda = \frac{3}{2}\lambda_s \left(\cos^2\theta - \frac{1}{3}\right),\tag{30}$$

da in diesem Fall richtungsunabhängig die Längenänderung in [100] und [111] der Sättigungsmagnetostriktion parallel zum magnetischen Feld *H* entspricht:  $\lambda_s = \lambda_{\parallel} = \lambda_{100} = \lambda_{111}$ , wobei  $\cos \theta = \sum_i \alpha_i \beta_i$  den Winkeln zwischen Magnetisierung *M* und gemessener Spannungsrichtung  $\beta$  angibt. Die Magnetostriktion senkrecht zu H ergibt somit für den isotropen Fall  $\lambda_{\perp} = -\lambda_{\parallel}/2$ , was der Volumsänderung Null entspricht. Es kann angenommen werden, dass dies die Magnetostriktion amorpher Materialen gut beschreibt.

Für polykristalline Materialien hingegen geht man von einer zufälligen Gleichverteilung der Orientierungen und der Domänen aus und berechnet die durchschnittliche spontane Magnetostriktion  $\overline{\lambda}$ , wobei hier für die spontane Magnetostriktion, entsprechend Gleichung (19), durch Subtraktion des entmagnetisierten vom gesättigtem Zustands der -1/3 Term der Becker-Döring Relation (21) verschwindet [B60]:

$$\lambda(\alpha_{i},\beta_{i}) = h_{0} + h_{1}(\alpha_{1}^{2}\beta_{1}^{2} + \alpha_{2}^{2}\beta_{2}^{2} + \alpha_{3}^{2}\beta_{3}^{2}) + 2h_{2}(\alpha_{1}\alpha_{2}\beta_{1}\beta_{2} + \alpha_{2}\alpha_{3}\beta_{2}\beta_{3} + \alpha_{1}\alpha_{3}\beta_{1}\beta_{3}) + \dots$$
(31)



Abb. 2.4.2 Koordinatensystem [B60]: 0X als Richtung der Magnetostriktionsmessung und 0Y als Richtung der Magnetisierung

Abhängig von der Richtung der Magnetostriktionsmessung zur jener der Magnetisierung lassen sich der Richtungscosinus  $\alpha$  und  $\beta$  abhängig von eingeschlossen Winkel  $\xi$  schreiben als:

$$\alpha_{1} = \cos \xi \sin \theta \cos \phi + \sin \xi (\cos \theta \cos \phi \cos \psi + \sin \phi \sin \psi)$$

$$\alpha_{2} = \cos \xi \sin \theta \sin \phi + \sin \xi (\cos \theta \sin \phi \cos \psi - \cos \phi \sin \psi)$$

$$\alpha_{3} = \cos \xi \cos \theta - \sin \xi \sin \theta \cos \psi$$

$$\beta_{1} = \sin \theta \cos \phi$$

$$\beta_{2} = \sin \theta \sin \phi$$

$$\beta_{3} = \cos \theta$$
(32)

Die Wahrscheinlichkeit einen Kristallit im Intervall  $(\theta + d\theta, \phi + d\phi, \psi + d\psi)$  der Messrichtung vorzufinden ist dabei  $(1/8\pi^2)\sin\theta \,d\theta \,d\phi \,d\psi$ , was zur polykristallinen spontanen Magnetostriktion

$$\bar{\lambda} = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} \lambda \sin\theta \, d\theta \, d\phi \, d\psi$$
(33)

führt. Nach Integration von Gleichung (31) erhält man<sup>1</sup>:

$$\bar{\lambda} = \left(h_0 + \frac{1}{5}h_1 - \frac{1}{5}h_2 + \cdots\right) + \left(\frac{2}{5}h_1 + \frac{3}{5}h_2 + \cdots\right)\cos^2\xi,\tag{34}$$

wobei man für eine isotrope Verteilung der Kristallite nach Gleichung (30) die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  aus der Differenz zwischen Magnetostriktion parallel  $\overline{\lambda_{\parallel}}$  und senkrecht  $\overline{\lambda_{\perp}}$  zum äußeren Magnetfeld berechnen kann.

$$\overline{\lambda_{\parallel}} - \overline{\lambda_{\perp}} = \frac{2}{5}h_1 + \frac{3}{5}h_2 + \dots = \frac{3}{2}\lambda_s \tag{35}$$

Abhängig von den zuvor berechneten Becker-Döring-Magnetostriktionskonstanten  $h_i$  ergibt sich so der Zusammenhang der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  mit den kristallographischen Raumrichtungen [100] und [111] für ein polykristallines, kubisches Material bei isotroper Gleichverteilung ohne Textur [A30, L55].

$$\lambda_s \approx \frac{4}{15}h_1 + \frac{2}{5}h_2 = \frac{2}{5}\lambda_{100} + \frac{3}{5}\lambda_{111}$$
(36)

#### 2.5. Magnetische Hysterese

Im allgemeinen Fall des thermodynamischen Gleichgewichts eines polykristallinen Ferromagneten kann man die Magnetisierung M als Mittelwert des kanonischen Ensemble betrachten [S93]:

$$M = \frac{\int_0^{\pi} M_s \cos\theta e^{-E_d(\theta)/k_B T} \sin\theta d\theta}{\int_0^{\pi} e^{-E_d(\theta)/k_B T} \sin\theta d\theta},$$
(37)

wobei  $\theta$  dem Winkel zwischen den magnetischen Momenten m der Domänen und dem angelegten Feld H entspricht. Die Sättigungsmagnetisierung  $M_s = Nm$  beinhaltet dabei die Anzahl N der Domänen pro Volumen. Die Energie der Domänen

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Eine detaillierte Berechnung bis hin zur 5ten Becker-Döring-Magnetostriktionskonstanten von R. R. Birss ist im Appendix von [B60] vorzufinden.

$$E_d(\theta) = -\mu_0 m H_{eff} \cos \theta \tag{38}$$

hängt dabei sowohl von den umgebenden Domänen als auch vom externen Feld *H* ab und kann als Beitrag eines effektiven Feldes  $H_{eff}$  gesehen werden. Ausgehend von den thermodynamischen Potentialen der freien Enthalpie *G* (Gibbs Energie), der freien Energie *A* (Helmholtz Energie) und der inneren magnetischen Energie  $U_{mag}$ :

$$G = U - TS + (3/2)\sigma\lambda$$

$$A = G + \mu_0 HM$$

$$U_{mag} = (1/2)\alpha\mu_0 M^2$$
(39)

lässt sich so das effektive Feld

$$H_{eff} = \frac{1}{\mu_0} \left( \frac{\partial A}{\partial M} \right)_T = H + \alpha M + \frac{3}{2} \frac{\sigma}{\mu_0} \left( \frac{\partial \lambda}{\partial M} \right)_T = H + \alpha M + H_\sigma$$
(40)

berechnen, wobei  $\alpha$  die Kopplungskonstante darstellt und neben dem externen Feld Hund dem Einfluss  $H_{\sigma}$  der magnetoelastischen Interaktion zwischen den Domänen, die magnetische Wechselwirkung  $\alpha M$  der Domänen beschreibt.

Löst man nun Gleichung (37) in Abhängigkeit vom effektiven Feld (40) [J83] erhält man über die Langevin Funktion  $\mathcal{L}(x) = \operatorname{coth}(x) - 1/x$  eine Gleichung für die Magnetisierung

$$M = M_s \mathcal{L}\left(\frac{H_{eff}}{Nk_B T/\mu_0 M_s}\right) \equiv M_a.$$
 (41)

Dabei muss man jedoch bedenken, dass es sich auf Grund der Voraussetzung des thermischen Gleichgewichts nur um die anhysteretische Magnetisierung  $M_a(H)$  handelt [S93].

Um den irreversiblen Beitrag der Magnetisierung einzubeziehen muss man die Bewegung der Domänwände bei verändertem Magnetfeld sowie deren Energieverluste hervorgerufen durch Pinning im Material beachten. Die Energiedissipation

$$E_{pin}(M) = k \int_{0}^{M} dM$$
(42)

kann man so, abhängig von einer Pinningkonstante k, welche einen mikrostrukturellen Parameter proportional zur Dichte und Energie der Pinningzentren darstellt, angeben. Die totale Energiedichte setzt sich so aus dem reversiblen Beitrag  $\int_0^M \mu_0 M_a dH_{eff}$ abzüglich der durch das Pinning bedingten Verluste zusammen.

$$\int_{0}^{M} \mu_0 M dH_{eff} = \int_{0}^{M} \mu_0 M_a dH_{eff} - k \int_{0}^{M} \left(\frac{dM}{dH_{eff}}\right) dH_{eff}$$
(43)

Differentiation nach dem effektiven Feld  $H_{eff}$  führt schlussendlich auf eine Gleichung für die Magnetisierung

$$M = M_a - \frac{\delta k}{\mu_0} \left( \frac{dM}{dH_{eff}} \right), \tag{44}$$

wobei der Parameter  $\delta$  das Vorzeichen des, dem externen Magnetfeldes H entgegengerichteten, Pinningverhaltens beschreibt und so bei ansteigenden Feld den Wert +1 und bei abfallenden Feld -1 annimmt. Die demnach irreversible Magnetisierung  $M_{irr}$  kann man so aus Gleichung (44) und (40) in Abhängigkeit vom externen Feld H bestimmen, um die Hysterese beschreiben zu können [S88].

$$\frac{dM_{irr}}{dH} = \frac{(M_a - M_{irr})}{\frac{\delta k}{\mu_0} - \left(\alpha + \frac{3}{2}\frac{\sigma}{\mu_0}\left(\frac{\partial^2 \lambda}{\partial M_a^2}\right)_T\right)(M_a - M_{irr})}$$
(45)

Um eine quantitativ bessere Beschreibung der hysteretischen Magnetisierung zu finden, kann man zusätzlich noch Beträge des Biegens der Domänwände bei Überschreiten des Pinningzentrums einbeziehen. Der Betrag  $M_b$  dieses Biegeverhaltens auf die Magnetisierung hat dabei keinen Einfluss auf die Energiedissipation und ist abhängig vom Verhältnis c der magnetischen Anfangssuszeptibilität zur anhysteretischen Suszeptibilität [J86].

$$M_{hys} = M_{irr} + M_b = M_{irr} + c(M_a - M_{irr})$$
(46)

Die Magnetisierung  $M_{hys}$  und somit auch Form der Hysterese ist dabei, bestimmt durch das effektive Feld  $H_{eff}$ , sowohl vom Pinning k, der materialspezifischen Kopplungskonstante  $\alpha$ , als auch vom Spannungszustand  $\sigma$ , sowie der Magnetostriktion  $\lambda$  abhängig. Für Materialien mit positiven  $d\lambda/dM$  kommt es so bei erhöhter Spannung nach Gleichung (45) ebenfalls zu einer steileren Hysteresekurve, wogegen Kompression eine flachere Kurve zur Folge hat [S87].

Um den Einfluss der Magnetostriktion  $\lambda$  in Abhängigkeit vom Spannungszustand näher beschreiben zu können, minimiert man entsprechend Gleichung (24) die freie Energie *E* in Abhängigkeit der Verformung

$$\left. \frac{\partial E}{\partial \varepsilon_{ij}} \right|_{\widetilde{\sigma}=const.} = \frac{\partial}{\partial \varepsilon_{ij}} \left( E_a + E_{mel} + E_{el} + \phi_{mag} \right) \right|_{\widetilde{\sigma}=const.} = 0, \tag{47}$$

wobei man zusätzlich den Beitrag der magnetischen Energie

$$\phi_{mag} = U_{mag} + \phi_{hys} = \frac{1}{2}\alpha\mu_0 M^2 + f(M - M_a), \tag{48}$$

bestehend aus der inneren magnetischen Energie  $U_{mag}$  (39) und dem hysteretischen Anteil  $\phi_{hys}$ , einbezieht.

Geht man hinsichtlich der elastischen Energie (23) in vereinfachter Weise von einer Spannung in z-Richtung aus:

$$E_{el} = \frac{1}{2}c_{1111}(\varepsilon_{xx}^{2} + \varepsilon_{yy}^{2} + \varepsilon_{zz}^{2}) + c_{1122}(\varepsilon_{yy}\varepsilon_{zz} + \varepsilon_{zz}\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{xx}\varepsilon_{yy}) + \frac{1}{2}c_{4444}(\varepsilon_{xy}^{2} + \varepsilon_{yz}^{2} + \varepsilon_{zx}^{2}) - \varepsilon_{zz}\sigma,$$
(49)

kann man so unter Annahme eines polykristallinen, isotropen Materials ohne Textur Gleichung (47) lösen [S93].

$$\varepsilon_{xy} = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{zy} = 0$$

$$\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} \equiv \varepsilon_{\perp} = -\nu \varepsilon_{zz}$$

$$E = \frac{(c_{1111} - c_{1122})(c_{1111} + c_{1122})}{c_{1111} + c_{1122}} = c_{1111} - 2c_{1122}\nu$$
(50)

Die Ausdehnung in x- und y-Richtung ist somit gleich und lässt sich über die Poissonzahl  $\nu$  abhängig von der Ausdehnung in Spannungsrichtung beschreiben. Ebenfalls wurde das Elastizitätsmodul *E* für den isotropen Fall verwendet.

Unter diesen Voraussetzungen gelangt man zum Ergebnis für die Ausdehnung  $\varepsilon_{zz}$  in Spannungsrichtung abhängig von der Magnetisierung:

$$\varepsilon_{zz} = \frac{\sigma}{E} - \frac{2}{3} \frac{B_1(1+\nu)}{E} + \frac{2}{3} \frac{B_1(1+\nu)}{E} \left\{ 1 - \frac{9E}{2B_1^2(1+\nu)^2} \left( \phi_{mag}(M) - \phi_{mag}(M_s) \right) \right\}^{1/2}.$$
(51)

Vergleicht man dieses Ergebnis mit der von Kornetzki phänomenologisch vorgeschlagenen Gleichung für den  $\Delta E$ -Effekt analog zur Änderung der Permeabilität für kleine magnetische Felder nach dem Rayleigh Gesetz ( $\mu = \mu_0 + vH$  mit  $v = d\mu/dH$ ) [K38]:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E_0} + \delta\sigma \qquad \text{mit} \qquad \delta = \frac{d(1/E)}{d\sigma}$$
(52)

und somit [L55]

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_{me} = \varepsilon_0 + \left(\frac{\sigma}{E'} + \frac{\sigma^2}{E''}\right) = \sigma\left(\frac{1}{E_0} + \frac{1}{E'} + \frac{\sigma}{E''}\right),\tag{53}$$

erkennt man die zu erwartende Beziehung der elastischen Ausdehnung  $\varepsilon_0 = \sigma/E_0$  und des magnetoelastischen Anteils  $\varepsilon_{me}$ , welche entsprechend Gleichung (51) bei magnetischer Sättigung verschwindet.



Abb. 2.5.1 Schematische Darstellung des  $\Delta E$ -Effekts [B93]

Ursache für den  $\Delta E$ -Effekt ist dabei die Ausrichtung der Domänen in Spannungsrichtung und die damit verbundene, von der Magnetostriktion abhängige, Ausdehnung. Wie in Abb. 2.5.1 dargestellt, ist diese zusätzliche Elongation in Relation zum elastischen Beitrag durch die materialspezifische Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  begrenzt und von der Beweglichkeit der Domänen abhängig. Für ein weichmagnetisches Material (S) macht sich so der Effekt im Vergleich zu einem Hartmagneten (H) schon bei geringerer Spannung bemerkbar. Wie schon erwähnt, verschwindet dieser Beitrag im magnetisierten Zustand. Das Elastizitätsmodul E eines ferromagnetischen Materials ist somit sowohl vom Spannungszustand als auch von der Magnetisierung abhängig.

Im Falle großer interner Spannung im Vergleich zu uniaxialer magnetischer Anisotropie  $(\lambda_s \sigma_i \gg K)$  lässt sich die magnetoelastische Ausdehnung  $\varepsilon_{me}$  aus Gleichung (30) für ein isotropes Material in Abhängigkeit einer kleinen Änderung des Winkels  $\theta$  berechnen [K33, B93]:

$$\varepsilon_{me} = \theta \frac{d\lambda}{d\theta} = 3\lambda_s \theta \sin \theta_0 \cos \theta_0, \tag{54}$$

wobei der Winkel der gerichteten Spannung in Abhängigkeit der internen Spannungszustände

$$\theta = \frac{\sigma}{\sigma_i} \sin \theta_0 \cos \theta_0 \tag{55}$$

bei Gleichverteilung der Spannungszustände ( $\sin^2 \theta_0 \cos^2 \theta_0 = 2/15$ ) zu dem Resultat

$$\varepsilon_{me} = \frac{2\lambda_s \sigma}{5\sigma_i}$$
 beziehungsweise  $\Delta\left(\frac{1}{E}\right) = \frac{2\lambda_s}{5\sigma_i}$  (56)

führt. In Abhängigkeit der Anfangssuszeptibilität  $\chi_a = 2M_s^2/9\lambda_s\sigma_i$  [B30, L55] erhält man so mit

$$\Delta\left(\frac{1}{E}\right) = \frac{9\lambda_s^2\chi_a}{5M_s^2} \tag{57}$$

die bekannten Relationen der Änderung des Elastizitätsmoduls  $\Delta(1/E) = a\lambda_s^2/C$  [B39] und  $\Delta E \propto M_s^2$  unterhalb der magnetischen Sättigung [B37, T39].

Vergleicht man nun dieses Ergebnis (56) mit dem magnetoelastischen Beitrag der Ausdehnung aus Gleichung (51) erkennt man die übereinstimmende Abhängigkeit für den isotropen Fall bezüglich der magnetoelastischen Konstante  $B_1$ , entsprechend der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  (29)(30) und der Spannung  $\sigma$ :

$$\Delta\left(\frac{1}{E}\right) = \frac{\varepsilon_{me}}{\sigma} = \frac{\varepsilon_{zz} - \varepsilon_0}{\sigma} \propto \frac{B_1}{\sigma} \propto \frac{\lambda_s}{\sigma}.$$
(58)

Die Magnetostriktion selbst ist entsprechend Gleichung (19) als Differenz der magnetoelastischen Ausdehnung des magnetisierten  $\varepsilon_{me}(M)$  und entmagnetisierten Zustands  $\varepsilon_{me}^{0}$  definiert:

$$\lambda = \frac{2}{3} (\varepsilon_{me}(M) - \varepsilon_{me}^{0}), \tag{59}$$

wobei man bei magnetischer Sättigung  $M = M_a = M_s$  nach (51) die Kopplungskonstante  $\alpha$  des effektiven Feldes (40) zur Bestimmung der Hysterese der Magnetisierung (45) ermitteln kann:

$$\frac{3}{2}\lambda_s = -\frac{2B_1(1+\nu)}{3E} \left\{ \left[ 1 + \left(\frac{3E}{2B_1(1+\nu)}\right)^2 \frac{\alpha\mu_0}{E} M_s^2 \right]^{1/2} - 1 \right\}.$$
 (60)

Somit ist jene in dieser Näherung kein freier Parameter, sondern zur Gänze experimentell bestimmbar [S93].

Zur Beschreibung der magnetostriktiven Hysterese, oft als *Butterfly* bezeichnet, genügt dies jedoch nicht, da man im nicht gesättigten Zustand den, von der irreversiblen Magnetisierung abhängigen, hysteretischen Anteil der magnetischen Energie (48) ermitteln muss. M. Sablik und D. Jiles verwenden in ihrem Model dazu den Beitrag

$$\phi_{hys} = \frac{1}{2}\mu_0 \alpha'' (M_a - M)^2 - \mu_0 \alpha' (M_a - M)H$$
(61)

um das hysteretische Verhalten der Magnetostriktion beschreiben zu können [S93]. Dabei spiegelt der erste Term die Remanenz der Magnetostriktion im Nullfeld und der zweite das hysteretische Verhalten abhängig von der Magnetisierung wieder. Beide Parameter  $\alpha'$  und  $\alpha''$  lassen sich so experimentell über die Hysterese der Magnetostriktion bei  $\lambda(H = 0, M = M_r)$  beziehungsweise  $\lambda(H = H_c, M = 0)$  und  $M_a(H = H_c, M = 0)$  bestimmen.

Zusammenfassend kann man sagen, dass sowohl Magnetisierung als auch Magnetostriktion vom wirkenden Magnetfeld, wie auch von einander, abhängen sind und eine strikt getrennte Betrachtung nicht wirklich möglich ist. Dynamische und temperaturbedingte Einflüsse wurden im vorgestellten statischen Modell hingegen vernachlässigt.

#### 3. Messmethoden

Zur Messung der Magnetostriktion an diversen Proben wurden verschiedene Messmethoden gewählt. Ziel hierbei war Methoden zu vergleichen, beziehungsweise die erhaltenen Messergebnisse zu evaluieren. Jede Messmethode unterliegt dabei bestimmten natürlichen Grenzen, oder auch versuchsaufbaubedingten Einschränkungen dessen man sich bewusst sein sollte. So ist es von entscheidender Bedeutung für eine bestimmte Probe beziehungsweise auch Probengeometrie eine geeignete Messmethode zu finden. Außerdem sollten durch vergleichende Messungen mögliche systematische Fehler und experimentelle Einflüsse erkannt werden, um zu sinnvollen und vor allem richtigen Ergebnisse zu kommen.

#### 3.1. Spannungsabhängige Hysterese-Messung

Schon 1930 wurde von R. Becker und M. Kersten der Einfluss von elastischen Verzerrungen auf die Magnetisierungskurve diskutiert. Ausgehend von der totalen Energiedichte bestehend aus der durch das äußere Magnetfeld bestimmten magnetostatischen Energie und einer korrigierten Wechselwirkungsenergie des Dipolgitters, welche die magnetoelastische Energie widerspiegelt, erhält man so durch Minimierung eine mittlere magnetische Polarisation in Feldrichtung von [B30]:

$$\bar{J} = \frac{J_s^2}{3K_\lambda\sigma}H,\tag{62}$$

wobei es sich bei  $K_{\lambda}$  um die Kompression des Materials handelt und  $\sigma$  der Zugspannung entspricht.



Abb. 3.1.1 Spannungsfreigeglühter Nickeldraht unter Zug [B30]

Im Grenzfall einer hohen Zugspannung und linearen Suszeptibilität  $\chi = M/H$  kann bei Vernachlässigung geringer Remanenz (Abb. 3.1.1) beziehungsweise Verwendung der anhysteretischen Magnetisierungskurve die linear extrapolierte magnetische Feldstärke zur Erreichung der magnetischen Sättigung  $H_s$  als

$$H_s = \frac{3K_\lambda\sigma}{J_s} \rightarrow \lambda_s = -\frac{1}{3}J_s\frac{H_s}{\sigma}$$
 (63)

ausgedrückt werden.

Zum gleichen Ergebnis gelangt man über die magnetoelastische Energie  $E_{mel}$  (siehe Gleichung (22)) unter Zugspannung  $\sigma$  mit

$$\varepsilon_{xx} = -\sigma \{ s_{11} \gamma_1^2 + s_{12} (\gamma_2^2 + \gamma_3^2) \}$$

$$\varepsilon_{xy} = -\sigma s_{44} \gamma_1 \gamma_2,$$
(64)

wobei  $s_{ij}$  die elastischen Spannungskoeffizienten und  $\gamma$  den Richtungscosinus der Zugspannung angibt. Welche sich für ein isotropes Material mit  $\lambda_{100} = \lambda_{111} = \lambda_s$  und der entsprechenden Beziehung  $B_2(c_{1111} - c_{1122}) = 2B_1c_{4444}$  nach Gleichungen (27)(28) bezüglich des Winkels  $\cos \theta = \sum_i \alpha_i \gamma_i$  zwischen Magnetisierung und Zugrichtung mit der bekannten Beziehung des Elastizitätsmoduls  $s_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl}$  zu

$$E_{mel} = \frac{3}{2}\lambda_s\sigma\sin^2\theta \tag{65}$$

vereinfachen lässt [K49]. Zusammen mit der magnetostatischen Energie  $E_{stat}$  in Feldrichtung des äußeren Magnetfeldes bei Sättigung des Materials

$$E_{stat} = -\boldsymbol{H} \cdot \boldsymbol{J} = H_s J_s \cos\theta \tag{66}$$

ergibt die Minimierung der totalen Energiedichte in Abhängigkeit vom Winkel  $\theta$ :

$$0 = \frac{\partial}{\partial \theta} (E_{stat} + E_{mel}) = \frac{\partial}{\partial \theta} \left( H_s J_s \cos \theta + \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta \right).$$
(67)

Unter der Voraussetzung, dass die Zugrichtung in Feldrichtung liegt und man so von einem kleinen Winkel  $\theta$  zwischen Magnetisierung und Spannung ausgehen kann, lässt sich die Magnetostriktion mit der Näherung  $\cos \theta \approx 1$  analog zu Gleichung (63) schreiben als

$$\lambda_s = -\frac{1}{3} J_s \frac{H_s}{\sigma}.$$
 (68)

Somit lässt sich die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  über die mit dem Einmündungsgesetz ermittelten Sättigungspolarisation  $J_s$  mittels spannungsabhängiger Hysterese-Messungen bestimmen. Dazu wird das für die Sättigung erforderliche magnetische Feld bei Sättigung  $H_s$  linear extrapoliert. Es empfiehlt sich den Differenzenquotient  $\Delta H_s/\Delta\sigma$ der Messserie zu verwenden, da der Absolutwert der außen angelegte Spannung nicht zwingend dem inneren Spannungszustand des Materials entspricht:

$$\lambda_s = -\frac{1}{3} J_s \frac{\Delta H_s}{\Delta \sigma}.$$
 (69)

Geeignet ist diese Messmethode für Drähte und dünne, weichmagnetische Bänder mit geringer Koerzitivfeldstärke und negativer beziehungsweise geringer positiver Magnetostriktion, um die Formänderung der Hysterese unter Zugspannung experimentell gut zu bestimmen und  $\Delta H_s/\Delta\sigma$  ermitteln zu können. Hinsichtlich des Verhaltens unter Kompression bei Bulk-Proben verhält es sich der magnetoelastische Term entsprechend umgekehrt.

#### Anmerkungen zu lokalen Messsystemen

Im Zuge dieser Arbeit wurden Hysterese-Messungen an dünnen Bändern, Ringkernen und Bulk-Proben mit Hilfe unterschiedlicher Pick-up Spulensysteme durchgeführt um die magnetische Induktion messen zu können. Für niedrige Frequenzen empfiehlt sich dazu die Verwendung eines analogen Integrators (Fluxmeter) innerhalb seiner frequenzabhängigen Grenzen zur Erfassung der induzierten Spannung zu verwenden, um mögliche Fehler bei der numerischer Integration auf Grund des hohen Rauschanteils bei niedrigen Frequenzen vermeiden zu können. Zusätzlich kann es im Falle einer zu geringen Anzahl an Messpunkte, also einer zu geringen verwendeten Sampling-Rate, zu einem numerischen Integrationsfehler an den steilen Flanken der induzierten Spannung kommen, welcher sich als fälschlich reduzierter Sättigungswert der Hysterese bemerkbar macht. Abb. 3.1.2 zeigt hinsichtlich dieser Problematik einen Vergleich von Hysterese-Messungen an einem Fe3%Si-Ringkern bei verschiedenen Sampling-Raten im Bereich von 5-100 kS/Sekunde (NI PCI-6120) im Vergleich zur Messung mit einem analogen Integrator (Steingroever EF3). Eine geeignete Wahl der Sampling-Rate ist dabei entscheidend für die numerische Integration (NI) um sowohl die Remanenz als auch die Form der Hysterese richtig wiedergeben zu können [H14].



Abb. 3.1.2 Hysterese gemessen an einem polykristallinen Fe3%Si Kern: Vergleich numerischer Integration zu analogem Integrator

Spannungsabhängig Hysterese-Messungen wurden quasistatisch mit Hilfe eines analogen Integrators Steingroever EF4 durchgeführt, wobei zu beachten ist, dass das vorhandene Messsystem punktweise das dreiecksförmige H Feld über eine Stromquelle generiert und es so zu einer Stufenfunktion in H(t) kommt, welche ebenfalls Stufen in der Hysterese hervorruft. Die Dauer und somit auch Frequenz der Messung ist dabei von der verwendeten Anzahl der Messpunkte abhängig, da die Ansteuerung, Erfassung und Auswertung jedes Punktes eine gewisse Zeitspanne benötigt. Wie Abb. 3.1.3 zeigt ist dabei die von D. Holzer empfohlene Anzahl von 400 Messpunkten zur Bestimmung der Koerzitivfeldstärke  $H_c$  weichmagnetischer Materialen nicht ausreichend [H98].









Da bei stark erhöhter Messdauer, welche die benötigte Anzahl der Messpunkte für eine glatte Hysterese ermöglichen würde, die Drift des Integrators immer größer wird, empfiehlt sich eine Messserie im quasistatischen Bereich mit verschiedener Anzahl von Messpunkten und anschließende Extrapolation auf den tatsächlichen Absolutwert der Koerzitivfeldstärke.

Zur Messung der angelegten Zugspannung wurde ein Kraftsensor (Burster 8431-200-V 501) in Verbindung mit einem Messverstärker (HBM KWS 511.A 5 kHz) verwendet. Die magnetische Polarisation *J* wurde mittels analogem Integrator (Steingroever EF4) gemessen und das angelegte quasistatische Feld mit Hilfe eines Kepco BOP 100-4M beziehungsweise Siemens DC-Konstanter 13A als Stromversorgung generiert [H98].

# 3.2. Small-Angle Magnetization Rotation (SAMR)-Methode

Zur Messung der Magnetostriktion amorpher Bänder und Drähte wurde von K. Narita die Small-Angle Magnetization Rotation-Methode als einfache und gleichermaßen sehr sensitive Messtechnik entwickelt [N80]. Dabei wird ein dünnes Band in Längsrichtung mit Hilfe eines konstanten Magnetfeldes  $H_{\parallel}$  nahezu gesättigt. Gleichzeitig rotiert der Magnetisierungsvektor **M** durch ein transversales Wechselstromfeld  $H_{\perp}e^{i\omega t}$  aus der Bandachse und oszilliert um jene. Der Winkel  $\theta$  der Magnetisierung wird so bei angelegter Zugspannung in Richtung der Bandachse abhängig von deren Stärke verändert (Abb. 3.2.1).



Abb. 3.2.1 Schematische Darstellung der SAMR-Methode [N80]

Die totale Energiedichte ist dabei gegeben durch die magnetostatische Energie  $E_{stat} = -\mathbf{H} \cdot \mathbf{J}$ , die isotrope magnetoelastische Energie unter Zugspannung (siehe Gleichung (65)) und dem Energiebeitrag des entmagnetisierenden Feldes  $\mathbf{H}_d = N_d \mathbf{J}$ , wobei  $N_{\perp}$  und  $N_{\parallel}$  die entmagnetisierenden Faktoren senkrecht und parallel zur Bandachse darstellen:

$$E = -H_{\parallel}J_{s}\cos\theta - H_{\perp}J_{s}\sin\theta + \frac{3}{2}\lambda_{s}\sigma\sin^{2}\theta + \frac{1}{2}J_{s}^{2}(N_{\perp}\sin^{2}\theta + N_{\parallel}\cos^{2}\theta).$$
(70)

Minimierung nach dem Winkel  $dE/d\theta = 0$  liefert so unter Annahme einer kleinen Auslenkung des Magnetisierungsvektors ( $\cos \theta \approx 1$ ) verursacht durch das transversale Wechselstromfeld den Gleichgewichtszustand

$$\sin \theta = \frac{H_{\perp}}{H_{\parallel} + 3\lambda_s \sigma / J_s + J_s (N_{\perp} - N_{\parallel})}.$$
(71)

Über eine Pick-up Spule entlang der Bandachse kann der longitudinale Betrag der magnetischen Polarisation  $J_s \cos \theta$  gemessen werden. Die induzierte Spannung beträgt dabei

$$V_{ac} = -\frac{d\Phi}{dt} = -N \int_{A} \frac{dJ}{dt} \cdot dA = -NAJ_{s} \frac{d\cos\theta(t)}{dt} = NAJ_{s}\sin\theta \frac{d\theta(t)}{dt}$$
(72)

mit N als Windungsanzahl der Spule und A als Querschnittsfläche des Bandes. Unter Annahme eines sinusförmigen Wechselstromfelds

$$H_{\perp} = H_{\perp_{max}} \sin \omega t \tag{73}$$

kann man so die erste Oberwelle der induzierten Spannung bei kleinem Winkel mit  $\theta(t) = \theta_{max} \sin \omega t \approx \sin \theta_{max} \sin \omega t$  schreiben als

$$V_{2\omega} = \frac{1}{2} N A J_s \omega \sin^2 \theta_{max} \sin 2\omega t.$$
 (74)

Somit ergibt sich bei konstanter Frequenz des Wechselstromfelds ein linearer Zusammenhang zwischen der induzierten Spannung  $V_{2\omega}$  und dem Quadrat der maximalen Auslenkung des Magnetisierungsvektors. Die maximale Auslenkung lässt sich nach Gleichung (71) über das magnetoelastische Anisotropiefeld  $H_{me} = 3\lambda_s \sigma/J_s$  und das Form-Anisotropiefeld  $H_D = J_s(N_{\perp} - N_{\parallel})$  schreiben als

$$\sin \theta_{max} = \frac{H_{\perp max}}{H_{\parallel} + H_{me} + H_D},\tag{75}$$

wobei ersichtlich wird, dass bei konstant gehaltener Spannung  $V_{2\omega}$ , ebenfalls die maximale Auslenkung  $\theta_{max}$  und somit der Nenner in Gleichung (75) gleich bleiben muss. Daher ergibt sich nahe der magnetischen Sättigung bei Variation der Zugspannung bei konstanter Spannung  $V_{2\omega}(\sigma = 0) = V_{2\omega}(\sigma \neq 0)$  der einfache Zusammenhang

$$\Delta H_{\parallel} = -\Delta H_{me} \tag{76}$$

und man gelangt zum gleichen Ergebnis wie in Kapitel 3.1:

$$\lambda_s = -\frac{1}{3} J_s \frac{\Delta H_{\parallel}}{\Delta \sigma}.$$
(77)

Dabei wurde jedoch davon ausgegangen, dass der Magnetisierungsvektor gleichförmig um die Vorzugsrichtung entlang der Bandachse rotiert. In den meisten Fällen ist dies jedoch auf Grund lokaler innerer Spannungen, dem Skin-Effekt und vor allem dem hohem entmagnetisierenden Feld senkrecht zur Bandachse nicht gegeben. Vielmehr rotiert der Magnetisierungsvektor um eine Gleichgewichtsachse, welche sich von der Bandachse um den Winkel  $\alpha$  unterscheidet (Abb. 3.2.2).



Abb. 3.2.2 Gleichgewichtsachse des Magnetisierungsvektors der SAMR-Methode [N80]

Unter Berücksichtigung dieser Abweichung kann man so den Winkel der Rotation des Magnetisierungsvektors schreiben als

$$\theta(t) = \alpha + \theta_{max} \sin \omega t \tag{78}$$

womit man unter Verwendung der Näherungen für kleine Winkel

$$\sin(\theta_{max}\sin\omega t) \approx \theta_{max}\sin\omega t$$

$$\cos(\theta_{max}\sin\omega t) \approx 1$$

$$\theta_{max} \approx \sin\theta_{max}$$
(79)

aus Gleichung (72) die induzierte Spannung berechnen kann als

$$V_{ac} = NAJ_s \omega \left( \sin \alpha \sin \theta_{max} \cos \omega t + \frac{1}{2} \cos \alpha \sin^2 \theta_{max} \sin 2\omega t \right).$$
(80)

Dabei reduziert die Auslenkung der Gleichgewichtsachse um den Winkel  $\alpha$  die Amplitude der ersten Oberschwingung und führt gleichzeitig zu einem Beitrag in der Grundschwingung. Für die Messung der Magnetostriktion  $\lambda_s$  ist daher eine Konzentration auf die erste Oberwelle nötig, wobei der Zusammenhang  $\Delta H_{\parallel} = -\Delta H_{me}$  bei konstant gehaltener induzierter Spannung  $V_{2\omega}$  bestehen bleibt, da ebenfalls  $\cos \alpha$  bedingt durch Materialeigenschaften als konstant angenommen werden kann. Die Auslenkung der Gleichgewichtsachse hat somit keinen Einfluss auf die Kompensation des magnetoelastische Anisotropiefeldes. Vorausgesetzt wird dabei eine durchgehende Sättigung bei Variation von  $H_{\parallel}$  und  $\sigma$ , wobei die der Betrag der induzierten Spannung und somit auch die Sensibilität der Messung nach Gleichungen (75)(77)(80)

$$V_{2\omega} \propto \frac{1}{\lambda_s^2} \tag{81}$$

von der Sättigungsmagnetostriktion des Materials abhängig ist [H86]. Zur Messung der der induzierten Spannung  $V_{2\omega}$  wurde dabei ein Lock-In Verstärker (EG&G 5210) verwendet.

Es wurde gezeigt, dass bei entsprechend hohem Messaufwand auch die Analyse hochmagnetostriktiver Proben möglich ist, jedoch die zu erwartende Auflösung von  $\lambda_s \cong 10^{-7}$  nur von Proben geringer Magnetostriktion erreicht beziehungsweise unterboten werden kann [SP88].

## 3.3. Magnetostriktionsmessung mit Hilfe von Dehnungsmessstreifen (DMS)

Dehnungsmessstreifen stellen heute einen industriell erhältlichen Sensor zur Messung von kleinen Längenänderungen dar, wobei die erzielbare Empfindlichkeit bei einem ppm liegt. In diesem Fall ist die Längenänderung direkt proportional zur Widerstandsänderung des DMS. Als Brücken um diese kleinen Widerstandsänderungen zu messen, kann man sowohl Gleichspannungs- als auch Wechselspannungsbrücken verwenden. Wechselspannungsbrücken vermeiden Einflüsse von Thermospannungen und sind auch zur Untersuchung dynamischer Vorgänge sehr gut geeignet.

Der Dehnungsmessstreifen als Messmethode zur Erfassung der Magnetostriktion wurde 1947 von J. E. Goldman vorgestellt und ist heute auf Grund der einfachen Anwendung das verbreitetste Verfahren zur Messung von kleinen Längenänderungen und somit auch der Magnetostriktion [G47]. Dabei handelt es sich um die Widerstandsmessung einer mäanderförmigen Folie auf einem Kunststoffträger, welcher auf die zu messende Probe mittels Kleber angebracht wird (Abb. 3.3.1). Der elektrische Widerstand in Längsrichtung des Mäanders verhält sich dabei als spezifischer Widerstand  $\rho$  pro Länge l durch die Querschnittsfläche A als

$$R = \rho \frac{l}{A'},\tag{82}$$

wobei sich bei Längenänderung auf Grund der Querkontraktion von  $(\Delta l_{\perp}/l_{\perp}) = -\nu(\Delta l/l)$  die Querschnittsfläche ebenfalls verändert. Die relative Widerstandsänderung ergibt sich somit aus

$$\frac{(R-R_0)}{R_0} = \frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta l}{l} - 2\left(\frac{\Delta l_\perp}{l_\perp}\right)$$
(83)

mit Hilfe der Poissonzahl  $\nu$  zu

$$\frac{\Delta R}{R} = (1+2\nu)\frac{\Delta l}{l} = G\frac{\Delta l}{l},\tag{84}$$

wobei  $G = 1 + 2\nu$  (für  $\nu = 0.5$  ist G = 2) als idealer *k*-*Faktor* des DMS bezeichnet wird und die relative Widerstandsänderung bei konstantem spezifischen Widerstand in Relation zur Längenänderung setzt.



**Abb. 3.3.1** Aufgeklebter Dehnungsmessstreifen: 1 Kunststofffolie als Träger, 2 Anschlussdrähte, 3 Kleber, 4 Mäander zur Widerstandsmessung, 5 Probe [C07]

Zur Messung von kleinen Widerstandsänderungen wird vorzugsweise eine Wechselspannungsbrücke verwendet werden um auftretende Thermospannungen beziehungsweise durch die Umgebung induzierte Spannungen zu reduzieren.



Abb. 3.3.2 Wheatstonesche DMS-Halbbrücke [T14]

Zur Messung der Magnetostriktion eignet sich dabei eine Wheatstonesche Halbbrücke um die durch das angelegte magnetische Feld auftretenden Einflüsse auf den spezifischen Widerstand  $\rho$  des DMS kompensieren zu können. So lässt sich mit Hilfe eines *Dummy*-DMS, angebracht auf einem wohlbekannten, nichtmagnetischen Material räumlich nahe dem zu messenden DMS in vergleichbaren magnetischem Feld, nicht nur der für die Messung störende Einfluss der Erwärmung (verursacht durch den Strom durch den DMS oder auch durch die felderzeugende Spule), sondern auch jener hervorgerufen durch magnetoresistive Effekte stark reduzieren. Die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  kann so für ein isotropes, polykristallines Material mittels Magnetostriktionsmessung parallel und senkrecht zum äußeren Magnetfeld nach Gleichung (35) bestimmt werden:

$$\lambda_s = \frac{2}{3} (\lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp}). \tag{85}$$

Im Zuge dieser Arbeit wurden dabei DMS des Typs HBM 11-LY11-0.6/120 in Verbindung mit einer Wheatstonesche Halbbrücke (HBM KWS 85.A1 D 50 kHz) zur Messung der Magnetostriktion und zur Erzeugung des äußeren magnetischen Feldes ein Pulsfeld (Hirst PFM11) mit einem Feldpuls von T = 40 ms und einem maximalen Feld von  $\mu_0 H_{max} = 5 \text{ T}$  verwendet [D02].
# 4. Resultate und Diskussion

Die Messungen ausgewählter Proben erfolgte ausschließlich bei Raumtemperatur, wobei nach Möglichkeit versucht wurde den Einfluss der durch die Messtechnik verursachten Erwärmung zu reduzieren beziehungsweise derartig hervorgerufene Messartefakte in der Auswertung zu erkennen und zu korrigieren.

Probe	Тур	Querschnittsfläche (mm²)		
$Fe_{85}Ga_{15}$	melt spinning Band	0.0204		
$Fe_{85}Ga_{15}$	<i>melt spinning</i> Band	0.0519		
$Fe_{66}Co_{18}Si_1B_{15}$	<i>melt spinning</i> Band	0.2060		
$Fe_{66}Co_{18}Si_{1}B_{15}$	melt spinning Band	0.1680		
$Co_{71}Fe_4B_{15}Si_{10}$	<i>melt spinning</i> Band	0.3364		
Fe <sub>83.5</sub> Si <sub>16.5</sub>	<i>melt spinning</i> Band	0.1684		
		r <sub>außen</sub> (mm)	<b>r<sub>innen</sub></b> (mm)	h (mm)
Ni unverformt	Ringkern	12.02	4.96	5.12
Ni SPD-verformt	Ringkern	11.94	5.94	7.10
Fe <sub>56.7</sub> Ni <sub>10</sub> Si <sub>33.3</sub>	Zylinder Probe	2.92	_	4.84

Tab. 4.1.1 Geometrieparameter gemessener Proben

### 4.1. Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub>

Materialen mit hoher Magnetostriktion sind für den Anwendungsbereich der Sensorik und Aktuatoren von entscheidender Bedeutung. Seltene Erd Verbindungen wie zum Beispiel TbFe<sub>2</sub> oder Terfenol-D (Tb-Dy-Fe) haben jedoch viele Probleme die eine breite Anwendung verhindern. So ist dieses Material spröde, sehr korrosiv und es benötigt relativ hohe externe Magnetfelder (etwa 1 MA/m) um magnetische Sättigung zu erreichen. Hinzu kommen hohen Materialkosten.

Man sucht daher nach alternativen Legierungen um diese Probleme zu lösen. So zeigen Substitutionen von Fe mit Ga (Galfenol) an einem Einkristall eine Magnetostriktion von mehreren 100 ppm in  $\lambda_{100}$  [C03].

Ein industriell günstiges Herstellungsverfahren von polykristallinem FeGa stellt die Erzeugung dünner Bänder durch schnelles Abkühlen mittels *melt spinning* dar, wobei hier die Schmelze auf ein gekühltes Kupferrad hoher Rotationsgeschwindigkeit aufgebracht wird und sofort erstarrt. Zur Analyse und Messung der Magnetostriktion derartiger Bänder wurden meist Dehnungsmessstreifen verwendet, wobei ungewolltes Verbiegen des Bandes durch das angelegte Magnetfeld zu Messartefakten führen kann und somit große Sorgfalt bei der Anordnung des Experiments geboten ist. Es finden sich daher verschiedenste Ergebnisse in der Literatur [G08].

In diesem Kapitel wird daher versucht Magnetostriktionsmessungen mittels SAMR-Methode und DMS an Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> miteinander zu vergleichen und mögliche Probleme zu erkennen. Die Magnetostriktionsmessungen wurde dabei in der für technische Anwendungen relevanten Band-Ebene durchgeführt.

Zur Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  benötigt man entsprechend Gleichung (77) die Sättigungspolarisation  $J_s$ . Es wurde daher die Hysterese der Probe zu möglichst hohen Feldern gemessen (Abb. 4.1.1) und anschließend die Sättigungspolarisation  $J_s = 1.69$  T mittels Einmündungsgesetzt ermittelt. Um den Effekt der Spannungsabhängigkeit in longitudinaler Bandrichtung abschätzen zu können wurden *minor loops* der Hysterese unter von außen angelegter Zugspannung gemessen, welche zwar auf Grund des geringeren magnetischen Feldes H den Sättigungswert nicht erreichten aber eine detailliertere Beobachtung hinsichtlich veränderter Krümmung der J(H)-Kurve sowie der Koerzitivfeldstärke  $H_c$  zuließen (Abb. 4.1.2).



**Abb. 4.1.1** Hysterese gemessen an  $Fe_{85}Ga_{15}$  zur Bestimmung der magnetischenSättigungspolarisation  $J_s$ 



Abb. 4.1.2 Hysterese-Messungen an einem Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> Band unter Zugspannung



**Abb. 4.1.3** Spannungsabhängigkeit des Koerzitivfeldes  $H_c$  des Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> Bandes

Abb. 4.1.3 zeigt die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke  $H_c$  von der angelegten Zugspannung. Auf Grund der raschen Abkühlung der Schmelze während des Herstellungsprozesses beim melt spinning kann man sowohl von einem Spannungsgradienten senkrecht zur Band-Ebene ausgehen als auch von inneren Spannungen in Bandrichtung. Da die Spannungsabhängigkeit des Koerzitivfeldes  $H_c(\sigma)$ ein Minimum zeigt, kann man annehmen, dass an diesem Punkt die äußere angelegte und die inneren durch den Quenchingprozess Spannung verursachten Spannungszustände in longitudinaler Richtung gleich sind. Danach nimmt  $H_c(\sigma)$  mit steigender externer Spannung wieder zu. Auf Grund der relativ geringen Variation von  $H_{c}(\sigma)$  wurden die Messung viermal durchgeführt und so ein Minimum bei  $\sigma = 140$  MPa bestimmt. Dabei ist zu beachten, dass die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke  $H_c(\sigma)$ nach Abb. 3.1.3 als relative Messung zu sehen ist, wobei der Einfluss des absoluten Messfehlers bezüglich des Spannungsminimums sowie des Krümmungsverhaltens der Hysterese nicht von Bedeutung ist.

Anschließend wurden die Fitparameter der Hysteresen mit Hilfe des Einmündungsgesetzes ausgehend von der Näherung eines homogenen Materiales gemäß

$$J = J_s \left( 1 - \frac{b}{H^2} - \frac{c}{H^3} \right)$$
(86)

für J(H) mit steigenden Feld bestimmt, wobei mathematisch zur Berechnung der Fitparameter für alle Kurven ein konstantes  $J_{cal} \approx 1.48$  T gewählt wurde, welches zwar deutlich unter der "wahren" Sättigung  $J_s \approx 1.69$  T liegt, jedoch für *minor loops* eine vergleichbare Abschätzung des spannungsabhängigen Fitparameters *b* zulässt, welcher proportional zur magnetischen Anisotropie ist (Abb. 4.1.4). Das Minimum von  $b(\sigma)$ befindet sich dabei bei vergleichbarer angelegter externer Spannung wie jenes des Koerzitivfeldverlaufes.



Abb. 4.1.4 Spannungsabhängiger Fitparameter b

Nach R. Becker und H. Polley verhält sich der Einfluss innerer Spannungen auf das Einmündungsgesetz bei isotroper Richtungsverteilung [B40] als Funktion der magnetoelastischen Energie zu

$$\frac{J}{J_s} = 1 - \frac{3}{5} \frac{\lambda^2 \overline{\sigma_l^2}}{H^2 J_s^{2'}}$$
(87)

wobei ein Vergleich mit dem Einmündungsgesetz (86) die Spannungsabhängigkeit von *b* zeigt [G71]

$$b = b_K + \frac{3}{5} \frac{\lambda^2 \overline{\sigma_l^2}}{J_s^2}.$$
(88)

Der erste Term  $b_K \propto K^2/J_s^2$  beschreibt dabei die magnetische Anisotropie und der zweite den Einfluss innerer Spannungen.

Für eine kubische Kristallstruktur ergibt sich für die spannungsfreien Fitparameter  $b_K$  und  $c_K$  nach R. Vergne [V66]

$$b_{K} = \frac{8}{105} \frac{1}{J_{s}^{2}} \left( K_{1}^{2} + K_{1}K_{2} \frac{2}{11} + K_{2}^{2} \frac{3}{11 \cdot 13} \right)$$

$$c_{K} = \frac{8}{105} \frac{1}{J_{s}^{3}} \left( K_{1}^{3} \frac{72}{11 \cdot 13} - K_{1}^{2}K_{2} \frac{8}{11 \cdot 13} - K_{1}K_{2}^{2} \frac{104}{11 \cdot 13 \cdot 17} - K_{2}^{3} \frac{136}{11 \cdot 13 \cdot 17 \cdot 19} \right)$$
(89)

womit man im Fall von Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> mit einem signifikantem  $K_2 = -(9/4) K_1$  [R04] über einem Polynomansatz für den Fitparameter

$$b(\sigma) \approx A + B\sigma + C\sigma^2 + \mathcal{O}(\sigma^3) \tag{90}$$

aus den spannungsabhängigen Hysteresen unter der Annahme eines longitudinal gleichverteilten Spannungszustands über Minimierung von  $b_K$  die magnetischen Anisotropiekonstanten berechnen kann:

$$\frac{\partial}{\partial\sigma}b_{K} = B + 2C\sigma - 2\left(\frac{3}{5}\frac{\lambda^{2}}{J_{s}^{2}}\right)\overline{\sigma_{i}}\dot{\overline{\sigma_{i}}} = 0$$
(91)

$$|\overline{\sigma}_{l}(\sigma)| = \sqrt{\frac{\sigma \left(B + C\sigma\right) + \left(\frac{3}{5}\frac{\lambda^{2}}{J_{s}^{2}}\right)c_{1}}{\left(\frac{3}{5}\frac{\lambda^{2}}{J_{s}^{2}}\right)}}$$
(92)

Dabei bezieht sich  $\overline{\sigma_i}(\sigma)$  auf den inneren Spannungszustand abhängig von der außen angelegten Spannung, welcher im Minimum von  $b(\sigma)$  kompensiert wird

$$\overline{\sigma_l}\left(\sigma|_{b_{min}} = \frac{B}{2C}\right) = 0 \tag{93}$$

und man so die Integrationskonstante  $c_1$  bestimmen

$$c_1(\sigma|_{b_{min}}) = -\frac{5}{3} \frac{J_s^2}{\lambda^2} \sigma|_{b_{min}} (B + C\sigma|_{b_{min}}) = -\frac{5}{3} \frac{J_s^2}{\lambda^2} \frac{B^2}{4C'},$$
(94)

sowie  $b_K$  aus Gleichung (88) berechnen kann:

$$\lambda^{2} \left( \overline{\sigma_{i}}(\sigma) \right)^{2} = \frac{5}{3} \sigma \left( B + C \sigma \right) J_{s}^{2} + \lambda^{2} c 1$$
  
$$= \frac{5}{3} J_{s}^{2} \left[ \sigma \left( B + C \sigma \right) + \frac{B^{2}}{4C} \right]$$
(95)

$$b_{K} = A + B\sigma + C\sigma^{2} - \frac{3}{5} \frac{\lambda^{2} \overline{\sigma_{l}^{2}}}{J_{s}^{2}} = A - \frac{B^{2}}{4C}.$$
 (96)

So erhält man ausgehend von Abb. 4.1.4 für Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> für die Anisotropiekonstante

$$K_1 = J_s \sqrt{\frac{24024}{1276} \left(A - \frac{B^2}{4C}\right)} = 4.15 \cdot 10^4 \,\mathrm{Jm^{-3}}.$$
 (97)

Dies stellt trotz Verwendung von *minor loops* zur Ermittlung von  $b(\sigma)$  eine sehr gute Abschätzung für den publizierten Literaturwert von  $K_1 = 4 \cdot 10^4 \text{ Jm}^{-3}$  dar [R04, D11].

Die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  wurde mit Hilfe der SAMR-Methode bestimmt, wobei die Abhängigkeit des Messergebnis von der longitudinal angelegten Feldstärke  $H_{\parallel}$ untersucht wurde. Wie schon in Kapitel 3.2 erwähnt wurde, gilt dabei die vollständige magnetische Sättigung als Voraussetzung, um mittels SAMR-Methode den korrekten Wert von  $\lambda_s$  ermitteln zu können. Durch Vergleich mit der Magnetisierungsmessung (Abb. 4.1.1) kann man nach Abb. 4.1.5 von einer Magnetostriktion  $\lambda_s \approx 20$  ppm ausgehen. Messungen bei zu geringem angelegten Feld können so zu stark verfälschten und dem entsprechend erhöhten Magnetostriktionswerten führen. Es empfiehlt sich daher ein Vergleich mit der Hysterese des zu untersuchenden Materials, um sicherstellen zu können, dass man sich schon im Bereich der magnetischen Sättigung befindet.



**Abb. 4.1.5** SAMR-Messungen an  $Fe_{85}Ga_{15}$  bei verschiedenen  $H_{\parallel}$ -Feldern

Des weiteren erkennt man in Abb. 4.1.5 die Wirkung der zuvor erwähnten inneren Spannungen des Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> Bandes (Abb. 4.1.3), welche zunächst im Zuge der SAMR-Methode überwunden werden musste, um den Winkel  $\theta$  der Magnetisierungsvektoren in direkter Abhängigkeit von angelegtem Feld  $H_{\parallel}$  und Zugspannung in Richtung der Bandachse sehen zu können.



Abb. 4.1.6 DMS-Messung der Sättigungsmagnetostriktion an Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub>

Die Magnetostriktionsmessung mit Hilfe von Dehnungsmessstreifen an einem ähnlichen Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> *melt spinning* Band gleicher Zusammensetzung zeigt ein vergleichbares Ergebnis. Die Sättigungsmagnetostriktion in Bandachse, welche der Zugrichtung der SAMR-Methode entspricht, beträgt hier ebenfalls  $\lambda_{s_{\parallel}} = 21$  ppm. Zusätzlich wurde die Sättigungsmagnetostriktion orthogonal dazu in Bandebene bestimmt, welche mit  $\lambda_{s_{\perp}} = 9$  ppm geringer ausfällt. Dazu wurde jeweils die Magnetostriktion parallel  $\lambda_{\parallel}$  und senkrecht  $\lambda_{\perp}$  zum äußeren Magnetfeld gemessen und  $\lambda_s$  nach Gleichung (85) bestimmt.

Wie aus Abb. 4.1.7 (b) ersichtlich ist, verhält sich dabei die Magnetostriktion transversal zur Bandrichtung mit  $\lambda_{\perp} = -\lambda_{\parallel}/2$ , woraus man auf eine polykristalline Gleichverteilung ohne Vorzugsrichtung schließen kann. Für die Magnetostriktion in *melt spinning*-Richtung (Abb. 4.1.7 (a)) hingegen findet man ein deutlich größeres  $\lambda_{\parallel}$ , was auf eine Textur schließen lässt, welche durch Röntgendiffraktometrie in [100] Richtung bestimmt wurde (Abb. 4.1.8).



**Abb. 4.1.7** DMS-Magnetostriktionsmessung an Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub>: (a) longitudinal, (b) transversal zur *melt spinning*-Richtung des Bandes



Abb. 4.1.8 Röntgendiffraktion des Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> melt spinning Bandes

Zusammenfassend kann man sagen, dass man bei Magnetostriktionsmessungen mit SAMR und mittels DMS zu übereinstimmenden Resultaten gelangt. Im Allgemeinen ist hinsichtlich der SAMR-Methode eine höhere Genauigkeit der Messung möglich, jedoch kann man hier anhand der Steigung  $\Delta H_{\parallel}/\Delta\sigma$  nur den Sättigungswert der Magnetostriktion  $\lambda_{s}$ ermitteln. woqeqen bei der DMS-Messung auch die Feldabhängigkeit des gemessenen Bereichs bestimmt wird. Voraussetzung dabei ist für beiden Methoden die Gewährleistung der benötigten Grundannahmen für die jeweilige Messung, sei es magnetischen Sättigung bei  $H_{\parallel}$  für SAMR oder auch adäquate Befestigung im Falle von DMS, um Bewegung oder Deformation im Sinne von Biegen durch das angelegte Magnetfeld vermeiden zu können.

#### 4.2. Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> - VC7600

Bei der amorphen, weichmagnetischen Legierung Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> handelt es sich um ein von der Vacuumschmelze GmbH & Co. KG hergestelltes industrielles Band, welches mittels *melt spinning* erzeugt wurde. Die Magnetostriktion wurde mittels DMS und SAMR gemessen, um auch lokale Spannungszustände abzuschätzen zu können.

Zur Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s = 41.7 \text{ ppm}$  wurde die Sättigungspolarisation  $J_s = 1.715 \text{ T}$  aus Hysterese-Messungen ermittelt und danach die SAMR-Methode angewendet (Abb. 4.2.1). Im magnetisch gesättigtem Bereich kann man so bei genügend hohem  $H_{\parallel}$  über die Steigung  $\Delta H_{\parallel}/\Delta\sigma$  die Magnetostriktion mit hoher Genauigkeit berechnen.



**Abb. 4.2.1** Ermitteln der Sättigungsmagnetostriktion von amorphem Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub>: (a) Hysterese zur Bestimmung der Sättigungspolarisation, (b) Messergebnis der SAMR-Methode

Um die lokale Magnetostriktion zu bestimmen, wurden am Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> Band jeweils zwei DMS in *melt spinning*-Richtung und zwei orthogonal dazu befestigt (Abb. 4.2.2), um so lokale Unterschiede feststellen zu können.

Wie aus Abb. 4.2.3 ersichtlich ist, liefern die orthogonalen DMS (DMS C, DMS D) ein übereinstimmendes Ergebnis von  $\lambda_{s_{\perp}} = 24 \text{ ppm}$ , wobei jene in *melt spinning*-Richtung, welche zu einem zur SAMR-Methode vergleichbaren Ergebnis von ca.  $\lambda_{s_{\parallel}} = 42 \text{ ppm}$  führen sollten, leicht unterschiedliche Magnetostriktionswerte  $\lambda_{s_A} = 30 \text{ ppm}$  und  $\lambda_{s_B} = 33 \text{ ppm}$  aufweisen und so deutlich unter dem erwarteten SAMR Wert liegen. Da sowohl ein durch das angelegte Pulsfeld hervorgerufene Biegen des Bandes zu einem stark erhöhten anstatt niedrigerem Magnetostriktionswert geführt hätte, als auch die Tatsache, dass die SAMR-Messung entsprechend Abb. 4.2.1 (b) sehr nahe der magnetischen Sättigung durchgeführt worden ist, lässt zu einen verstärkten Einfluss von

Messartefakten auszuschließen. Vielmehr kann man lokale Spannungszustände beziehungsweise Texturen annehmen, was bei amorphen Bändern durchaus zu erwarten ist.



Abb. 4.2.2 Positionierung der DMS am Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> Band



**Abb. 4.2.3** Magnetostriktionsmessungen der unterschiedlich am Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> Band positionierten DMS A, B, C und D

Bei genauerer Betrachtung der einzelnen Komponenten zur Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s = 2/3 (\lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp})$  fällt auf, dass es wahrscheinlich beim Einschaltvorgang des Feldpulses zu einer geringfügigen Bewegung der Probe gekommen ist, welche sich gerade bei Ausrichtung senkrecht zum magnetischen Feld

bemerkbar macht. Dies könnte zu einer größeren Streuung von  $\lambda_{\perp}$  führen, jedoch wurde bei allen Magnetostriktionsmessungen ein Sättigungswert erreicht (Abb. 4.2.4). Andererseits werden für die unterschiedlichen Positionen der DMS ebenfalls unterschiedliche Magnetostriktionswerte erreicht und selbst für die beiden zur Bandrichtung orthogonalen DMS C und D mit gleicher Sättigungsmagnetostriktion (Abb. 4.2.3) ist die erwartete Beziehung  $\lambda_{\perp} = -\lambda_{\parallel}/2$  für amorphe Bänder (siehe Gleichung (30)) nicht gegeben. Man kann daher von Spannungszuständen, hervorgerufen durch die Herstellung mittels *melt spinning* ausgehen, welche sich in den lokalen Magnetostriktionsmessungen mittels DMS widerspiegeln. Bei der SAMR-Methode hingegen erhält man den Mittelwert der Sättigungsmagnetostriktion in Bandrichtung gemittelt über den gesamten Bereich der Pick-up Spule.



**Abb. 4.2.4** Magnetostriktion gemessen an Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub>: DMS A, B, C, D parallel und senkrecht zum magnetischen Feld

Unabhängig von der Problematik, einen Dehnungsmessstreifen spannungsfrei auf einem  $20-40 \ \mu m$  dünnen Band aufzubringen und Biegeeffekte hervorgerufen durch das angelegte Magnetfeld zu vermeiden, erkennt man, dass sich gerade in puncto amorphe Bänder die SAMR-Methode zur industriellen Messung der Magnetostriktion ausgezeichnet eignet, da hier über kleine lokale Inhomogenitäten gemittelt wird und man leichter zu einem reproduzierbaren Resultat gelangt, während bei Messungen mittels DMS die lokale Längenänderung nur im Bereich des Messgitters bestimmt wird.



Abb. 4.2.5 Hysterese-Messungen an Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> unter Zugspannung

Spannungsabhängige Hysterese-Messungen an einem vergleichbaren Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> *melt spinning* Band des gleichen Herstellers zeigen ein analoges Sättigungsverhalten und verdeutlichen den Einfluss der angelegten Zugspannung (Abb. 4.2.5). Schon bei  $\sigma = 25$  MPa kommt es zu einer drastischen Änderung der Form der Hysterese, welche sich durch die positive Magnetostriktion in einer steileren *J*(*H*)-Kurve bemerkbar macht. Trotz geringer Koerzitivfeldstärke lässt sich daher die Magnetostriktion nicht sinnvoll über die anhysteretischen Kurven ermitteln, da der Quotient  $\Delta H_s/\Delta\sigma$  bei höheren Spannungen verschwindend klein wird (siehe Kapitel 3.1).

#### 4.3. Co<sub>71</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>15</sub>Si<sub>10</sub>

Anhand eines amorphen Co<sub>71</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>15</sub>Si<sub>10</sub> *melt spinning* Bandes geringer negativer Sättigungsmagnetostriktion demonstrieren wir die Möglichkeit zur Bestimmung der Magnetostriktion nach R. Becker und M. Kersten mittels spannungsabhängigen Hysterese-Messungen (Abb. 4.3.1). Auf Grund der negativen Magnetostriktion wird die Kurve der Hysterese bei angelegter Zugspannung immer flacher und es ist möglich durch lineare Extrapolation der anhysteretischen Gerade bis hin zur magnetischen Sättigungspolarisation  $J_s = 0.56$  T den benötigten Faktor  $\Delta H_s / \Delta \sigma$  zu bestimmen und nach Gleichung (69) die Sättigungsmagnetostriktion einfach zu berechnen (Abb. 4.3.2). Diese ergibt sich zu  $\lambda_s = -0.66$  ppm und steht in sehr guter Übereinstimmung mit der ebenfalls durchgeführten SAMR-Methode, welche einen Wert von  $\lambda_s = -0.63$  ppm liefert.



Abb. 4.3.1 Spannungsabhängige Hysterese-Messungen eines amorphen Co71Fe4B15Si10 Bandes



Abb. 4.3.2 Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion mittels spannungsabhängiger Hysterese-Messungen an Co<sub>71</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>15</sub>Si<sub>10</sub>

#### 4.4. Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub>

Magnetostriktionsmessungen an einem polykristallinen Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub> melt spinning Band, durchgeführt mit zwei unterschiedlichen Messmethoden, zeigen die Grenze der möglichen Auflösung dieser. Zur Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  wurde die Sättigungspolarisation  $J_s = 0.91$  T mittels Einmündungsgesetz bestimmt und im magnetisch gesättigten Bereich die SAMR-Methode verwendet (Abb. 4.4.1).



**Abb. 4.4.1** Ermitteln der Sättigungsmagnetostriktion an Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub>: (a) Hysterese zur Bestimmung der Sättigungspolarisation, (b) Messergebnis der SAMR-Methode

Trotz geringer Magnetostriktion liefert die SAMR-Methode ein gut reproduzierbares Resultat von  $\lambda_s = -3.8$  ppm, wogegen die lokale Messung mit Dehnungsmessstreifen zwar zu einer vergleichbaren Sättigungsmagnetostriktion führt, jedoch selbst bei einer Brückenspannung von 5 V der Fehler in der gleichen Größenordnung lieg. Es ist schwer zwischen der tatsächlich gemessenen Magnetostriktion oder einer geringfügigen Biegung des dünnen Bandes durch den Feldpuls zu unterscheiden (Abb. 4.4.2).

Zusammenfassend kann man sagen, dass sich, wie zu erwarten war, die SAMR-Methode abhängig von der induzierten Spannung  $V_{2\omega} \propto 1/\lambda_s^2$  (81) für Proben geringer Magnetostriktion ausgezeichnet eignet. Voraussetzung ist dabei eine geeignete Geometrie in Form eines dünnen Bandes oder Drahtes, die Möglichkeit das Material magnetisch zu sättigen, sowie die Notwendigkeit eine genügend hohe Zugspannung aufbringen zu können. Daraus folgt, dass das zu untersuchende Material nicht spröde sein sollte.



Abb. 4.4.2 DMS-Messung der Magnetostriktion an Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub>

#### 4.5. Fe<sub>56.7</sub>Ni<sub>10</sub>Si<sub>33.3</sub>

Im Zuge der magnetischen Charakterisierung einer polykristallinen Fe<sub>56.7</sub>Ni<sub>10</sub>Si<sub>33.3</sub> Probe Magnetostriktion wurde ebenfalls deren gemessen [G14]. Nach neuerlichen Untersuchungen wurde eine  $\theta(Fe_{1-x}Ni_x)_2Si$  Phase hexagonaler Kristallstruktur mittels Röntgendiffraktometrie entdeckt [A09], und so galt es die magnetischen Eigenschaften dieser vielleicht interessanten Legierung für mögliche technische Anwendungsbereiche zu bestimmen. Obwohl weichmagnetische Eigenschaften bestätigt werden konnten [A11], erkennt man anhand der Magnetisierungsmessung einer zylinderförmigen Probe (Abb. 4.5.1), dass sowohl das zur Sättigung benötigte äußere magnetische Feld von über  $\mu_0 H_s > 3 \text{ T}$  als auch die geringe magnetische Sättigung an sich gegen eine technische Anwendung dieses Materials sprechen. Entsprechend der zylindrisch Form wurde das innere magnetische Feld  $H_{int}$  mit einem konstanten, geometrieabhängigen Entmagnetisierungsfaktor von N = 0.331 berechnet:

$$H_{int} = H_{ext} - NM, \tag{98}$$

wobei  $H_{ext}$  das außen angelegte Magnetfeld und  $H_d = -NM$  das entmagnetisierende Feld beschreibt.



Abb. 4.5.1 Magnetisierungskurve der  $Fe_{56.7}Ni_{10}Si_{33.3}$  Probe



Abb. 4.5.2 Magnetostriktion gemessen an polykristallinem Fe\_{56.7}Ni\_{10}Si\_{33.3}

Die dazugehörigen Magnetostriktionsmessungen wurden mittels DMS in einem Magnetfeld bis zu 5 T durchgeführt (Abb. 4.5.2), wobei die Magnetostriktion einen fast linearen Zusammenhang mit dem Feld zeigt. Dabei ergibt die nach (85) berechnete Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_s$  einen ungefähren Wert von 3 ppm, wobei die jeweilige Magnetostriktion parallel  $\lambda_{\parallel}$  und senkrecht zum magnetischen Feld  $\lambda_{\perp}$  zu keiner Sättigung führt. Ausgehend von der Berechnung der Sättigungsmagnetostriktion durch Subtraktion der mit *H* ansteigenden Magnetostriktionen  $\lambda_{\parallel}$  minus  $\lambda_{\perp}$  und dem daraus resultierenden Erreichen eines konstanten Sättigungswertes kann man davon ausgehen, dass der normalerweise verschwindend kleine Beitrag der richtungsunabhängigen Becker-Döring-Magnetostriktionskonstante  $h_0$  aus Gleichung (31) entscheidenden Einfluss auf die resultierende Magnetostriktion der jeweiligen Richtungen hat. Dieser der richtungsunabhängigen Kristalldeformation, begründet Beitrag durch die Austauschwechselwirkung (13), kann als Volumsmagnetostriktion identifiziert werden und überwiegt im Falle der Fe<sub>56.7</sub>Ni<sub>10</sub>Si<sub>33.3</sub> Probe wie man es sich für FeNi Legierungen erwarten würde [M31]. Da die Volumsmagnetostriktion sowohl für  $\lambda_{\parallel}$  als auch für  $\lambda_{\perp}$  den gleichen zu H proportionalen Beitrag der erzwungenen Magnetostriktion für hohe Magnetfelder (> 1 T) liefert (Abb. 4.5.3), kommt es hier zu keiner Sättigung, wobei die berechnete Sättigungsmagnetostriktion in diesem Fall vielmehr als Differenz der richtungsabhängigen Beiträge der Magnetostriktion zu sehen ist, welche, wie zu erwarten war, magnetisch sättigen. Der Kristalleffekt für Eisen und Nickel liefert hinsichtlich einen der Magnetostriktion entgegengesetzten Beitrag.

Eine technische Anwendung von  $Fe_{56.7}Ni_{10}Si_{33.3}$  im Bereich magnetoelastischer Sensoren ist auf Grund der sehr kleinen dominanten Volumsmagnetostriktion auszuschließen.



**Abb. 4.5.3** Volumsmagnetostriktion bei ansteigenden Magnetfeld: (1) von der Entmagnetisierungsenergie abhängiger Formeffekt  $\propto H^2$ , (2) Kristalleffekt der Rotationsmagnetisierung, (3) erzwungene Magnetostriktion  $\propto H$  [B39]

#### 4.6. Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub>

Mehrere Publikationen von J. Zhang berichten von einer äußerst hohen Magnetostriktion von mehreren hundert ppm antiferromagnetischer, polykristalliner Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub> Legierungen [P06, Z09, H09]. Es wird sogar von einer gigantischen Magnetostriktion von über 1000 ppm für mittels Kaltwalzen mechanisch umgeformte Proben berichtet [M09]. Diese für technische Anwendungen sehr interessanten, publizierten Resultate sollten daher verifiziert werden. Nachdem schon zuvor Ergebnisse für unverformte, polykristalline Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub> Proben von unter 2 ppm vorlagen und dieses Ergebnis sowohl durch Magnetostriktionsmessungen mittels DMS als auch mit Hilfe eines kapazitiven Dilatometers bestätigt wurde [R98, R14], sollte ein möglicher Einfluss auftretender Textur durch Verformung untersucht werden. Dazu wurden zu 70% kaltgewalzte Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub> Proben mit x = 38, 42, 46, 50 und 55 verwendet und im Pulsfeld mittels DMS hinsichtlich ihrer Magnetostriktion in Walzrichtung gemessen (Abb. 4.6.1).

Auf Grund früherer Publikationen und der entsprechend hohen zu erwartenden Magnetostriktion, wurde auf Kosten der Auflösung eine geringe Brückenspannung von 0.5 V gewählt, um mögliche durch Eigenerwärmung des DMS hervorgerufene Messfehler ausschließen zu können. Wie aus Abb. 4.6.1 für alle Zusammensetzungen ersichtlich ist, bestätigt sich jedoch das Ergebnis geringer Magnetostriktion ( $\lambda_s < 10 \text{ ppm}$ ) auch für die kaltgewalzten Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub> Proben. Es bleibt weiterhin unklar, wie es nach Messungen von T. Ma und J. Zhang zu derartig hohen Magnetostriktionswerten gekommen ist.



Abb. 4.6.1 DMS-Magnetostriktionsmessungen kaltgewalzter  $Fe_{100-x}Mn_x$  Proben

#### 4.7. Ni-Ringkerne

Als eines der drei bei Raumtemperatur ferromagnetischen Elemente ist Nickel hinsichtlich seiner magnetischen Eigenschaften wohl bekannt und mehrfach untersucht. Nach dem erstmaligen Nachweis der Magnetostriktion an Eisen 1842 [J42], damals noch als Joule Effekt bekannt, folgten vergleichbare Messungen an Kobalt und Nickel [M23, L55]. Im Falle von Nickel zeigte sich dabei ein ausgeprägtes, hysteretisches Verhalten der Magnetostriktion wie in Abb. 4.7.1 (b) zu erkennen ist. Sowohl in Abhängigkeit vom angelegten Feld als auch in Bezug auf die Magnetisierung erhält man einen sogenannten *Butterfly* als Hysterese der Magnetostriktion.



Abb. 4.7.1 Magnetostriktionsmessungen bei Raumtemperatur: (a) Vergleich ferromagnetischer 3d-Elemente, (b) magnetostriktive Hysterese von Nickel [L55]

Normalerweise wird die Magnetostriktion eines Materials im statischen Feld (Elektromagnet oder supraleitende Spule) gemessen. Viele weichmagnetische Materialien werden jedoch bei 50 Hz (beziehungsweise 60 Hz) verwendet. Das Magnetostriktionsverhalten bei diesen oder höheren Frequenzen wird iedoch selten untersucht. Zur Realisierung einer derartigen praxisnahen frequenzabhängigen Magnetostriktionsmessung, wurden entsprechend Abb. 4.7.2 Dehnungsmessstreifen direkt auf Ni-Ringkerne aufgeklebt. Nur durch die Verwendung einer 50 kHz Trägerfrequenz AC-Brücke sind dynamische Magnetostriktionsmessungen bis zu mehr als 1 kHz möglich. Gleichzeitig sollte man an diesen Ringkernen die Frequenzabhängigkeit der Hysterese messen. Zu diesem Zweck wird eine Primärspule zur Felderzeugung sowie eine Sekundärwicklung als Pick-up Spule für die PCI-6120) Magnetisierungsmessung (Messkarte NI aufgebracht. Aus den Messergebnissen der parallel und senkrecht zum erzeugten Magnetfeld liegenden DMS wurde so nach Gleichung (85) (Annahme: isotropes, texturfreies Material) die Magnetostriktion  $\lambda_s$  bestimmt, wobei ein dritter DMS ohne direkten mechanischen Kontakt zur Probe als *Dummy* zur Kompensation der Erwärmung und des Magnetowiderstandes diente.

Um den Einfluss innerer Spannungen auf die magnetische Hysterese zu zeigen, wurde sowohl an einem unverformten als auch an einem SPD-verformten (*Severe Plastic Deformation*) Ni-Ring die magnetische Polarisation *J* und Magnetostriktion  $\lambda_s$  frequenzabhängig gemessen.



Abb. 4.7.2 Schematische Darstellung einer Toroidspule mit Primär- und Sekundärwicklung, sowie angebrachten DMS am Ringkern zur Messung der Magnetostriktion [H14]

Derartige Messungen beginnt man immer im entmagnetisierten Zustand, um den nach Gleichung (59) definierten Nullpunkt der Magnetostriktion  $\lambda$  als relative Längenänderung zwischen magnetisiertem und entmagnetisiertem Zustand zu kennen, da sowohl Magnetisierung als auch Magnetostriktion eine Remanenz aufweisen, wie in Abb. 4.7.3 anhand der 5 Hz Messung der verformten und unverformten Ni-Probe zu erkennen ist. In den folgenden frequenzabhängigen Hysterese-Messungen wird auf die Darstellung der Neukurve zur besseren Übersichtlichkeit verzichtet.



Abb. 4.7.3 DMS-Magnetostriktionsmessung der Ni-Ringe bei 5 Hz mit Neukurve



Abb. 4.7.4 Hysterese-Messungen des (a) unverformten und (b) SPD-verformten Ni-Rings

Abb. 4.7.4 zeigt den durch Verformung hervorgerufenen Unterschied der frequenzabhängigen magnetischen Polarisation, wobei die durch die Hysteresekurven aufgespannten Flächen den von der Frequenz *f* abhängigen, magnetischen Verlusten  $W_{mag} = P_{mag}/f$  des Materials entsprechen.

$$\frac{P_{mag}}{f} = \int_{V} \frac{d^3 r}{V} \int_{0}^{1/f} |\mathbf{j}(\mathbf{r}, t)|^2 \rho \, dt$$
(99)

Die totalen Verluste ließen sich abhängig von der elektrischen Stromdichte j und dem spezifischen Widerstand  $\rho$  zeitlich über das Volumen V der Probe berechnen, wobei dies implizieren würde, dass das dynamische Verhalten der fließenden Ströme in Bezug auf Zeit und Ort mit all seinen Abhängigkeiten hinsichtlich der Bewegung der Domänwände, Geometrie, Mikrostruktur und vielem mehr, bekannt wäre [B98].

Eine sinnvolle Unterteilung der magnetischen Verluste in die auftretenden zu erwartenden Effekte kann man dennoch treffen und diese als Summe statischer Verluste  $P_{stat}$ , primär abhängig von der Mikrostruktur des Materials und deren magnetische Eigenschaften, klassischer Wirbelstromverluste  $P_w$ , hervorgerufen durch Wirbelströme bei Eindringen des magnetischen Feldes, und anormaler Verluste  $P_{an}$ , begründet durch die Bewegung der magnetischen Domänen und deren Verhalten während des Magnetisierungsprozesses, annehmen:

$$P_{mag} = P_{stat} + P_w + P_{an}.$$
 (100)

Der klassische Anteil der Wirbelstromverluste  $P_w$  lässt sich dabei direkt über die Maxwell-Gleichungen (101) bestimmen, wobei y dem Eindringen der magnetischen Induktion *B* der Probe entspricht.

$$\frac{\partial \mathbf{H}}{\partial y} = \mathbf{j}$$

$$\frac{\partial \mathbf{j}}{\partial y} = \frac{1}{\rho} \frac{d\mathbf{B}}{dt}$$
(101)

Unter der Annahme, dass jenes Eindringen bei einer Probe der Dicke d stufenförmig genähert von beiden Seiten senkrecht zum angelegten magnetischen Feld H für

ansteigende abfallende Induktion  $y_F(t) = \pm \frac{d}{4} \left[ \frac{B(t)}{B_{max}} - 1 \right]$  und  $y_F(t) = \pm \frac{d}{4} \left[ \frac{B(t)}{B_{max}} + 1 \right]$  (102)

stattfindet, lassen sich die klassischen Wirbelstromverluste

$$\frac{P_w}{f} = \frac{d^2}{8\rho} \int_0^{1/f} \left[ \frac{B(t)}{B_{max}} \left| \frac{dB}{dt} \right| \frac{dB}{dt} + \left( \frac{dB}{dt} \right)^2 \right] dt \propto B_{max}^2 f$$
(103)

direkt in Abhängigkeit von der Form der Zeitabhängigkeit der Induktion B(t) berechnen [B98]. Dabei findet sich eine direkte Frequenzabhängigkeit der klassischen

Wirbelstromverluste. Betrachtet man nun die gesamten magnetischen Verluste  $W_{mag}$  kann man neben den frequenzunabhängigen statischen Hystereseverlusten  $W_{stat}$  ebenfalls den anormalen Verlusten  $W_{an}$  eine  $f^{1/2}$ -Frequenzabhängigkeit zuordnen:

$$\frac{P_{mag}}{f} = W_{mag}(f) = W_{stat} + W_w f + W_{an} f^{1/2}.$$
 (104)

Vergleich man nun die frequenzabhängigen Hysterese-Messungen der magnetischen Polarisation J(H) (Abb. 4.7.4) mit jenen der Differenz  $\lambda_s$  der parallelen und senkrechten Magnetostriktion (Abb. 4.7.5, Abb. 4.7.6), berechnet nach Gleichung (85), erkennt man, dass entsprechend der Verformung die statischen Verluste  $W_{stat}$  signifikant zugenommen haben, was sich in der Fläche der Hysterese der magnetischen Polarisation widerspiegelt. In Bezug auf die Hysterese der Magnetostriktion erkennt man nach SPD-Verformung (Abb. 4.7.6) im Vergleich zum unverformten Ni-Ring (Abb. 4.7.5) nicht nur eine Änderung der Remanenz, sondern auch eine geringere aufgespannte Fläche der Hysteresekurve der Magnetostriktion.



Abb. 4.7.5 DMS-Magnetostriktionsmessung des unverformten Ni-Rings



Abb. 4.7.6 DMS-Magnetostriktionsmessung des SPD-verformten Ni-Rings



Abb. 4.7.7 Frequenzabhängige Darstellung der Hystereseflächen von magnetischer Polarisation und Magnetostriktion des unverformten Ni-Rings



Abb. 4.7.8 Frequenzabhängige Darstellung der Hystereseflächen von magnetischer Polarisation und Magnetostriktion des SPD-verformten Ni-Rings

Das frequenzabhänge Verhalten der aufgespannten Flächen der Magnetostriktionsmessungen  $\lambda(H)$  stimmt mit jenem der Polarisationsmessungen J(H) prinzipiell überein und ist über einen von der Verformung abhängigen multiplikativen Faktor  $k_E$  korreliert, wie in Abb. 4.7.7 für den unverformten und in Abb. 4.7.8 für den SPD-verformten Ring zu erkennen ist.

$$W_{\lambda}(f) = k_E \cdot W_{mag}(f) \tag{105}$$

Dabei wurde die gefittete frequenzabhängige Kurve der gesamten magnetischen Verluste  $W_{mag}$  ausschließlich um den Faktor  $k_E$  auf der logarithmischen Skalar parallel verschoben. Für den unverformten Ni-Ring findet man so mit  $k_E^{unv} = 29 \text{ m}^2 \text{N}^{-1} \text{Am}^{-1}$  eine sehr gute Übereinstimmung zum Messergebnis. Hinsichtlich der SPD-verformten Probe erhält man mit  $k_E^{SPD} = 14 \text{ m}^2 \text{N}^{-1} \text{Am}^{-1}$  eine Übereinstimmung mit größerem Fehler im niederfrequenten Bereich. Dies ist wahrscheinlich bedingt durch den größeren Fehler bei Integration kleinerer Flächen bei gleichbleibendem Rauschverhalten der Messung, wie auch durch systematisch auftretendes Rauschen der Magnetostriktion bei statischem Koerzitivfeld  $H_{c0}$  der Magnetisierung (Abb. 4.7.6).

Daher kann man davon ausgehen, dass sich diese von der Verformung abhängige Korrelation reziprok zum inneren Spannungszustand  $\sigma_i$  verhält und gleichzeitig von der magnetoelastische Ausdehnung  $\varepsilon_{me}$  abhängig ist. Begründet durch die Tatsache, dass

Nickel sowohl einen ausgeprägten *Butterfly* der Magnetostriktionskurve als auch einen sehr hohen  $\Delta(1/E)$ -Wert von ca. 20 % bei Raumtemperatur besitzt [K43], liegt es nahe eine entsprechende Annahme der Abhängigkeit zu treffen.

$$k_E \propto \Delta\left(\frac{1}{E}\right) M_s \propto \frac{M_s \varepsilon_{me}}{\sigma_i}$$
 (106)

Entsprechend Gleichung (51) kann man ausgehend vom Einfluss der magnetischen Energie  $\phi_{mag}$  eine Abhängigkeit der Kopplungskonstante  $\alpha$  erkennen, welche die magnetische Wechselwirkung der Domänen beschreibt. Zusammenfassend kann man daher sagen, dass der multiplikative  $k_E$ -Faktor sowohl vom inneren Spannungszustand des Materials als auch von dessen Mikrostruktur abhängig ist. Der *Butterfly* der Magnetostriktionskurve spiegelt dabei auf Grund der untrennbaren Verknüpfung zwischen Magnetisierung und Magnetostriktion (45), entsprechend der Hysterese der Magnetisierung, ebenfalls die Effekte des Magnetisierungsprozesses wider und lässt sich zur Bestimmung der magnetischen Verluste nach gleichem Modell (104) heranziehen.

## 5. Zusammenfassung

Die Charakterisierung magnetisch ordnender Materialien hinsichtlich ihrer magnetostriktiven Eigenschaften ist, sowohl im Anwendungsbereich von Aktuatoren, wo hohe Magnetostriktion entsprechend guten magnetomechanischen eines Kopplungsfaktors entscheidend ist, als auch im Bereich industrieller Nutzung weichmagnetischer Materialien mit geringer Magnetostriktion zur Energieverlustminimierung, von großer Bedeutung.

Um eine einfache und vor allem leicht reproduzierbare Bestimmung der Magnetostriktion gewährleisten zu können, muss dazu eine geeignete Messmethode gewählt werden. Abhängig von der vorhandenen Probengeometrie, den magnetischen wie auch mechanischen Eigenschaften des Materials, sowie vorhandener Spannungszustände beziehungsweise Textur, ist die Wahl der zu verwendenden Messung zu treffen. Um diese Problematik genauer zu untersuchen, wurden spannungsabhängige Hysterese-Messungen durchgeführt, die Small-Angle Magnetization Rotation (SAMR)-Methode angewandt und Dehnungsmessstreifen (DMS) zur Bestimmung der Magnetostriktion verwendet, und deren Messergebnisse verglichen.

Anhand eines amorphen Co<sub>71</sub>Fe<sub>4</sub>B<sub>15</sub>Si<sub>10</sub> Bandes geringer negativer Magnetostriktion, welches mittels *melt spinning* hergestellt wurde, konnte gezeigt werden, dass die Sättigungsmagnetostriktion durch spannungsabhängige Hysterese-Messungen gut bestimmbar ist. An einem polykristallinen Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub> *melt spinning* Band konnten über spannungsabhängige Messungen der Hystereseschleife mittels Einmündungsgesetz (*Law of Approach to Saturation*) sowohl der innere Spannungszustand also auch die materialspezifischen Anisotropiekonstanten bestimmt werden. Es wurde gezeigt, welchen enormen Einfluss ein zur Sättigung des Materials nicht ausreichendes externes Magnetfeld bei der SAMR-Methode auf das Messergebnis haben kann, sowie auch die Sensibilität der SAMR-Methode hinsichtlich der Sättigungsmagnetostriktion ( $\propto 1/\lambda_s^2$ ) hervorgehoben.

Sowohl an Fe<sub>85</sub>Ga<sub>15</sub>, Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub>, wie auch Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub> *melt spinning* Bändern wurden DMS-Messungen im Pulsfeld und SAMR-Messungen unter Zugspannung durchgeführt, um die erhaltenen Messergebnisse der Magnetostriktion vergleichen beziehungsweise evaluieren zu können. Entsprechend der Probengeometrie stellt die spannungsfreie Befestigung von DMS an 20-40  $\mu$ m dünnen Bändern eine gewisse Herausforderung dar und oftmals lässt sich eine geringfügige Biegung beziehungsweise Bewegung durch den Feldpuls nicht völlig ausschließen. Gleichzeitig ermöglicht die SAMR-Methode eine höhere Messgenauigkeit bei Materialien sehr kleiner Magnetostriktion wie am Beispiel von Fe<sub>83.5</sub>Si<sub>16.5</sub> gezeigt wurde. Über kleine lokale Inhomogenitäten innerhalb des Messbereichs wird bei Bestimmung der Sättigungsmagnetostriktion gemittelt und man gelangt einfach zu reproduzierbaren Resultaten, wogegen die DMS-Messung die lokale Längenänderung im Bereich des Messgitters abhängig von lokalen Spannungszuständen wiedergibt, wie Messungen an Fe<sub>66</sub>Co<sub>18</sub>Si<sub>1</sub>B<sub>15</sub> zeigten.

Man muss jedoch bedenken, dass die SAMR-Methode zur Magnetostriktionsmessung in Bezug auf die Geometrie der Probe auf dünne Bänder beziehungsweise Drähte beschränkt ist. Außerdem setzt sie eine gewisse mechanische Elastizität voraus, um eine ausreichende externe Zugspannung zur Messung der Magnetostriktion zu gewährleisten, und ist im Bereich hoher Magnetostriktion nicht sehr empfindlich. Weiters liefert die SAMR-Methode ausschließlich den Sättigungswert  $\lambda_s$  der Magnetostriktion in Richtung der angelegten Zugspannung, wogegen man bei einer Messung mit DMS, welche weitgehend von der Probengeometrie unabhängig ist, in Abhängigkeit vom angelegten Feld die lokale Längenänderung bestimmen und somit die Magnetostriktion  $\lambda(H)$  feldabhängig ermitteln kann. Effekte der Volumsmagnetostriktion, wie sie im Falle von polykristallinem Fe<sub>56.7</sub>Ni<sub>10</sub>Si<sub>33.3</sub> aufgetreten sind, lassen sich daher einfacher über konventionelle Messungen der feldabhängigen Längenänderung verschiedener Richtungen, wie es mittels DMS-Messungen möglich ist. bestimmen. Magnetostriktionsmessungen an kaltgewalzten, antiferromagnetischen, polykristallinen Fe<sub>100-x</sub>Mn<sub>x</sub> Bulk-Proben unterschiedlicher Zusammensetzungen wurden daher ebenfalls mittels DMS zur Bestätigung beziehungsweise Diskussion publizierter Messergebnisse durchgeführt.

Die feldabhängige Messung der Magnetostriktion  $\lambda(H)$  kann auch dazu verwendet werden um das hysteretische Verhalten der Magnetostriktion, dem sogenannten Butterfly, zu bestimmen. Anhand von frequenzabhängigen Magnetostriktionsmessungen mittels DMS an Ni-Ringkernen wurde der Einfluss innerer Spannungen, hervorgerufen durch Verformung, gezeigt. Weiters wurden deren Messergebnisse mit jenen frequenzabhängiger Messungen der magnetischen Polarisation verglichen. Auf Grund der untrennbaren Verknüpfung zwischen Magnetisierung und Magnetostriktion und dem resultierenden Einfluss auf die magnetoelastische Ausdehnung, beschrieben durch den  $\Delta E$ -Effekt, lassen sich die frequenzabhängigen Effekte des Magnetisierungsprozesses ebenso durch Messung der Frequenzabhängigkeit der Magnetostriktion beschreiben. So spiegeln sowohl die aufgespannten Flächen der Hysteresekurven der Magnetisierung, als auch jene der Magnetostriktion das frequenzabhängige Verhalten der magnetischen Verluste wider. Die entsprechenden Flächen sind dabei über einen, von der inneren Spannung abhängigen, multiplikativen konstanten Faktor  $k_E$  korreliert. Weitere Untersuchungen unterschiedlicher magnetischer Materialien hinsichtlich dieses Verhaltens sind notwendig.

### Literaturverzeichnis

[A11] S. Ackerbauer, K. Hiebl, W. Schnelle, F. Weitzer und J. C. Schuster, (*Fe*,*Ni*)<sub>2</sub>*Si*, *a new soft magnetic phase*, Proceedings of International Conference SCTE **170**, 370 (2011).

[A09] S. Ackerbauer, N. Krendelsberger, F. Weitzer, K. Hiebl und J. C. Schuster, *The constitution of the ternary system Fe-Ni-Si*, Intermetallics **17**, 414 (2009).

[A30] N. S. Akulov, *Beweis der Unmöglichkeit spontaner Magnetisierung*, Zeitschrift für Physik **64**, 559 (1930).

[B39] R. Becker und W. Döring, *Ferromagnetismus*, (Springer, 1939).

[B30] R. Becker und M. Kersten, *Die Magnetisierung von Nickeldraht unter starkem Zug*, Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei **64**, 660 (1930).

[B40] R. Becker und H. Polley, *Der Einfluß innerer Spannungen auf das Einmündungsgesetz bei Nickel*, Annalen der Physik **429**, 534 (1940).

[B98] G. Bertotti, *Hysteresis in magnetism: for physicists, materials scientists, and engineers*, (Academic Press, 1998).

[B60] R. R. Birss, The *saturation magnetostriction of polycrystals*, Proceedings of the Physical Society **75**, 8 (1960).

[B36] R. M. Bozorth, *Determination of ferromagnetic anisotropy in single crystals and in polycrystalline sheets*, Physical Review **50**, 1076 (1936).

[B93] R. M. Bozorth, *Ferromagnetism* (IEEE Press, 1993).

[B37] W. F. Brown, *Domain Theory of Ferromagnetics Under Stress*, Physical Review **52**, 325 (1937).

[C09] S. Chikazumi und C. D. Graham, *Physics of Ferromagnetism*, (Oxford University Press, 2009).

[C03] A. E. Clark, K. B. Hathaway, M. Wun-Fogle, J. B. Restorff, T. A. Lograsso, V. M. Keppens, G. Petculescu und R. A. Taylor, *Extraordinary magnetoelasticity and lattice softening in bcc Fe-Ga alloys*, Journal of Applied Physics **93**, 8621 (2003).

[C07] H. Czichos und W. Daum, *Dubbel*, (Springer, 2007).

[D11] J. Dean, M. T. Bryan, N. A. Morley, G. Hrkac, A. Javed, M. R. J. Gibbs und D. A. Allwood, *Numerical study of the effective magnetocrystalline anisotropy and magnetostriction in polycrystalline FeGa films*, Journal of Applied Physics **110**, 043902 (2011).

[D02] J. Dudding, P. A. Knell, R. N. Cornelius, B. Enzberg-Mahlke, W. Fernengel, R. Grössinger, M. Küpferling, P. Lethuillier, G. Reyne, M. Taraba, J. C. Toussaint, A. Wimmer und D. Edwards, *A pulsed field magnetometer for the quality control of permanent magnets*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **242**, 1402 (2002).

[E98] G. Exel, *Entwicklung eines automatischen Meßsystems zur Bestimmung magnetischer Kenngrößen*, (Diplomarbeit, Technische Universität Wien, 1998).

[F68] J. J. M. Franse und G. De Vries, *The magnetocrystalline anisotropy energy of nickel*, Physica **39**, 477 (1968).

[G78] R. Gersdorf und G. Aubert, *The fitting of several magnetic anisotropy constants to measured torque curves with an application to nickel*, Physica B+C **95**, 135 (1978).

[G47] J. E. Goldman, *Magnetostriction of annealed and cold worked nickel rods*, Physical Review **72**, 529 (1947).

[G71] D. E. Grady, Origin of the Linear Term in the Expression for the Approach to Saturation in Ferromagnetic Materials, Physical Review B **4**, 3982 (1971).

[G14] R. Grössinger, M. Antoni, S. Sorta, M. Palm, J. C. Schuster und K. Hiebl, Magnetic Properties of Fe<sub>56.7</sub>Ni<sub>10</sub>Si<sub>33.3</sub>, Magnetics, IEEE Transactions on **50**, 1 (2014).

[G08] R. Grössinger, R. S. Turtelli, N. Mehmood, S. Heiss, H. Müller und C. Bormio-Nunes, *Giant magnetostriction in rapidly quenched Fe-Ga?*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **320**, 2457 (2008).

[H14] S. Hartl, *Magnetic properties of deformed Electrical Steel*, (Diplomarbeit, Technische Universität Wien, 2014).

[H09] A. He, T. Ma, J. Zhang, W. Luo und M. Yan, *Antiferromagnetic Mn*<sub>50</sub>*Fe*<sub>50</sub> *wire with large magnetostriction*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **321**, 3778 (2009).

[H28] W. Heisenberg, *Zur Theorie des Ferromagnetismus*, Zeitschrift für Physik **49**, 619 (1928).

[H86] A. Hernando, M. Vázquez, V. Madurga, E. Ascasibar und M. Liniers, *Influence of the anisotropy on the "SAMR" method for measuring magnetostriction in amorphous ribbons*, Journal of magnetism and magnetic materials **61**, 39 (1986).

[H98] D. Holzer, *Low temperature properties of soft magnetic materials*, (Dissertation, Technische Universität Wien, 1998).

[J83] D. C. Jiles und D. L. Atherton, *Ferromagnetic hysteresis*, Magnetics, IEEE Transactions on **19**, 2183 (1983).

[J86] D. C. Jiles und D. L. Atherton, *Theory of ferromagnetic hysteresis*, Journal of magnetism and magnetic materials **61**, 48 (1986).

[J42] J. P. Joule, *On a new class of magnetic forces*, Sturgeon's Annals of Electricity **8**, 219 (1842).

[K33] M. Kersten, *The Temperature Coefficient of the Modulus of Elasticity of Ferromagnetic Substances*, Zeitschrift für Physik **85**, 708 (1933).

[K49] C. Kittel, *Physical Theory of Ferromagnetic Domains*, Reviews of Modern Physics **21**, 541 (1949).

[K38] M. Kornetzki, *Connection between Young's modulus and damping of ferromagnetic materials*, Wissenschaftliche Veröffentlichung Siemens-Werke **17**, 48 (1938).

[K43] W. Köster, Contribution to knowledge of magnitude of  $\sigma_i$  on basis measurements of  $\Delta E$ -effect in Ni, Zeitschrift für Metallkunde **35**, 57 (1943).

[L55] E. W. Lee, *Magnetostriction and magnetomechanical effects*, Reports on progress in physics **18**, 184 (1955).

[M09] T. Ma, J. Zhang, A. He und M. Yan, *Improved magnetostriction in cold-rolled and annealed Mn*<sub>50</sub>*Fe*<sub>50</sub> *alloy*, Scripta Materialia **61**, 427 (2009).

[M31] Y. Masiyama, *On the magnetostriction of iron-nickel alloys*, Science Reports of the Tohoku Imperial University **20**, 574 (1931).

[M23] P. McCorkle, *Magnetostriction and Magnetoelectric Effects in Iron, Nickel and Cobalt*, Physical Review **22**, 271 (1923).

[M66] F. M. Mueller und M. G. Priestley, *Inversion of Cubic de Haas-van Alphen Data, with an Application to Palladium*, Physical Review **148**, 638 (1966).

[N80] K. Narita, J. Yamasaki und H. Fukunaga, *Measurement of saturation magnetostriction of a thin amorphous ribbon by means of small-angle magnetization rotation*, Magnetics, IEEE Transactions on **16**, 435 (1980).

[N54] L. Néel, *Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation*, Journal de Physique et le Radium **15**, 225 (1954).

[N76] J. F. Nye, *Physical Properties of Crystals*, (Oxford University Press, 1976).

[O20] H. C. Oersted, *Experiments on the effect of a current of electricity on the magnetic needle*, Annals of Philosophy **16**, 273 (1820).

[P06] W. Y. Peng und J. H. Zhang, *Magnetostriction studies in an antiferromagnetic polycrystalline Mn*<sub>42</sub>*Fe*<sub>58</sub> *alloy*, Applied Physics Letters **89**, 262501 (2006).

[R04] S. Rafique, J. R. Cullen, M. Wuttig und J. Cui, *Magnetic anisotropy of FeGa alloys*, Journal of Applied Physics **95**, 6939 (2004).

[R14] U. Rossa, *Kapazitive Magnetostriktionsmessungen an FeMn*, (Bachelorarbeit, Technische Universität Wien, 2014).

[R98] M. Rotter, H. Müller, E. Gratz, M. Doerr und M. Loewenhaupt, *A miniature capacitance dilatometer for thermal expansion and magnetostriction*, Review of Scientific Instruments **69**, 2742 (1998).

[S88] M. J. Sablik, G. L. Burkhardt, H. Kwun und D. C. Jiles, *A model for the effect of stress on the low-frequency harmonic content of the magnetic induction in ferromagnetic materials*, Journal of Applied Physics **63**, 3930 (1988).

[S93] M. J. Sablik und D. C. Jiles, *Coupled magnetoelastic theory of magnetic and magnetostrictive hysteresis*, Magnetics, IEEE Transactions on **29**, 2113 (1993).

[S87] M. J. Sablik, H. Kwun, G. L. Burkhardt und D. C. Jiles, *Model for the effect of tensile and compressive stress on ferromagnetic hysteresis*, Journal of Applied Physics **61**, 3799 (1987).

[SP88] P. Sanchez, E. Lopez, M. C. Sanchez Trujillo und C. Aroca, *Application of the SAMR method to high magnetostrictive samples*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **75**, 233 (1988).

[S08] R. Skomski, Simple Models of Magnetism, (Oxford University Press, 2008).

[T39] M. Takagi, *On a statistical domain theory of ferromagnetic crystals*, Science Reports of the Tohoku Imperial University **28**, 20 (1939).

[T14] Tokyo Sokki Kenkyujo Co. Ltd., *Developing Strain Gauges and Instruments - Strain Gauge Bridge* (2014).

[V66] R. Vergne, *L'approche à la saturation de l'aimantation des corps ferromagnétiques polycristallins de structure cubique*, Physica Status Solidi (b) **14**, 143 (1966).

[W10] P. Weiss, *Absolute Value of Intensity of Magnetization at Saturation*, Journal of Physics **9**, 373 (1910).

[Z09] J. Zhang, T. Ma, A. He und M. Yan, *Structure, magnetostrictive, and magnetic properties of heat-treated*  $Mn_{42}Fe_{58}$  *alloys*, Journal of Alloys and Compounds **485**, 510 (2009).

### Anhang

(1a)

(1b)



Abb. A-1 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Proben zur Kalibrierung der Hirst-Pulsfeldanlage, gemessen im Physical Property Measurement System (PPMS): (a) Hysterese zur Bestimmung der Sättigungsmagnetisierung M<sub>s</sub>,
 (b) Detailansicht der Temperaturabhängigkeit



Abb. A-2 Ni Testmessung der Magnetostriktion im Hirst-Pulsfeld bei 0.5 V Brückenspannung



**Abb. A-3** Einfluss der Erwärmung der kompensierten Pick-up Spule des SAMR-Hysteresograph [H98] bei Dauerbetrieb anhand der Steigung der Leermessung [E98]