Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» Институт естественных наук и математики Кафедра магнетизма и магнитных наноматериалов

На правах рукописи

Мельников Григорий Юрьевич

МАГНИТОДИНАМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ОСНОВЕ ПЕРМАЛЛОЯ С ВЫСОКОЙ МАГНИТНОЙ ПРОНИЦАЕМОСТЬЮ

1.3.12 Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: доктор физико-математических наук Курляндская Галина Владимировна

Екатеринбург – 2024

ОГЛАВЛЕНИЕ

ОГЛАВЛЕНИЕ	2
1 Обзор литературы	15
1.1 Магнитные пленочные структуры	15
1.2 Магнитоимпедансный эффект	19
1.3 Феноменология МИ и связь с ФМР и СВР	22
1.4 Наноструктурированные магнитоимпедансные элементы	26
1.5 Ансамбли микроэлементов и профилированные пленочные элементы	31
1.6 Магнитоимпедансное детектирование	32
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1	33
2 Методы эксперимента	35
2.1 Пленочные элементы на основе пермаллоя	35
2.1.1 Методы получения	35
2.1.2 Исследования структуры и поверхности	38
2.1.3 Исследования статических и динамических магнитных свойств	38
2.1.4 Определение магнитных параметров на основе ФМР и СВР	40
2.2 Магнитные частицы с разными параметрами дисперсности и эпоксидные композиты на и основе	их 44
2.2.1 Методы получения	44
2.2.2 Исследования структуры и размера магнитных частиц	45
2.2.3 Исследования магнитных свойств	47
2.3 Магнитоимпедансное детектирование	47
3 Пленочные элементы FeNi/Cu типа «симметричный сэндвич» с наноструктурированным пермаллоем	50
3.1 Статические магнитные свойства с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости	51
3.2 Оценка глубины скин-слоя при исследовании магнитодинамических свойств	59
3.3 Ферромагнитный резонанс при направлении магнитного поля в плоскости элемента с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости	61
3.4 Ферромагнитный и спин-волновой резонансы при выходе направления магнитного поля плоскости элемента с учетом перпендикулярной анизотропии и эффективной одноосной анизотропии в плоскости	из 63
3.5 Программа для определения параметров магнитной анизотропии пленочных структур на основе ФМР	67
3.6 Магнитоимпедансный эффект с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости	71

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3	73
4 Пленочные структуры с наноструктурированной поверхностью	75
4.1 Определение оптимальной толщины FeNi для наноструктурирования поверхности.	75
4.2 Ансамбли однослойных периодических микроэлементов с разным размером	76
4.2.1 Структурные свойства	76
4.2.2 Статические и динамические магнитные свойства	77
4.3 Ансамбли многослойных периодических микроэлементов	81
4.3.1 Поверхность и структурные свойства	81
4.3.2 Магнитные свойства	83
4.4 Профилированные МИ элементы	
4.4.1 Структурные свойства	86
4.4.2 Магнитные свойства	
4.4.3 Магнитоимпедансный эффект	91
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4	94
5 Магнитоимпедансное детектирование полей рассеяния эпоксидных композитов на ос магнитных микро- и нано- частиц оксида железа	снове 95
5.1 Магнитные частицы оксида железа и композиты на их основе	
5.1.1 Структурные свойства частиц оксида железа	96
5.1.2 Особенности распределения частиц оксида железа по размерам	97
5.1.3 Особенности пространственного распределения частиц в магнитных композитах	100
5.1.4 Магнитные свойства частиц и композитов на их основе	102
5.2 Магнитоимпедансное детектирование магнитных полей рассеяния композитов	105
5.2.1 Влияние неоднороодных магнитных полей рассеяния на особенности МИ э наноструктурированных пленочных элементах	ффекта в 106
5.2.2 Магнитоимпедансное детектирование положения и концентрации магнитных наполненных композитах	частиц в
5.2.3 Система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный но лекарственным средством в зоне терапии	эситель с 116
ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5	117
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	119
СПИСОК ОБОЗНАЧЕНИЙ И СОКРАЩЕНИЙ	122
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	123
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	137
БЛАГОДАРНОСТИ	141

введение

Актуальность темы исследования

Магнитные пленки и многослойные пленочные структуры продолжают быть предметом особого интереса, несмотря на многолетнюю историю их исследований. Помимо фундаментальных задач, связанных с физическими процессами, наблюдаемыми в случае магнитных наноструктур, упомянутый интерес связан с повышением спроса на современные электронные устройства, выполняющие многообразные функции, в том числе и устройства электроники высокочастотной [1-4]. Расширение решаемых круга задач делает востребованными более компактные и эффективные электронные устройства и приводит к возникновению новых технологий и новых направлений исследований в области разработки пленочных материалов с улучшенными магнитными и функциональными свойствами. Шагом к такому развитию стала технология наноструктурирования, которой заключается в создании в объеме или на поверхности материала периодической функциональной структуры с элементами нанометровых размеров путем локальной модификации свойств материала в каждой ячейке этого упорядоченного массива [5]. Применительно к многослойным пленочным структурам наноструктурирование подразумевает разделение магнитных слоев прослойками из материала, отличающегося теми или иными характеристиками [6-12]. В качестве материалов магнитных слоев, определяющих функциональные свойства пленочных структур, могут использоваться материалы: CoFe [6-8], Fe [9], CoFeSiB, Finemet [13, 14] и др [4]. Отдельный интерес представляют структуры на основе сплава Fe₂₀Ni₈₀ с магнитомягкими свойствами, обусловленными низкой магнитокристаллической анизотропией и нулевой магнитострикцией. Константы магнитокристаллической анизотропии и магнитострикции имеют разные знаки в Fe и Ni, что приводит к их взаимной компенсации в сплаве Fe₂₀Ni₈₀ [2,87]. За счет высокой магнитной проницаемости в наноструктурированных пленочных элементах на основе пермаллоя наблюдаются ярко выраженные магнитодинамические эффекты: магнитный импеданс (МИ) [15,16], ферромагнитный резонанс (ФМР) [17-19] и спин-волновой резонанс (СВР) [20-22]. Благодаря этим эффектам многослойные пленочные структуры нашли широкое применение в чувствительных элементах детекторов слабых магнитных полей, микроволновых устройствах и системах связи, где они используются для создания катушек индуктивности, трансформаторов, резонаторов и других компонент, необходимых для этих приложений [23-27].

Магнитодинамические эффекты в наноструктурированных пленочных элементах широко востребованы в аспекте развития методов аттестации подобных структур. Особенности МИ эффекта, ФМР и СВР отражают широкий спектр магнитных характеристик таких как намагниченность, направление осей и значения констант магнитокристаллической анизотропии, константы обменной связи, эффективной магнитной анизотропии и т.д. [28-30]. Понимание связей магнитодинамических свойств со структурными и статическими магнитными характеристиками играет здесь важную роль, в которой есть как фундаментальные, так и прикладные аспекты.

Актуальным прикладным направлением развития современных электронных систем является применение наноструктурированных пленочных элементов в магнитных датчиках, которые используются для определения магнитных полей различных величин и конфигураций, востребованных в промышленных и биомедицинских приложениях. В современном мире существует необходимость разработки магнитных датчиков, в основе которых лежат разные эффекты, отвечающие определенному набору требований, которые меняются в зависимости от условий применения [31-34]. В пленочных элементах, где наноструктурирование основного магнитного слоя пермаллоя осуществляется с помощью разбиения структуры проводящими прослойками, достигается высокая чувствительность МИ эффекта к внешнему магнитному полю, что делает их объектом исследований для разработки сенсорных элементов именно там, где востребована рекордная полевая чувствительность [35-38]. Применительно к таким материалам используется понятие наноструктурированные магнитоимпедансные элементы (МИ элементы). Эффективность и функциональные свойства чувствительного МИ элемента могут контролироваться путем изменения толщины, типа материала и количества слоев, что обуславливает интерес к исследованию МИ элементов с разнообразными многослойными структурами. Другой возможностью подбора необходимых функциональных параметров является наноструктурирование (профилирование) поверхности элементов. С этим связан интерес изучения ансамблей микроэлементов, а также многослойных пленочных структур с профилированной поверхностью. Их магнитные свойства можно контролировать благодаря вариации формы и размеров микроэлементов. Создание и изучение таких материалов также лежит в основе независимо развивающихся направлений спинтроники – магноники – стрейнтроники [39-42].

Детектирование магнитных полей рассеяния магнитных микро- и наночастиц и композитов на их основе - важная решаемая сегодня задача [43,44]. Одно из таких быстро развивающихся направлений в области практических приложений магнитных наноматериалов — это магнитное детектирование. Данный процесс может осуществляться как с использованием способных приобретать достаточный магнитный момент магнитных/способных намагничиваться маркеров, где магнитные частицы являются посредником между исследуемым объектом и сенсором, так и для приложений, где частицы это составная часть исследуемого объекта. Решение задачи количественного детектирования совокупных полей рассеяния наночастиц востребовано при разработке и использовании МИ сенсоров в области

5

биодетектирования при адресной доставке лекарств, в сфере регенеративной медицины, диагностики состояния сосудов, или же в области аттестации магнитных материалов с содержанием магнитных частиц.

Степень разработанности темы исследования

Магнитные пленки пермаллоя Fe₂₀Ni₈₀ толщиной порядка 100 нм исследуются с 1955 года [45]. Они обладают высокой магнитной проницаемостью, низкой коэрцитивной силой и магнитной анизотропией в плоскости [4, 31]. Однако при достижении толщины порядка 100 - 200 нм пермаллой переходит в "закритическое" состояние, и его магнитомягкие свойства ухудшаются. Перехода в "закритическое" состояние можно избежать с помощью наноструктурирования - процедуры разделения магнитных слоев прослойками материала с отличными структурными характеристиками [12, 46, 47].

Впервые МИ эффект был обнаружен в 1935 году Харрисоном П.Е. и соавторами для образцов в виде проволоки мю-металла, полученной волочением. Авторы смогли достигнуть изменения импеданса в 17 %, однако на тот момент, из-за несовершенства технологий получения, им не удалось повторить результат в следующих экспериментах. К 1994 году благодаря технологиям получения повторяемость свойств МИ материалов стала стабильнее, что привело к "буму" в области изучения магнитоимпедансного эффекта [48-51]. Первые данные по МИ эффекту в определенных многослойных пленочных структурах, которые в современной литературе называют МИ элементами, были представлены в работах [12-14]. Под МИ элементом подразумевается пленочная структура в форме полоски со структурой типа "сэндвич" - F1/X/F2, где F1 и F2 - чередующиеся слои ферромагнитного материала, разделенные прослойками, а Х - центральный толстый слой проводящего материала. Было проведено множество исследований структурных и магнитных свойств, в том числе и МИ эффекта в зависимости от различных параметров структуры МИ элемента: толщины и материала прослоек, толщины и количества слоев пермаллоя, толщины и материала проводящего центрального слоя [11, 52-59]. Несмотря на это, есть еще множество нерешенных вопросов. В литературе отсутствует исследования по МИ элементам с наноструктурированным центральным проводящим слоем. В таких структурах снижение МИ эффекта из-за асимметрии магнитных свойств нижнего и верхнего магнитных слоев должно быть намного меньше. Также не проводилось изучение МИ элементов с профилированной поверхностью, которые согласно теоретическим расчетам [39] имели бы более высокий МИ эффект.

Относительно ФМР и СВР, в литературе в основном представлены работы по исследованию особенностей пленочных структур с одним или двумя слоями пермаллоя, [29, 64-

6

70]. Данные по многослойным пленочным структурам на основе пермаллоя присутствуют в ограниченном числе литературы [71-73], а для МИ элементов отсутствуют. Изучение МИ эффекта, ФМР и СВР в подобных материалах обусловлено необходимостью понимания специфики магнитодинамических свойств и развития методик измерения других магнитных характеристик посредством данных эффектов.

Одним из практических приложений МИ элементов являются датчики слабых магнитных полей. Они используются в концепции детектирования без использования магнитных маркеров, например в магнитокардиографии [37] и магнитоэнцефалографии [38], для оценки физических параметров образцов в виде жидкостей и газов, а также в системах неразрушающего контроля [74]. Концепция детектирования с использованием магнитных маркеров подразумевает определение количества, либо присутствия магнитных частиц в исследуемом объекте [36,75]. Решение этой задачи рассматривается в рамках детектирования магнитных полей рассеяния частиц в различных материалах. Магнитные феррогели с высоким содержанием воды являются аналогами живых тканей, в которые были доставлены магнитные частицы с лекарством. Проблема детектирования частиц в таких материалах заключается в диэлектрическом вкладе воды, сигнал которой необходимо отделить от сигнала магнитных частиц [76].

Другой интересный для исследований материал представляют композиты на основе эпоксидной смолы и магнитных частиц. Магнитные композиты, так же, как и гели, моделируют распределение частиц в живых тканях, однако очень сильный диэлектрический сигнал воды в последнем случае отсутствует, что упрощает разработку и калибровку прототипов магнитоимпедансных датчиков с их использованием. С другой стороны, магнитные композиты представляют собой технологические материалы, для которых требуется всестороннее описание физических свойств, что можно сделать, в том числе, и с помощью магнитоимпедансного эффекта.

Объект и предмет исследования

Объект исследования - наноструктурированные пленочные элементы на основе пермаллоя. Предмет исследования - магнитодинамические свойства наноструктурированных пленочных элементов на основе пермаллоя с конкурентными вкладами магнитной анизотропии

Цель и задачи

Цель работы: установление роли наноструктурирования пленочных элементов на основе пермаллоя в формировании их статических и магнитодинамических свойств с учетом конкуренции различных вкладов магнитной анизотропии.

Задачи исследования:

 Дизайн и подготовка объектов исследования – серии различных наноструктурированных пленочных элементов на основе пермаллоя с низкой дисперсией осей легкого намагничивания и высокой динамической магнитной проницаемостью.

2) На примере наноструктурированных многослойных пленочных элементов FeNi/Cu типа «симметричный сэндвич» с высокой динамической магнитной проницаемостью, полученных с использованием металлических масок, а также методом оптической литографии, установить: а) связь дизайна наноструктурированных элементов с особенностями их эффективной магнитной анизотропии и динамического перемагничивания; б) влияние конкуренции магнитной анизотропии формы наноструктурированных элементов и наведенной одноосной магнитной анизотропии на чувствительность МИ эффекта к внешнему магнитному полю.

3) Установить влияние геометрических параметров ансамбля элементов на особенности их статических и динамических магнитных свойств для однослойных и многослойных ансамблей микроэлементов, а также многослойных пленочных МИ элементов с профилированной поверхностью, имея ввиду их возможные биомедицинские приложения.

4) Исследовать влияние неоднородных полей рассеяния на МИ характеристики многослойных пленочных элементов с различным типом профилированной поверхности. Путем взаимодополняющих модельных расчетов и экспериментальных исследований установить количественное соответствие магнитоимпедансных характеристик с величиной и распределением магнитных полей рассеяния на поверхности МИ элемента.

5) Определить возможность детектирования положения и концентрации магнитных микро/наночастиц в наполненных композитах с помощью магнитоимпедансного эффекта многослойных пленочных элементов с различным типом профилированной поверхности в конфигурации реальных биоприложений. Предложить систему для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии.

Методология и методы исследования

Наноструктурированные пленочные элементы с профилированной и непрофилированной поверхностью, а также ансамбли микроэлементов были получены методом ионно-плазменного магнетронного распыления, на установке АЈА АТС Orion 8 UHV. Некоторые из многослойных пленочных элементов в магнитоимпедансной геометрии типа «симметричный сэндвич» на основе структуры типа FeNi/Cu были получены с использованием оптической литографии.

На основе анализа литературы и предыдущего опыта исследовательского коллектива технологические параметры ионно-плазменного распыления были подобраны таким образом, чтобы магнитные слои Fe₂₀Ni₈₀ (с близкой к нулевой константой магнитострикции) обладали низкой дисперсией осей легкого намагничивания, низкой коэрцитивностью и высокой динамической магнитной проницаемостью [2,3,11,12]. Напыления производились во внешнем магнитном поле, превышающем поле технического насыщения пленочной постоянном структуры, которое создавалось системой постоянных магнитов с известными характеристиками. Технологическое поле прикладывалось в плоскости пленочной структуры и перпендикулярно короткой стороне магнитоимпедансных элементов в виде полосок. Таким образом, обеспечивалась конкуренция наведенной магнитной анизотропии и анизотропии формы, позволяющая получать высокую чувствительность продольного магнитоимпедансного эффекта по отношению к внешнему магнитному полю в достаточно низких (около 3-5 Эрстед) внешних магнитных полях.

Многослойные пленочные элементы получали как методом ионно-плазменного распыления на стеклянные подложки при напылении через металлические маски, так и методом ионно-плазменного распыления без использования металлических масок, но с последующим формированием МИ элементов в форме полосок (с поперечной индуцированной магнитной анизотропией) путем использования оптической литографии. В рамках одной партии формировали литографические МИ элементы в виде полосок одинаковой ширины при длине или 5, или 10 мм. Кроме того, для понимания степени повторяемости результатов, в большой мере, зависящей от вклада анизотропии формы при одних и тех же технологических параметрах, но в рамках различных партий методом оптической литографии были получены дополнительные партии МИ элементов.

Для понимания особенностей поведения многослойных пленочных элементов с различным типом профилированной поверхности на основе структуры типа FeNi/Cu с низкой дисперсией осей легкого намагничивания, высокой динамической магнитной проницаемостью и высокой чувствительностью МИ эффекта, на первом этапе исследований были получены и исследованы плоские однослойные и многослойные ансамбли FeNi микроэлементов с различными геометрическими параметрами.

Магнитные частицы оксида железа с разными параметрами дисперсности для синтеза эпоксидных магнитных композитов были получены методом электрического взрыва проволоки. Также, для проведения сравнительного анализа с существующими коммерческими продуктами, были использованы микрочастицы компании Alfa Aesar (Ward Hill, MA, USA).

Структурные свойства исследовались с помощью рентгенофазового анализа (DISCOVER D8, Bruker), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), сканирующей электронной

9

микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Удельная частиц исследовалась методом БЭТ (метод Брунауэра-Эммита-Теллера). поверхность Термомагнитные кривые типа ZFC-FC и некоторые из магнитных петель гистерезиса были измерены на установке СКВИД-магнитометр MPMS XL7. Магнитные свойства композитов исследовались с помощью вибрационного магнетометра 7407 VSM (Lake Shore Cryotronics, США). магнитооптического Kerr-микроскопа (Evico magnetics а также GmbH). Магнитоимпедансный эффект измерялся на анализаторе импеданса Agilent HP E 4991 А в согласованной линии «микрострайп» с использованием детальной калибровки микроволнового тракта [16]. Измерения спектров ФМР и СВЧ проводились с помощью стандартной методики гомодинного детектирования в прямоугольном резонаторе при фиксированной частоте либо f = 9.48 ГГц, либо f = 9.95 ГГц. Дополнительно использовался сканирующий спектрометр ферромагнитного резонанса на частоте 1.3 ГГц с микрополосковым резонатором с отверстием диаметром 0,8 мм.

В ряде задач экспериментальные результаты сравнивались с данными компьютерного моделирования методом конечных элементов. Анализ данных и компьютерное моделирование проводилось с помощью программных пакетов ПО Matlab R2022b (лицензия № 53958045) и Comsol Multiphysics.

Источниковая база исследования

Источниковая база исследования состояла из статей в рецензируемых журналах ВАК РФ, РИНЦ, Scopus и Web of Science; методологических и учебных пособий, докторских и кандидатских диссертационных работ, защита которых проходила в РФ и СССР.

Научная новизна

1) Для прямоугольных литографических МИ элементов на основе пермаллоя с помощью методов ферромагнитного и спин-волновых резонансов показано, что наноструктурирование магнитного слоя приводит к разбиению на эффективные области с различной величиной перпендикулярной магнитной анизотропии вплоть до локального перехода в "закритическое" состояние при отсутствии такого перехода в многослойной пленочной структуре в целом.

2) Показано, что в некоторых условиях динамические характеристики экспериментально полученных МИ элементов с профилированным свободным слоем на основе структуры типа FeNi/Cu превосходят аналогичные характеристики непрофилированных элементов.

3) Экспериментально и методами компьютерного моделирования показана возможность детектирования распределения магнитных полей рассеяния микро- и наночастиц в составе эпоксидных наполненных композитов с разной концентрацией наполнителя с помощью пленочного МИ элемента в интервале концентраций от 2 до 70 масс.% на основе анализа формы магнитоимпедансных кривых. Определена область линейной зависимости МИ параметров от концентрации частиц и показана возможность измерения магнитного момента образца композита на основе анализа формы магнитоимпедансных кривых.

4) Предложен способ автоматизированного решения системы двух нелинейных уравнений, определяющих условие равновесия намагниченности и условие ФМР при выходе внешнего магнитного поля из плоскости ферромагнитной пленки, позволяющий определить константу перпендикулярной магнитной анизотропии по угловой зависимости поля ФМР для однородно намагниченной пленки с плоскостной одноосной магнитной анизотропией. Программа ЭВМ "Сул-Смит перпендикулярная геометрия" зарегистрирована в Роспатенте.

Положения, выносимые на защиту

1) В наноструктурированных прямоугольных элементах на основе комбинаций FeNi/Cu высокая чувствительность МИ эффекта обусловлена не только конкуренцией магнитной анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии, а также магнитостатическим взаимодействием слоев FeNi, приводящим к формированию магнитной структуры с замкнутым магнитным потоком и антиферромагнитным упорядочением магнитных моментов в соседних слоях.

2) Наноструктурирование МИ элементов приводит к разделению многослойной пленки FeNi/Cu на эффективные области с различной величиной перпендикулярной магнитной анизотропии. При этом часть слоев может находиться в "закритическом" состоянии при отсутствии перехода в такое состояние во всей многослойной структуре.

 Геометрические параметры ансамблей однослойных и многослойных пленочных микроэлементов определяют особенности их статических и динамических магнитных свойств, позволяющих создать профилированные МИ элементы с высокой чувствительностью МИ к внешнему магнитному полю.

4) Магнитодинамические характеристики профилированных прямоугольных МИ элементов на основе комбинаций FeNi/Cu с высокой динамической магнитной проницаемостью и высокой чувствительностью МИ эффекта, полученные ионно-плазменным напылением через металлические маски, при некоторых условиях превосходят аналогичные характеристики непрофилированных элементов.

5) Наноструктурированные пленочные элементы на основе пермаллоя обеспечивают высокую чувствительность МИ эффекта, позволяющую рекомендовать их для детектирования положения наполненных композитов и массовой концентрации частиц в композитах от 2% и выше, что делает их перспективным материалом для создания биомедицинских устройств. МИ детектирование возможно на основе анализа совокупных полей рассеяния частиц наполнителя, особенности которых отражаются на форме магнитоимпедансных кривых.

Теоретическая и практическая значимость работы

Результаты данной работы дополняют базу данных о магнитодинамических свойствах наноструктурированных пленочных элементов на основе FeNi, что открывает возможность для моделирования подобных систем с улучшенными функциональными свойствами. Методики получения, размерные и частотные зависимости ФМР и МИ эффекта для профилированных пленочных структур могут быть востребованы для управления свойствами устройств с большой площадью эффективной поверхности, перспективными для биоприложений.

Создана и зарегистрирована в Роспатенте программа для ЭВМ "Сул-Смит перпендикулярная геометрия", которая автоматизирует решение системы из двух нелинейных уравнений, определяющих условие равновесия намагниченности и условие ФМР при выходе внешнего магнитного поля из плоскости пленки. Программа позволяет определить константу перпендикулярной магнитной анизотропии по угловой зависимости резонансного поля для однородно намагниченной пленки с одноосной магнитной анизотропией в плоскости.

Предложена и защищена патентом РФ система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии.

Степень достоверности полученных результатов

Наноструктурированные пленочные элементы, являющиеся предметом исследования, были получены при помощи современных технологий магнетронного напыления и литографии. Образцы исследовались с использованием стандартных методик, признанных научным сообществом, а полученные результаты не противоречат основным положениям науки. Свойства образцов были измерены на высокоточном измерительном оборудовании ведущих мировых производителей, в том числе в разных лабораториях. Полученные результаты при измерении тех же самых или аналогичных образцов находились в хорошем согласии друг с другом. результаты которых согласовывались. При обсуждении и интерпретации результатов работы использовались теоретические модели, признанные научным сообществом. Компьютерное моделирование осуществлялось в широко используемом лицензионном программном пакете Comsol Multiphysics.

Апробация работы

Материалы диссертационной работы были представлены на следующих конференциях: Samarkand International Symposium on Magnetism SISM (2023, Самарканд), Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС (2021, Екатеринбург), Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии» (2022, Екатеринбург), Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism" EASTMAG (2022, Казань), XXIII Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (2021, Москва), Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектронника» (2022, 2023, Нижний Новгород), Международная конференция «Functional materials» (2021, Крым).

Приведённые в работе результаты были получены, в том числе, в рамках выполнения следующих проектов: проект РНФ № 18-19-00090 "Создание высокочувствительных пленочных сенсоров на основе гигантского магнитоимпедансного эффекта для магнитного детектирования в сфере биомедицинских приложений"; РФФИ 18-32-00094 мол а Магнитные свойства и гигантский магнитный импеданс пленочных наноструктур со сложной симметрией: фокус на биоприложения; РНФ № 23-29-00025 Гадолиний-содержащие магнитные наночастицы, полученные электрофизическими методами: от магнитокалорики до биомедицинских приложений; государственное задание Министерства науки и высшего образования Российской Федерации FEUZ-2020-051 «Исследование магнитных явлений в атомных системах на основе 4f и 3d- переходных металлов в состояниях с различной пространственной размерностью и магнитополевых эффектов в механически твердых и мягких магнитных композитах как материалах для перспективных инженерных и медико-биологических технологий»; «Приоритет 2030» в рамках стратегического проекта: «Дизайн и технологии функциональных материалов и систем», одной из задач которого является: «Совершенствование функциональных свойств магниточувствительных сред для магнитной сенсорики и хиральной спинтроники на основе принципа наноструктурирования и с использованием методов машинного обучения»; программы целевой аспирантуры: «ППК 3.1.1.1.г-20», «ПРТS48С4И5.3-23/21».

Публикации по диссертации

По теме диссертации опубликованы 8 статей в рецензируемых российских и зарубежных научных изданиях, входящих в перечень ВАК РФ, из них 6 статей индексируется в базах данных Web of Science и Scopus. Опубликовано 8 работ в виде тезисов докладов российских и зарубежных международных конференций. Получен 1 патент РФ и 1 свидетельство государственной регистрации программы для ЭВМ.

Личный вклад автора

Автором диссертации совместно с научным руководителем д.ф.-м.н. Курляндской Г.В. сформулирована тема диссертации, определены цели и задачи работы, выбраны методики исследования. Эксперименты, результаты которых приведены в диссертации, компьютерное моделирование, а также анализ и интерпретация полученных данных проведены либо автором лично, либо при его участии. Автор принимал непосредственное участие в написании всех публикаций, тезисов докладов и разработке полезных изобретений по теме диссертации. Лично автором была проведена обработка большей части экспериментальных данных, компьютерное моделирование и написание программы ЭВМ по обработке спектров ФМР.

Структура и объем

Диссертация состоит из оглавления, введения, пяти глав, заключения, списка использованных обозначений и сокращений, списков литературы и публикаций по теме диссертации, и содержит 141 страниц, 63 рисунка 7 таблиц. Список литературы насчитывает 167 наименований.

1 Обзор литературы

1.1 Магнитные пленочные структуры

Тонкие магнитные пленки (ТМП) - это слои магнитного материала с относительно малой толщиной, при которой поверхностные эффекты начинают преобладать над объемными. Впервые свойства ТМП толщиной порядка 100 нм были описаны в 1955 году на сплаве пермаллоя Fe₂₀Ni₈₀ [45]. В качестве метода получения ТМП широко распространен метод ионно-плазменного распыления. При напылении материала мишень бомбардируется пучком ионов инертного газа (обычно аргона), и выбитые атомы осаждаются на подложке. Метод магнетронного распыления - современная модификация ионно-плазменного распыления, где дополнительно прикладывается магнитное поле вблизи мишени, которое захватывает электроны и увеличивает тем самым эффективность ионизации аргона, ускоряя процесс осаждения [77,78]. Отличия поведения ТМП от их объемных аналогов связаны с рядом причин. Во-первых, спины на поверхности ТМП не имеют соседей, в отличие от спинов внутри материала. Во-вторых, свойства слоев атомов, находящихся вблизи подложки, сильно зависят от её свойств. Таким образом, если толщина пленки такова, что поверхностные спины составляют большую часть всех спинов, то в таком материале могут проявляться магнитные свойства отличные от свойств объемных объемных объемных объемных объемных совестов.

С каждым годом требуются более компактные и эффективные электронные устройства, что приводит к исследованиям в области разработки новых пленочных материалов с улучшенными магнитными и функциональными свойствами. Шагом к такому развитию стала технология наноструктурирования, которой заключается в создании в объеме или на поверхности материала периодической функциональной структуры с элементами, хотя бы один размерный параметр которых находится в нанометровом диапазоне, путем локальной модификации свойств материала в каждой ячейке этого упорядоченного массива [5]. Применительно к многослойным пленочным структурам наноструктурирование подразумевает разделение магнитных слоев прослойками материала, отличающегося теми или иными характеристиками от материала основных магнитых слоев [6-12]. Так, например, в многослойных структурах на основе CoFe за счет наноструктурирования можно достичь эффектов гигантского магниторезистивного эффекта (ГМР) и туннельного магниторезистивного эффекта (ТМР) [6-10]. В качестве материалов магнитных слоев, определяющих области применения пленочных структур, могут использоваться материалы: CoFe [6-8], Fe [9], CoFeSiB, Finemet [13, 14] и др [4]. Отдельный интерес представляет сплав Fe₂₀Ni₈₀, обладающий высокой магнитной проницаемостью, низкой коэрцитивной силой и одноосной магнитной анизотропией

в плоскости [4, 31]. Его магнитомягкие свойства обеспечиваются благодаря низкой магнитокристаллической анизотропии и нулевой магнитострикции, что обусловлено разными знаками, определяющих эти характеристики констант в железе и никеле. [2]. Из-за высокого размагничивающего фактора перпендикулярно плоскости пленки намагниченность ориентируется параллельно ее поверхности (Рисунок 1.1 (а, б, в)).

Увеличение толщины один из способов улучшить те или иные функциональные свойства за счет увеличения общего объема магнитного материала. Однако в ТМП пермаллоя существует зависимость типа доменных границ от толщины, что сказывается на магнитных свойствах. При толщинах порядка до 10 нм наблюдаются Неелевские доменные границы, в которых поворот намагниченности происходит в плоскости (Рисунок 1.1а). Более выгодными с точки зрения свободной энергии являются так называемые "Cross-tie" доменные границы, проявляющиеся при толщинах от 10 нм до 80 нм (Рисунок 1.1в). В более толстых пленках с толщинами от 100 нм могут появляться доменные границы комбинированного типа, включая Блоховские, которые характерны для объемных образцов (Рисунок 1.1б) [3]. При достижении толщины больше некоторого критического значения в пленке формируется "страйп-структура" магнитных доменов с перпендикулярной плоскости компонентой магнитной анизотропии (Рисунок 1.1г) [79-82]. Такая доменная структура характеризуется вращающейся анизотропией, высокой коэрцитивной силой и низкой магнитной проницаемостью [79,83,84].



Рисунок 1.1 – Магнитная доменная структура в ТМП с доменными границами: (а) Нееля, (б) Блоха, (в) "Cross-tie"; "Страйп-структура" магнитных доменов в ТМП с перпендикулярной плоскости компонентой магнитной анизотропии (г).

Подобное состояние в литературе называется "закритическим", и критическая толщина для пермаллоя составляет порядка 100-200 нм. Это значение сильно зависит от условий получения: например, с увеличением давления газа [79,82], в напылительной камере, критическая толщина уменьшается. Критическая толщина связана с константой перпендикулярной анизотропии. Её оценка может быть сделана с использованием формулы [82]:

$$t_c = 2 \cdot \pi \cdot \sqrt{\frac{A}{\kappa}},\tag{1.1}$$

А - константа обменного взаимодействия, К - константа перпендикулярной магнитной анизотропии

Причинами появления перпендикулярной магнитной анизотропии в ТМП могут являться анизотропия микроформы [79], магнитокристаллическая [85] и магнитоупругая анизотропии [86]. В составе Fe₂₀Ni₈₀, как было сказано ранее, вкладами магнитокристаллической и магнитоупругой анизотропии можно пренебречь [2,87]. Анизотропия микроформы обусловлена

формированием столбчатой структуры в пленке, где столбцы разделены немагнитной фазой или пустотами [79,88] (Рисунок 1.2). Увеличить толщину пленки пермаллоя и при этом избежать перехода в "закритическое" состояние можно с помощью наноструктурирования. Прослойки в данном случае позволяют прервать рост столбчатых структур, сохранив магнитомягкие свойства ТМП пермаллоя [11,12,46,47,89,90].



Рисунок 1.2 – Поперечный излом пленки FeNi толщиной 200 нм, столбчатая структура [88]

В многослойных структурах на основе пермаллоя с высокой интенсивностью проявляются такие магнитодинамические эффекты как: магнитоимпедансный эффект (МИ эффект), ферромагнитный резонанс (ФМР), спин-волновой резонанс (СВР). Это позволяет применять их в высокочастотных приложениях электроники: устройствах записи и считывания информации [23], умножителях частоты [24], датчиках слабых магнитных полей [31,34,91] и др. Область детектирования слабых магнитных полей активно развивается, и разрабатывается все больше датчиков, в основе которых лежат различные физические эффекты. Например, гигантский магниторезистивный эффект (ГМР) [7,8,10,32,33], туннельный-магниторезистивный эффект (TMP) [33], микроволновой магниторезистивный эффект (µГМР) [6,9]. В пленочных структурах на основе CoFeSiB, Finemet [13,14] и Fe₂₀Ni₈₀ [35] достигается высокая чувствительность МИ эффекта к магнитному полю, что позволяет использовать их в качестве чувствительных элементов магнитных датчиков. Увеличение толщины путем наноструктурирования играет важную роль во всех типах датчиков, поскольку улучшает его рабочие характеристики, например, уровень сигнала за счет увеличения общего объема магнитного материала, уменьшение тепловых шумов, и.т.д. [92-94]. Применительно к магнитоимпедансным чувствительным элементам, увеличение толщины позволяет уменьшить рабочую частоту переменного тока [55,95]

С другой стороны, перечисленные магнитодинамические эффекты можно использовать в качестве методики изучения магнитных характеристик наноструктурированных пленочных

1.2 Магнитоимпедансный эффект

Импеданс - это комплексное сопротивление проводника, определяющее связь между гармоническим напряжением (U) и током (I):

$$\mathbf{Z} = \mathbf{R} + \mathbf{i} \cdot \mathbf{X},\tag{1.2}$$

Х - реактивная часть сопротивления

R - активная часть сопротивления

Физический смысл в комплексной записи (1.2) имеют следующие величины. Модуль импеданса определяет отношение амплитуд гармонического напряжения и тока (1.3), а сдвиг по фазе между напряжением и током определяется отношением реактивной и активной части (1.4) [96].

$$\frac{U}{I} = |Z| = \sqrt{R^2 + X^2},\tag{1.3}$$

$$tg\phi = \frac{x}{R},$$
(1.4)

 φ - сдвиг по фазе между гармоническим напряжением и током

Магнитоимпедансный эффект - это эффект изменения импеданса ферромагнитного проводника во внешнем магнитном поле при протекании по нему тока высокой частоты. Это эффект классической электродинамики обусловленный зависимостью глубины скин- слоя от динамической магнитной проницаемости, которая в свою очередь зависит от внешнего магнитного поля [16]. Оценку глубины скин-слоя можно провести по формуле [17]:

$$\delta = \frac{c}{\sqrt{2\pi\mu\omega\sigma}},\tag{1.5}$$

с - скорость света, μ - динамическая магнитная проницаемость, ω - частота переменного тока, σ - удельная проводимость

Разделяют две конфигурации МИ эффекта: продольный МИ эффект - конфигурация, когда внешнее магнитное поле сонаправленно переменному току и поперечный МИ эффект - внешнее магнитное поле перпендикулярно переменному току. В большинстве работ исследуется

продольный МИ эффект, ввиду того, что он больше поперечного, далее речь будет идти о нем [28] (Рисунок 1.3).



Рисунок 1.3 – Схема конфигурации МИ эффекта: (а) - продольный МИ эффект: внешнее магнитное поле параллельно высокочастотному току, (б) - поперечный МИ эффект: внешнее магнитное поле перпендикулярно высокочастотному току.

В литературе, часто, величина МИ эффекта выражается через магнитоимпедансное соотношение (МИ соотношение) (1.6). Такая форма записи позволяет описать МИ эффект и сравнивать его в образцах, которые в поле насыщения обладают различным импедансом (Рисунок 1.4) [16]. В ряде работ можно встретить запись (1.7), однако она менее удобна, поскольку МИ соотношение становится зависимым от магнитного состояния в нулевом поле. Линейный участок полевой зависимости МИ соотношения при фиксированной частоте тока в области магнитных полей, где наблюдается значительное изменение магнитоимпедансного соотношения, называется рабочим интервалом (РИ), а центр рабочего интервала называется рабочей точкой (Рисунок 1.46). Важной характеристикой в РИ является чувствительность к внешнему магнитному полю S(H) (1.8). Эта величина определяет изменение МИ соотношения на единицу прилагаемого внешнего магнитного поля.

$$\Delta Z/Z(H) = 100\% \times |Z(H) - Z(H_{max})|/Z(H_{max})$$
(1.6)

$$\Delta Z/Z(H) = 100\% \times |Z(H) - Z(0)|/Z(0)$$
(17)

$$S(H) = |\Delta Z/Z(H_1) - \Delta Z/Z(H_2)| / |H_1 - H_2|$$
(1.8)

H_{max} - это внешнее магнитное поле, при изменении которого величина МИ эффекта изменяется незначительно; Z(0) - импеданс в нулевом поле; Н - внешнее магнитное поле



Рисунок 1.4 – Полевая зависимость для двух разных образцов (А и В) при частоте тока 169 МГц: (а) импеданса, (б) МИ соотношения импеданса, красная прямая - рабочий интервал.

Впервые МИ эффект был обнаружен в 1935 году Харрисоном П.Е. и соавторами на проволоке из мю-металла [97], которые также предложили прототип магнитометра на основе данного образца [98]. Авторы смогли добиться изменения импеданса в 17 %, однако на тот момент из-за несовершенства технологий воспроизводимость магнитных свойств таких материалов была плохая, и им не удалось повторить результат в следующих экспериментах. Авторы, описали причину этого явления как изменение глубины скин-слоя проводника из-за изменения динамической магнитной проницаемости проволоки во внешнем магнитном поле.

Теоретическая основа расчета импеданса цилиндрического проводника при высоких частотах проходящего тока была дана позднее в работе Л.Д Ландау и Е.И. Лифшица «Курс теоретической физики. Том VIII. Электродинамика сплошных сред» в 1981 году [96]. Вывод формулы импеданса был сделан из уравнений Максвелла с учетом скин-эффекта, без учета магнитной проницаемости (µ=1).

В 1991 году Махоткиным В.Е. и другими была опубликована работа, в которой авторы предложили несколько прототипов датчиков малых магнитных полей. Данные датчики работали на основе магнитоимпедансного эффекта с использованием аморфных лент FeCoSiB в качестве чувствительных элементов [99]. К 1994 году благодаря технологиям получения повторяемость МИ свойств стала стабильнее, что привело к "буму" в области изучения магнитоимпедансного эффекта. Осознавая важность эффекта, в 1994 году редакции журналов, принадлежащих Американскому Физическому Институту (American Institute of Physics, AIP), выпустили в свет работы по МИ эффекту практически в одних и тех же выпусках, от разных групп, приславших первые исследования [48,49,50,51].

1.3 Феноменология МИ и связь с ФМР и СВР

Явление ФМР заключается в резонансном поглощении энергии электромагнитной волны (ЭМ) ферромагнетиком в эффективном магнитном поле (в него входит внешнее магнитное поле, поле анизотропии, и.т.д.) [17,18]. Спиновые магнитные моменты ферромагнетика прецессируют вокруг эффективного магнитного поля, которое определяет их собственную частоту прецессии (частота Лармора). Когда частота ЭМ волны совпадает с частотой Лармора, наблюдается резонанс [17,19]. Продольный МИ эффект схож с ферромагнитным резонансом (ФМР), и в ранних работах [100,101] говорится об их эквивалентности. В ферромагнитных проводниках связь ФМР и МИ выражается как связь между поверхностным и объемным импедансом соответственно [100]. Главное отличие заключается в том, что в случае продольного МИ эффекта источником ЭМ волн является переменный ток, текущий через образец, а в случае ФМР, волны создаются сторонним источником в объемном резонаторе или полосковой линии, куда помещается образец [116, 150].

В зависимости от частоты переменного тока МИ эффект может быть разделен на 3 частотных области [102]:

1) Область низких частот (от 10 кГц до 1 МГц).

МИ эффект обусловлен изменением эффективной магнитной проницаемости за счет статического магнитного поля. В этом случае, в эффективную магнитную проницаемость вносит вклад, как смещение доменных границ, так и вращение намагниченности.

2) Область средних частот (от 1 МГц до 1 ГГц).

В этой области смещение доменных границ подавлено вихревыми токами, и только вращение намагниченности обуславливает МИ эффект [15].

3) Область высоких частот (от 1 ГГц и выше).

На изменение эффективной магнитной проницаемости влияют те же механизмы, что и при ферромагнитном резонансе: гиромагнитный эффект и ферромагнитная релаксация [101,102]. Максимумы импеданса смещаются в более высокие поля, когда образцы уже находятся в состоянии однородного намагничивания.

В большинстве работ [11,13,28,31,35,59] высокий МИ эффект в пленочных структурах наблюдается при частотах выше 1 МГц, поэтому будем рассматривать только область частот 2 и 3, где процессы перемагничивания определяются вращением намагниченности. В таком случае МИ эффект может быть описан, так же как и ФМР: совместным решением уравнения прецессии намагниченности, которое было предложено еще в 1935 году в работе Ландау и Лифшица [103], и уравнений Максвелла [96]. Эффективную магнитную проницаемость вычисляют из линеаризованного уравнения Ландау-Лифшица с учетом диссипативного члена в форме

Гильберта [17]. Также в уравнении должен присутствовать член, отвечающий за обменное взаимодействие, которое проявляется, когда толщина скин-слоя в проводнике меньше обменной длины (расстояние, на котором преобладает обменное взаимодействие) [20,101]. Однако при частотах до нескольких ГГц данным вкладом можно пренебречь согласно работам [101,104]. Поглощение энергии описывается импедансом, который выводится из уравнений Максвелла для проводника определенной формы. Решение подобной системы уравнений для однослойной пленочной структуры было предложено в работе [15]. Применительно к трехслойной пленочной структуре решение было предложено в статьях [13,14,105]. Позднее уже появились данные по многослойным пленочным структурам [106].

Несмотря на то, что описать МИ и ФМР можно в рамках одной теории, данные эффекты это различные процессы поглощения, и в современной литературе принято их разделять именно таким образом, а не по способу создания ЭМ волны в проводнике. МИ эффект - это нерезонансное поглощение обусловленное изменением глубины скин-слоя, ФМР, напротив, проявляется в виде резонансного поглощения энергии определяющегося уравнением Лармора [107-110].

ФМР и МИ описываются с помощью импеданса (1.9), который зависит от эффективной динамической магнитной проницаемости (1.10). Чтобы понять при каких условиях МИ и ФМР накладываются и разделяются, рассмотрим однодоменный пленочный элемент с одноосной магнитной анизотропией (поле магнитной анизотропии H_k) (Рисунок 1.5а) [19,102]. Перпендикулярно оси анизотропии (n_k) прикладываются высокочастотный ток и внешнее магнитное поле (H₀) (продольный МИ), и тогда динамическая магнитная проницаемость в общем виде будет выглядеть следующим образом (1.10) [111,113]:

$$\frac{Z}{R_{dc}} = A(\mu) \cdot k(\mu) \cdot \frac{t}{2} \cdot \coth\left(k(\mu) \cdot \frac{t}{2}\right)$$
(1.9)

$$\mu = 1 + \frac{M_s \cdot \cos^2 \theta_0 \cdot (\Omega + M_s + H_k \cdot \cos^2 \psi)}{(\Omega + H_k \cdot \cos^2 \psi) \cdot (\Omega + M_s + H_k \cdot \cos^2 \psi) - (\omega/\gamma)^{2'}}$$

$$\Omega = H_0 \cdot \cos \theta_0 + i\alpha \cdot (\omega/\gamma)$$
(1.10)

t - толщина пленочного элемента; k(μ) = (1–i)/ δ ; δ - глубина скин-слоя, зависящая от μ (1.5); γ - гиромагнитное отношение; M_s - намагниченность насыщения; H_k - поле магнитной анизотропии; θ_0 - угол между намагниченностью и внешним магнитным полем; H_0 - внешнее магнитное поле; ω - частота переменного магнитного поля; ψ - угол между намагниченностью и

осью анизотропии; α - коэффициент затухания; R_{dc} - сопротивление при постоянном токе; А - член отвечающий за проявление ФМР в отсутствии скин-эффекта.

Поскольку МИ эффект обусловлен скин-эффектом, то если толщина образца меньше, чем скин-слой, то МИ эффект не будет проявляться. Если толщина элемента больше, чем глубина скин-слоя, то возможно проявление как ФМР, так и МИ эффекта. Обычно МИ эффект исследуют в полях близких к полю анизотропии, поскольку в этой области наблюдается значительное изменение магнитной проницаемости (а, следовательно, и глубины скин-слоя) за счет процессов перемагничивания [28]. ФМР отличается от МИ эффекта условием резонанса, которое определяется зависимостью резонансного поля от резонансной частоты для (1.10). Если построить такую зависимость (Рисунок .1.56), то можно увидеть, что МИ и ФМР одновременно наблюдаются при частотах, когда резонанс проявляется в полях близких к полю анизотропии [102,108,115], в остальных случаях, в частности при высоких частотах, эффекты разделяются [107-111,115]. На Рисунке.1.56 сплошная кривая соответствует случаю, когда поле (H₀) строго перпендикулярно оси магнитной анизотропии (n_k), что приводит к наличию эффекта ФМР при любой частоте вблизи поля анизотропии. Однако в реальных материалах всегда присутствует дисперсия локальных осей магнитной анизотропии (Рисунок 1.56 пунктирная линия, дисперсия 2°), что приводит к существованию минимальной частоты (в данном примере 300 МГц), ниже которой ФМР не наблюдается [102,116].

Стоит отметить, что при протекании высокочастотного тока в ферромагнитных проводниках ФМР может проявляться и при отсутствии скин-эффекта. Логично полагать, что если толщина образца меньше, чем глубина скин-слоя, то при совпадении частоты переменного поля (которое создает переменный ток) с частотой Лармора, импеданс будет изменяться из-за эффекта ФМР (член A(µ_{eff}) в (1.9)) [112,114].



Рисунок 1.5 – Схема пленочного элемента: M₀ - намагниченность, H₀ - внешнее поле, n_k - направление одноосной магнитной анизотропии (а); Зависимость резонансной частоты от величины резонансного поля: H_k - поле анизотропии (б) [102].

Спин-волновой резонанс (СВР), также как и ФМР заключается в колебаниях намагниченности: ФМР - это однородные колебания, а СВР неоднородные колебания, поэтому одновременно эти эффекты проявляться не могут. Неоднородная прецессия возникает из-за неоднородности магнитных свойств пленочного образца, в частности из-за особенностей магнитной анизотропии на поверхности. Магнитные моменты связаны друг с другом за счет обменного и магнитостатического взаимодействий, и при прецессии неоднородности магнитных свойств в появлении стоячих спиновых волн. Они наблюдаются на спектрах поглощения в виде колебаний с нечетными модами [20-22].

Описанные магнитодинамические эффекты МИ, ФМР и СВР позволяют определять широкий спектр магнитных характеристик пленочных элементов, с помощью решений уравнений Ландау-Лифшица и Максвелла с граничными условиями. С помощью ФМР и СВР можно определить намагниченность, величину и направление магнитокристаллической анизотропии разного порядка, поверхностной анизотропии, константы обменного взаимодействия, и.т.д. [19, 22, 29, 64]. МИ эффект позволяет определять часть магнитных свойств, как это делается в случае ФМР и СВР, однако, МИ эффект чувствителен к процессам в том числе и к гистерезису [30]. Сложность перемагничивания, использования магнитодинамических методов связана с автоматизацией решений систем уравнений с учетом граничных и начальных условий, а также различных вкладов в уравнении свободной энергии. В работе [66] представлено программное обеспечение, позволяющее по спектрам ФМР в плоскости пленочного образца рассчитывать намагниченность насыщения, а также константы магнитокристаллической анизотропии. Отдельной задачей является обработка спектров ФМР с выходом намагниченности из плоскости пленочного образца для определения параметра перпендикулярной магнитной анизотропии. Несмотря на технологию наноструктурирования, отдельные зерна могут прорастать через буферные слои, образуя столбчатые структуры [117]. Возможность определения перпендикулярной анизотропии позволила бы оценить степень формирования столбчатых структур и оценить эффективность наноструктурирования.

Преимуществом методов МИ эффекта, ФМР и СВР является глубина проникновения, что позволяет исследовать отдельные слои пленочных структур [118,119,150]. На сегодняшний день в литературе в основном представлены работы по исследованию ФМР и СВР пленочных структур с одним или двумя слоями пермаллоя, [29, 64-70]. Литературы по многослойным пленочным структурам на основе пермаллоя ограниченное количество [71-73], а для МИ элементов отсутствует. Интерес исследований динамических и статических магнитных свойств многослойных пленочных структур обусловлен изучением особенностей межслойных взаимодействий и магнитных характеристик отдельных слоев.

1.4 Наноструктурированные магнитоимпедансные элементы

Магнитоимпедансный эффект является одним из чувствительных эффектов к внешнему магнитному полю. Чувствительность порядка 500 %/Э [120] наблюдается в аморфных микропроводах, в пленочных материалах чувствительность ниже (порядка 300%/Э) [55], однако они совместимы с технологиями планарных схем. Высокий МИ эффект и высокая чувствительность к внешнему магнитному полю соответствуют пленочным структурам, которые удовлетворяют особым требованиям. Поиск оптимальной структуры для увеличения этих двух параметров представляет важную задачу для МИ детектирования. Применительно к многослойным пленочным структурам, в которых наблюдается МИ эффект, употребляется термин наноструктурированные МИ элементы. Под наноструктурированным МИ элементом подразумевается многослойная пленка в форме полоски со структуры, а X - центральный толстый слой проводящего материала. Далее в работе для сокращения вместо понятия наноструктурированный МИ элемент будем просто использовать МИ элемент.

В качестве магнитных слоев МИ элементов используется пермаллой Fe₂₀Ni₈₀ с высокой магнитной проницаемостью. Магнитомягкие свойства достигаются за счет разного знака констант магнитокристаллической анизотропии и магнитострикции в Fe и Ni [2]. Смещение состава в сторону уменьшения или увеличения атомной концентрации Ni приводит к положительной или к отрицательной константе магнитострикции соответственно, а также к увеличению коэрцитивной силы [87]. Из-за ненулевой константы магнитострикции, внутренние и внешние напряжения будут вносить вклад в МИ эффект, что носит характер нежелательного

эффекта при магнитном детектировании, однако это можно использовать и для создания датчиков давления [121].

Методика измерения импеданса при высоких частотах является нетривиальной задачей [16, 122]. Широко распространен RF I-V метод с использованием микрополосковой линии [122, 123], который накладывает ограничение на форму и длину МИ элемента. МИ элемент должен быть выполнен в форме полоски, с длиной меньшей, чем длина электромагнитной волны для выполнения условия квазистационарности [96]. До частот порядка 400 МГц геометрические размеры МИ элемента обычно составляют длина × ширина (10 мм × 0,5 мм). При такой геометрии, даже, несмотря на толщины МИ элементов порядка до 1 мкм, размагничивающими факторами в плоскости пренебрегать нельзя [125,126].

В настоящее время существует тенденция уменьшения длины элемента связанная с потребностью минимизации устройств, однако в таком случае МИ эффект ослабнет из-за уменьшения общего объема материала [91,127,128]. С другой стороны, это позволит наблюдать МИ эффект при больших частотах, удовлетворяющих условию квазистационарности [96]. Оптимизация длины будет проходить исходя из учета влияния анизотропии формы на эффективную магнитную анизотропию элемента, поэтому отдельно стоят вопросы о влиянии размагничивающего фактора на статические и динамические магнитные свойства.

МИ эффект связан с процессами перемагничивания и для его высокого значения требуется наличие наведенной одноосной магнитной анизотропии в плоскости. Наведенная одноосная магнитная анизотропия создается путем прикладывания магнитного поля во время напыления. Применительно к МИ элементам различают два вида магнитной анизотропии. Продольная и поперечная магнитная анизотропия - ось наведенной магнитной анизотропии направлена параллельно и перпендикулярно длинной стороне МИ элемента соответственно. Исходя из типа эффективной магнитной анизотропии, полевые зависимости МИ соотношения могут иметь различный вид: один пик в области нулевого поля (при продольной анизотропии) (Рисунок 1.6а) или два пика в поле магнитной анизотропии (при поперечной анизотропии) (Рисунок 1.6б). Наибольшая чувствительность к внешнему магнитному полю наблюдается при конфигурации с поперечной магнитной анизотропией [28,30]. Подобный выбор также обусловлен смещением рабочего интервала в большие поля, которые необходимы для подмагничивания детектируемых объектов, например, магнитных наночастиц [36].

Важными характеристиками, определяющими величину и чувствительность МИ эффекта, являются толщина и проводимость пленочного элемента. Согласно формуле (1.5), их увеличение приводит к уменьшению частоты тока, при которой наблюдается значительный скин-эффект. Высокую проводимость получают внедрением в центр пленочной структуры толстого проводящего слоя, сверху и снизу от которого находятся слои магнитного материала - структура



Рисунок 1.6 – МИ эффект в пленочной структуре FeNi/Cu/FeNi с наведенной магнитной анизотропией: (а) поперечной, (б) продольной [28].

типа "сэндвич" [14,105]. Подобная структура существует в виде двух вариаций: с открытым и закрытым магнитным потоком [11, 129] (Рисунок 1.7). В структурах с закрытым потоком величина МИ эффекта и его чувствительность к внешнему магнитному полю выше [129, 130], однако удобнее использовать структуры с открытым потоком, по причине того, что их производство намного проще. В качестве материала центрального слоя обычно выступает Cu, из-за своей доступности, но также используются материалы по типу Ag [11, 56]. Было определено [53,55,105], что максимальная чувствительность и МИ эффект наблюдаются в структурах, толщина центрального проводящего слоя которых совпадает с толщиной магнитных слоев. На практике процесс изготовления ограничивает максимальную толщину образца, например, в процессе фотолитографии ее максимальная достижимая величина ограничена 1,5 мкм [131]. Это привело к тому, что оптимальная структура МИ элемента состоит из проводящего слоя толщиной 500 нм, и двух магнитных слоёв толщиной 500 нм.



Рисунок 1.7 – Пленочная структура типа "сэндвич": (слева) с открытым магнитным потоком, (справа) с закрытым магнитным потоком.

Как было сказано ранее, магнитный слой пермаллоя толщиной 500 нм будет находиться в "закритическом" состоянии, и для предотвращения этого требуется наноструктурирование. Чтобы не ухудшать свойства проводимости элемента, прослойки, разделяющие магнитные слои, необходимо выполнить из проводящего материала. Выбор материала прослоек существенный аспект, который влияет на текстуру и размер зерна FeNi. Ухудшение кристаллографической текстуры приводит к увеличению дисперсии локальных осей магнитной анизотропии, что уменьшает МИ эффект. Увеличение зерна играет двойственную роль: с одной стороны оно увеличивает дисперсию локальных осей анизотропии, с другой стороны уменьшает коэрцитивную силу и улучшает магнитомягкие свойства [52]. В качестве материалов прослоек исследовались Gd, Fe, Co, Cr, Ta [52,59], но наилучшими свойствами обладают Ті и Cu [53,55]. Концепция наноструктуирования может быть актуальна применительно не только к магнитным слоям. В МИ элементах существует асимметрия магнитных свойств магнитных слоев из-за долгого времени осаждения и присутствия толстого проводящего слоя меди. В работе [132] показано, что слой Си толщиной 0.5 мкм имеет довольно высокий размер зерен порядка 50 нм по сравнению с типичным размером зерен 12-25 нм для тонкой пленки FeNi толщиной 100 нм. Размер зерна и структура толстого слоя Си влияет на свойства слоев FeNi, которые находятся над ним. В результате структурные и магнитные свойства верхних и нижних слоев FeNi относительно центрального слоя Си, отличаются, что приводит к уменьшению МИ эффекта. Данную проблему можно было бы частично решить, используя наноструктурирование центрального слоя Си в МИ элементах, однако подобные МИ элементы еще не исследовались.

Толщина прослоек другой важный параметр, влияющий на магнитомягкие свойства FeNi. Влияние толщины рассмотрено и обосновано в работе [133] в трехслойной пленке, где была установлена зависимость коэрцитивной силы двух слоев Fe₁₉Ni₈₁ от толщины разделяющей прослойки Cr. Данная зависимость характеризовалась наличием оптимальной толщины, при которой наблюдался минимум коэрцитивной силы. Минимум обусловлен конкуренцией межслойного обменного и магнитостатического взаимодействий. Подобный механизм наблюдался и в работе [11, 54], где для прослоек Ті, было выявлено, что минимальная коэрцитивная сила соответствует толщине 6 нм. Оптимальная толщина прослоек в случае Си составляет 3 нм [53, 134].

Перейдем теперь к такому параметру, как толщина FeNi. Согласно работе [11,79] её предельное значение, при котором FeNi переходит в "закритическое" состояние, порядка 200 нм. Одну и ту же толщину МИ элемента можно получить, уменьшая толщину слоев FeNi и увеличивая количество таких слоев разделенных прослойками. От толщины магнитных слоев FeNi зависит, как коэрцитивная сила, так и МИ эффект. Было показано, что наилучшими характеристиками обладают элементы с толщиной FeNi 50 нм [57], однако магнитные характеристики элементов с толщиной FeNi 100 нм не сильно им уступают [58], но на практике их производство намного проще. Варьирование толщины прослоек и магнитных слоев влияет на магнитостатическое взаимодействие между слоями, поэтому актуальны вопросы о процессах перемагничивания, как всего МИ элемента, так и отдельных его магнитных слоев.

Все перечисленные выше данные определяют оптимальную структуру с наивысшим МИ эффектом и максимальной чувствительностью к внешнему магнитному полю. На данный момент максимальная чувствительность (300 %/Э) и МИ эффект (300 %) были достигнуты в пленочном элементе типа: [FeNi(100 нм)/Ti(6 нм)]₄/Cu(400 нм)/[Ti(6 нм)/FeNi(100 нм)]₄ [55] (Рисунок 1.8).



Рисунок 1.8 – Схема оптимальной структуры МИ элемента при продольном МИ эффекте и поперечной магнитной анизотропией. ОЛН - ось легкой намагниченности, ОТН - ось трудной намагниченности, I_{ac} - направление высокочастотного тока, Н - внешнее магнитное поле.

В настоящее время помимо МИ элементов в виде "сэндвича" с наноструктурированными слоями FeNi исследуются и другие многослойные структуры. В работе [95] предложена

трехслойная структура в виде диска с диэлектрической прослойкой. Такая конструкция позволяет избежать появления паразитных эффектов, вызванных собственным магнитным полем чувствительного элемента. Исследуется двухфазные МИ элементы с FeNi и Co с ассиметричным МИ эффектом [60], а также несимметричные МИ элементы [61]. Ещё одними многослойными материалами являются проволоки, полученные электроосаждением [62] и структуры в виде меандров [63].

1.5 Ансамбли микроэлементов и профилированные пленочные элементы

Ансамбли периодических микроэлементов привлекают особое внимание, как с теоретической точки зрения, так и в свете различных приложений, таких, как устройства магнитной памяти, магнонные кристаллы, магнитные сенсоры [40]. Их особенностью является то, что, когда характерные размеры и период микроэлементов становятся сравнимы с магнитными характеристиками (толщина доменных границ, длина обменного взаимодействия, и.т.д), или же когда магнитные микроэлементы взаимодействуют друг с другом, появляется конфигурационная анизотропия. Понимание влияния размера и геометрической конфигурации микроэлементов на доменную структуру и ее эволюцию при приложении магнитного поля являются актуальной проблемой. Имеющаяся литература приведена в большей степени для однослойных ансамблей микроэлементов [41,42] однако для случая многослойных ансамблей она практически отсутствует. Распространенным методом получения периодических структур является литография [41,135,136], другой же интерес несет разработка более доступных методов. Например, в работе [137], на подложку перед напылением наносились алмазной фрезой периодические расположенные канавки. Можно предложить метод напыления через маску, который ограничивает размеры и форму получаемых паттернов, но его реализация также проще.

Дополнительные слои в виде ансамбля микроэлементов на поверхности МИ элементов в теории могут значительно улучшить функциональные свойства. В работе [39] было теоретически показано, что МИ элемент с верхним слоем пермаллоя в виде гребенчатой структуры будет иметь МИ эффект, гораздо выше, чем в обычной симметричной структуре рассмотренной ранее. Более того, использование профилированных пленочных элементов увеличивает их эффективную поверхность, что важно в области маркерного биодетектирования [55]. Изучение подобных элементов представляет отдельный интерес.

1.6 Магнитоимпедансное детектирование

Из-за высокой чувствительности к внешнему магнитному полю МИ эффект перспективен как основа создания магнитных сенсоров, в том числе и для биоприложений. Суть магнитного сенсора или детектора заключается в том, чтобы преобразовать магнитное поле исследуемого объекта в электрический сигнал. Разделяют две концепции магнитного детектирования: 1) Безмаркерное детектирование - детектирование магнитного сигнала, который идет непосредственно от исследуемого объекта. Например, магнитокардиография в отличие от электрокардиографии, регистрирует компоненту магнитного поля ЭМ волн, порождающихся при биении сердца. Магнитокардиограмма несет в себе больше информации, поскольку магнитный сигнал не так сильно поглощается тканями человека, как электрический [37]. Тот же принцип реализован в магнитоэнцефалографии [38]. 2) Маркерное детектирование детектирование полей рассеяния магнитных меток, связанных с исследуемым объектом. Маркерное детектирование может выполняться по двум схемам: а) количественный анализ исследуемого объекта, б) установление присутствия исследуемых объектов в определенной области [138]. В качестве магнитных меток часто используются магнитные наночастицы оксида железа: магнетит (Fe₃O₄) или маггемит (γ -Fe₂O₃) из-за их высокой намагниченности насыщения, доступности, а также биосовместимости [76,139,140]. Размер, структура и связанные с ними магнитные свойства частиц оксида железа зависят от методики получения. Например, метод лазерного испарения мишени позволяет получать относительно небольшие партии частиц, но с узким распределением по размерам, что важно в некоторых аспектах биоприложений [76]. Поскольку свойства частиц могут меняться от партии к партии, необходимы методы, позволяющие получать большое количество материала за один цикл производства. Особо это отражается в медицинских целях, где перед каждым использованием частиц необходимо взять навеску для проведения аттестации материала. Метод электрического взрыва проволоки позволяет получать большое количество материала, при этом используя технологию фильтрации можно контролировать распределение частиц и их размер в партии [139].

Маркерное детектирование с помощью МИ детектора представляет собой перспективное направление в области биодетектирования. Определение концентрации магнитных частиц с помощью МИ элемента требуется в адресной доставке лекарств. При тромбозе, чтобы уменьшить побочные эффекты тромболитиков, их связывают с магнитными частицами и локально доставляют в область тромба. Измерение концентрации магнитных наночастиц необходимо для контроля количества тромболитиков, чтобы регулировать процедуру лечения. Разработка МИ сенсоров для осуществления контроля лекарств при адресной доставке требует предварительных экспериментов с материалами, моделирующими исследуемые объекты.

Например, для детектирования магнитных частиц в тканях человека исследуют МИ отклик детектора на полиакриламидные гели с различной концентрацией этих же частиц [76]. Высокое содержание воды в феррогелях делает их близкими к живым тканям и позволяет оценить совместное влияние диэлектрических и магнитных свойств детектируемого объекта на МИ отклик.

Другими материалами являются композиты на основе эпоксидной смолы и магнитных частиц. Их диэлектрическая проницаемость близка к единице и практически не влияет на МИ отклик, поэтому с их помощью можно исследовать только магнитный вклад от частиц в МИ эффект [141]. Магнитные эпоксикомпозиты – это востребованный материал, имитирующий магнитные частицы в биологических тканях, изучение которого требуется для биомедицинских приложений [43]. Распределение магнитных частиц в биологических тканях и органах чаще всего не является однородным, а отражает биологическую структуру данных объектов [44]. Исследование особенностей МИ отклика на композиты с разной концентрацией и распределением магнитных частиц, с последующим сопоставлением их структурных и магнитных свойств, позволяет лучше понять особенности детектирования частиц в реальных тканях.

Магнитные композиты используются во многих технических приложениях благодаря тому, что их магнитными свойствами легко управлять, изменяя концентрацию магнитного наполнителя, а технология получения позволяет придать любую форму [142,143]. Изучение МИ отклика на композиты с разным распределением магнитных частиц актуально для создания методик аттестации таких материалов с помощью МИ эффекта. Детектируемые поля рассеяния композитов, создаваемые магнитными частицами, часто имеют неизвестное распределение, которое влияет на вид МИ отклика. Современные методы математического моделирования позволяют качественно и количественно оценить поля рассеяния, что можно использовать для построения калибровочных зависимостей для разработки подобных методик.

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1

Наноструктурированные пленочные элементы на основе пермаллоя привлекают интерес научного сообщества как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения. Они обладают высокими магнитодинамическими свойствами, которые отражаются в таких эффектах как ферромагнитный резонанс (ФМР), спин-волновой резонанс (СВР) и магнитоимпедансный эффект (МИ эффект).

В обзоре показано, что данные эффекты связаны друг с другом и отражают широкий спектр магнитных характеристик многослойных пленочных структур: намагниченность

насыщения, направление осей и значения констант магнитокристаллической анизотропии, констант обменной связи и.т.д. Проявление скин-эффекта позволяет изучать магнитные свойства отдельных слоев. Исследование магнитодинамических свойств может служить методикой аттестаций магнитных пленочных элементов

С другой стороны магнитодинамические свойства лежат в основе СВЧ приложений. Например, в наноструктурированных пленочных элементах в форме полоски со структурой типа "сэндвич" - F1/X/F2, где F1 и F2 - ферромагнитные многослойные пленочные структуры, а X - центральный толстый слой проводящего материала наблюдается высокая чувствительность магнитоимпедансного эффекта к внешнему магнитному полю. Подобные материалы называются наноструктурированными МИ элементами и могут использоваться в датчиках слабых магнитных полей. В обзоре представлена зависимость МИ эффекта от параметров слоев таких как толщина и материал проводящего слоя и прослоек, количество и толщина слоев пермаллоя, а также форма МИ элемента. Однако в литературе присутствуют пробелы по МИ элементам с наноструктурированным центральным слоем меди и МИ элементам с профилированной поверхностью.

Наноструктурированные МИ элементы можно использовать определения для присутствия и количества магнитных частиц за счет детектирования магнитных полей рассеяния. Магнитные частицы оксида железа обладают биосовместимостью и низкой ценой производства, однако их параметры во многом зависят от метода получения. Метод электрического взрыва проволоки позволяет получить большое количество магнитных частиц в рамках одного цикла производства. Магнитные частицы оксида железа применяются в медицине для адресной доставки лекарств, которая требует контроля их количества, что можно реализовать с помощью МИ детектирования. Предварительно для этой задачи требуются эксперименты с материалами, моделирующими присутствие магнитных частиц в живых тканях для чего можно использовать эпоксидные композиты с магнитными частицами. Магнитные эпоксикомпозиты представляют отдельный интерес, поскольку они являются конструкционными материалами с варьируемыми магнитными параметрами

2 Методы эксперимента

2.1 Пленочные элементы на основе пермаллоя

2.1.1 Методы получения

Пленочные структуры были получены методом магнетронного напыления на установке Orion 8 (АЈА International Inc., США) в радиочастотном режиме. Напыление образцов производилось в атмосфере аргона чистотой 99,98%. Параметры осаждения: предварительный вакуум $1,3\cdot10^{-6}$ мбар, рабочее давление аргона в камере $3,9\cdot10^{-3}$ мбар, напряжение на мишени 1,5кВ. В качестве подложек использовались стекло толщиной 0.2 мм фирмы Corning 22х22 мм². Установка оснащена магнитной системой на основе Sm₂Co₁₇, которая позволяет во время напыления создавать технологическое поле 250 Э в плоскости образцов для формирования наведенной плоскостной магнитной анизотропии. В работе следует разделять некоторую терминологию касательно пленочных образцов. Так под элементом или МИ элементов, подразумевается многослойная пленочная структура в виде полоски с центральным слоем меди. Ансамбли пленочных микроэлементов являются пленочными структурами, с повторяющимися паттернами микроэлементов, осажденными на стекло. Профилированный элемент - это элемент, который имеет повторяющиеся микроэлементы на свободной поверхности. Были получены следующие образцы, подробное описание результатов исследований которых приведено ниже.

1. Образцы серий I, II осаждены на стеклянную подложку Corning 22x22 мм², а затем с использованием фотолитографии и травления получены в виде наноструктурированных пленочных элементов в форме полосок. Структура элементов [Cu(3 нм)/FeNi(100 нм)]₅/Cu(150 нм)/FeNi(10 нм)/Cu(150 нм)/FeNi(10 нм)/Cu(150 нм)/FeNi(10 нм)/Cu(150 нм)/FeNi(100 нм)]₅ (Рисунок 2.1а).



Рисунок 2.1 – Схема литографического элемента (а); Серия I литографических элементов полученных в рамках одного напыления (б). Нт - направление технологического поля прикладываемого во время напыления.

В каждой полученной партии присутствуют и короткие (0,5 мм \times 5,0 мм) и длинные элементы (0,5 мм \times 10,0 мм), обозначенные как s и l соответственно. Перпендикулярно длинной стороне элементов прикладывалось технологическое внешнее магнитное поле 250 Э для создания наведенной одноосной магнитной анизотропии. Цифры 1, 2, 3,4, 5, 6 в обозначении элементов указывают на их порядковый номер в серии, соответствующий их расположению (Рисунок 2.16). Согласно измерениям на стилусном профилометре толщина для исследуемых образцов составляла порядка (1.20 \pm 0.04) мкм.

2. Ансамбли однослойных и многослойных пленочных микроэлементов (Рисунок 2.2а), которые осаждены через специальные маски (Рисунок 2.26), а также сплошные пленки (1.0 см × 1.0 см) FeNi с толщинами 25, 50, 100, 125, 200, 400 нм. Образцы PF представляли собой ансамбли однослойных пленочных микроэлементов с толщиной FeNi 100 нм и разным размером R. Образец F представлял собой сплошную (1.0 см × 1.0 см) однослойную пленочную структуру (контроль). Образец MPF представлял собой ансамбли многослойных пленочных микроэлементов, а MF сплошную (1.0 см × 1.0 см) многослойную пленочную структуру (контроль). Также исследовался MFs - многослойный пленочный МИ элемент (длина × ширина) (1.0 мм × 0.5 мм), полученный с помощью прямоугольной маски (Таблица 1.1). Перпендикулярно одной ИЗ сторон квадратных микроэлементов прикладывалось технологическое магнитное поле 250 Э, необходимое для создания наведенной магнитной анизотропии. В случае МИ элемента MFs поле прикладывалось перпендикулярно длинной стороне получаемого элемента.



Рисунок 2.2 – Схема ансамбля многослойных периодических микроэлементов: R - размер микроэлементов, r - расстояние между микроэлементами (а); Фотография маски, через которую были напылены ансамбли (б).
3. Профилированные пленочные элементы были получены на основе структуры [FeNi(100 нм)/Cu(3 нм)]₅/Cu(500 нм)/[Cu(3 нм)/FeNi(100 нм)]₅. Нижние слои [FeNi(100 нм)/Cu(3 нм)]₅ и толстый слой меди Cu для образцов были сплошными, а верхние слои через разные маски. В зависимости от маски были получены два типа образцов: StP (stripe patterned) - верхние слои имели вид чередующихся полосовых микроэлементов (Рисунок 2.3a), SqP (square patterned) - верхние слои имели вид чередующихся квадратных микроэлементов (Рисунок 2.3б). В качестве контрольного образца NP (non-patterned) был взят МИ элемент [FeNi(100 нм)/Cu(3 нм)]₅/Cu(500 нм)/[Cu(3 нм)/FeNi(100 нм)]₅ (Таблица 2.2). Перпендикулярно длинной стороне элементов прикладывалось поле 250 Э для создания одноосной магнитной анизотропии.

Таблица 2.1 - Ансамбли однослойных и многослойных пленочных микроэлементов и сплошные пленочные структуры (контроль).

Образцы	Состав	R, мкм	r, мкм	
Однослойные структуры				
PF1	FeNi (100 нм)	50	20	
PF2	FeNi (100 нм)	70	30	
PF3	FeNi (100 нм)	300	20	
F	FeNi (100 нм)	Сплошная структура		
Многослойные структуры				
MPF	[Cu(6 нм)/ FeNi (100	70	30	
	нм)]5			
MF	[Cu(6 нм)/ FeNi (100	Сплошная структура		
	нм)]5			
MFs	[Cu(6 нм)/ FeNi (100	Сплошная структура в виде полоски (МИ		
	нм)] ₅ /Си(500 нм)/[Си(6	элемент)		
	нм)/ FeNi (100 нм)] ₅			



Рисунок 2.3 – Схема профилированных многослойных пленочных элементов с разной формой микроэлементов: (a) - полоски (StP); (б) - квадраты (SqP). Нт - технологическое поле, прикладываемое во время напыления для создания оси наведенной магнитной анизотропии.

Образцы	Состав	Форма
		микроэлементов
StP	[FeNi(100 nm)/Cu(3 nm)] ₅	полоски
SqP	/Cu(500 nm)/	квадраты
NP	[Cu(3 nm)/FeNi(100 nm)] ₅	-

Таблица 2.2 – Профилированные и непрофилированные МИ элементы

2.1.2 Исследования структуры и поверхности

Особенности поверхности пленочных элементов были исследованы с помощью стилусного профилометра Veeco Dektak-150 с разрешением по вертикали 1Å и воспроизводимостью результатов ±5Å.

Изображение поверхности было получено с помощью сканирующей электронной микроскопии на Carl Zeiss NTC Merlin. На данном оборудовании проводилась энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, позволяющая определять элементный состав отдельных частей образцов. С помощью пучка электронов атомы материала исследуемого образца возбуждались, испуская характерное для каждого химического элемента рентгеновское излучение. Исследование энергетического спектра такого излучения, позволяет сделать выводы о качественном и количественном составе образца.

Рентгенофазовый анализ проводился на автоматизированном дифрактометре X'PERT PRO (PANalytical, Нидерланды) при параметрах 40 кВ и 40 мА в диапазоне углов 20, в качестве источника использовался вторичный монохроматор на Cu-K α ($\lambda = 0,154$ нм) и твердотельный детектор PIXcel (активная длина в 20 3,347°).

2.1.3 Исследования статических и динамических магнитных свойств

Структура магнитных доменов и петли магнитного гистерезиса пленочных элементов исследовались с помощью магнитооптического Керр-микроскопа (Evico magnetic, Германия) и вибрационного магнетометра 7407 VSM (Lake Shore, Cryotronics, CША) при увеличении поля от -100 Э до 100 Э "вверх" (восходящая ветка) и при уменьшении поля от 100 Э до -100 Э "вниз" (нисходящая ветка). Измерения на магнитооптическом Керр-микроскопе проводились для верхнего (со стороны пленочного элемента) и нижнего (со стороны пленочного элемента) и нижнего (со стороны стеклянной подложки) слоев пленочных структур. В отличие от вибрационной магнитометрии, в случае которой сигнал измеряется со всего образца, глубина проникновения сигнала Керр-микроскопа составляет порядка 20 нм, но он позволяет визуализировать магнитные домены.

ФМР и СВР пленочных элементов исследовались при комнатной температуре на спектрометре Bruker (Elexsys E580, Bruker, Германия) на частоте 9.48 ГГц в полом резонаторе

[147] и на спектрометре ферромагнитного резонанса с использованием микрополоскового резонатора с отверстием диаметром 0.8 мм на частоте 1.3 ГГц [148, 149]. Анализировались следующие параметры: H_{pes} - резонансное поле поглощения, ΔH - ширина резонансного пика поглощения на половине его высоты (характеризует параметр затухания) [147]. Измерения проводились в двух различных конфигурациях: "out-of-plane" - внешнее магнитное поле выходит из плоскости пленочной структуры при фиксированном угле φ_H (Рисунок 2.4a); "in-of-plane" - внешнее магнитное поле поворачивается в плоскости пленочной структуры ($\theta_H = 90^\circ$) (Рисунок 2.46). В обеих конфигурациях переменное магнитное поле h~ перпендикулярно внешнему магнитному полю H. Спектры поглощения ΦMP и CBP представляли собой полевые зависимости либо мощности (P), либо производной мощности по магнитному полю (dP/dH). Данные спектры аппроксимировались с помощью либо обычных, либо дифференциальных функций Лоренца соответственно.



Рисунок 2.4 – Схема измерения спектров ФМР и СВР пленочных элементов в различных конфигурациях: (a) "out-of-plane"; (б) "in-of-plane". М - намагниченность, Н - внешнее магнитное поле, h~ - переменное магнитное поле. $\varphi_{\rm H}$, $\theta_{\rm H}$ - углы определяющие направление внешнего магнитного поля, φ , θ - углы, определяющие равновесное направление намагниченности.

Импеданс МИ элементов в зависимости от магнитного поля измерялся на анализаторе импеданса Agilent HP E 4991 A в микрополосковой линии при комнатной температуре [16,150]. Внешнее магнитное поле, создаваемое катушками Гельмгольца, прикладывалось вдоль длинной стороны образцов (продольный магнитный импеданс). Частота переменного тока, проходящего через МИ элемент, находилась в интервале от 1 МГц до 400 МГц. МИ эффект характеризовался магнитоимпедансным соотношением (МИ соотношение) полного импеданса (2.1), а также

чувствительностью к магнитному полю (2.2). Еще одной характеристикой являлась зависимость величины $\Delta Z/Z_{max}$ от частоты тока f, она определялась следующим образом. Полевые зависимости $\Delta Z/Z(H)$ строились при каждой исследуемой частоте тока f. Затем на каждой полевой зависимости при фиксированной частоте f находили максимальное значение $\Delta Z/Z_{max}$, а затем строили зависимость $\Delta Z/Z_{max}(f)$.

$$\Delta Z/Z(H) = 100\% \times |Z(H) - Z(H_{max})|/Z(H_{max})$$
(2.1)

$$S_{Z}(H) = |\Delta Z/Z(H_{1}) - \Delta Z/Z(H_{2})| / |H_{1} - H_{2}|$$
(2.2)

 H_{max} - поле 100 Э; H_1 - H_2 = 0,3 Э

2.1.4 Определение магнитных параметров на основе ФМР и СВР

ФМР лежит в основе косвенного метода определения магнитных характеристик магнитных пленочных элементов, находящихся в состоянии магнитного насыщения. Этот метод основывается на аппроксимации зависимости резонансного магнитного поля H от угла $\varphi_{\rm H}$ в "inof-plane" или угла $\theta_{\rm H}$ в "out-of-plane" конфигурациях, где $\varphi_{\rm H}$, $\theta_{\rm H}$ - углы, определяющие направление внешнего магнитного поля в сферической системе координат (Рисунок 2.4а). Аппроксимация проводится с использованием уравнений Сула-Смита (условие резонансного поглощения) (2.3) и минимума плотности свободной энергии, из которого определяются углы равновесного положение намагниченности (φ , θ) (2.4).

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^{2} = \frac{1}{M_{s}^{2} \cdot \sin^{2}(\theta)} \cdot \left(\frac{\partial^{2}E}{\partial\theta^{2}} \cdot \frac{\partial^{2}E}{\partial\varphi^{2}} - \left(\frac{\partial^{2}E}{\partial\varphi\partial\theta}\right)^{2}\right)$$
(2.3)
$$\frac{\partial E}{\partial\varphi} = \frac{\partial E}{\partial\theta} = 0$$
(2.4)

 $\gamma = 1.758 \cdot 10^7 \ \Gamma$ ц/Э гиромагнитное соотношение; ω - резонансная частота; Е - плотность свободной энергии; M_s - намагниченность насыщения; θ - угол между осью z и намагниченностью; φ - угол между осью x и намагниченностью

Уравнение (2.3) можно преобразовать таким образом, чтобы оно определяло зависимость резонансного магнитного поля Н от остальных параметров. Вид системы уравнений (2.3) и (2.4) будет зависеть от плотности свободной энергии Е, которая имеет общий вид:

$$\mathbf{E} = \mathbf{E}_1 + \mathbf{E}_2 = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} + \mathbf{E}_2(\boldsymbol{\varphi}, \boldsymbol{\theta}) \tag{2.5}$$

Н - вектор внешнего магнитного поля, М - вектор намагниченности, E₁ - энергия
 Зеемана, E₂ - все остальные вклады (одноосная магнитная анизотропия, перпендикулярная магнитная анизотропия, и.т.д).

Подставляя (2.5) в (2.4), получим выражение для резонансного поля H (2.6), а также коэффициенты (2.7), которые определяют его:

$$H =$$

$$= \frac{1}{2 \cdot (A_{1}B_{1} - C_{1}^{2})} \cdot \left(-A_{1}B_{2} - A_{2}B_{1} + 2C_{1}C_{2} + \sqrt{(A_{1}B_{2} + A_{2}B_{1} - 2C_{1}C_{2})^{2} - 4 \cdot (A_{1}B_{1} - C_{1}^{2}) \cdot (A_{2}B_{2} - C_{2}^{2} - (\frac{\omega}{\gamma})^{2} \cdot M_{s}^{2} \cdot \sin^{2}(\theta))} \right)$$

$$(2.6)$$

$$A_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \theta^{2}}; B_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \phi^{2}}; C_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \phi \partial \theta}; A_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \theta^{2}}; B_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \phi^{2}}; C_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \phi \partial \theta}$$
(2.7)

Физическая модель, лежащая в основе системы уравнений (2.4) и (2.6), характеризуется выражением плотности свободной энергии (2.5). Её соответствие экспериментальным данным зависит от того, насколько подробно учтены все вклады энергий. Данная система имеет три неизвестных параметра (φ , θ , H), что осложняет численное решение. Применительно к конфигурациям "in-of-plane" или "out-of-plane" количество неизвестных сокращается до двух: (φ , H) или (θ , H) соответственно, что значительно упрощает вычисления.

Рассмотрим, как выглядят уравнения (2.4) и (2.7) в конфигурации "in-of-plane", когда внешнее магнитное поле изменяется в плоскости пленки ($\theta_{\rm H} = 90^{\circ}$). Определим плотность свободной энергии выражением (2.8) в соответствии со сферической системой координат, с которой связан пленочный элемент (Рисунок 2.4а). Первый член - энергия Зеемана, второй член - энергия размагничивающего поля перпендикулярно плоскости, третий член - энергия перпендикулярной одноосной магнитной анизотропии, четвертый член - энергия наведенной магнитной анизотропии в плоскости, пятый член - энергия размагничивающего поля в плоскости.

$$E = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} + \frac{N_z}{2} \cdot (\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2 - K_n \frac{(\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2}{\mathbf{M}^2} - K_u \cdot \sin^2(\theta) \cdot \cos^2(\varphi - \varphi_0) + \frac{M^2}{2} (N_x \cdot \cos^2(\varphi) + N_y \cdot \sin^2(\varphi)) \cdot \sin^2(\theta)$$
(2.8)

n - единичный вектор перпендикулярный плоскости пленки, θ - угол между осью z и намагниченностью, $\theta_{\rm H}$ - угол между осью z и внешним магнитным полем, φ - угол между осью x и намагниченностью, $\varphi_{\rm H}$ - угол между осью x и магнитным полем, φ_0 - угол между осью x и осью наведенной магнитной анизотропии, N_x, N_y, N_z - размагничивающие факторы, K_n - константа перпендикулярной магнитной анизотропии, K_u - константа наведенной магнитной анизотропии в плоскости

Размагничивающий фактор в направлении перпендикулярном плоскости $N_z \approx 4\pi$ на два порядка больше размагничивающих факторов в плоскости (N_x - вдоль короткой стороны, N_y - вдоль длинной стороны, N_z - перпендикулярно плоскости) и стремится положить намагниченность M в плоскость, из чего следует условие: $\theta = \theta_H = \pi/2$. Несмотря на высокое значение N_z , по сравнению с N_x и N_y , последними нельзя пренебрегать в конфигурации "in-of-plane", поскольку они могут конкурировать с осью наведенной магнитной анизотропии в плоскости. Таким образом, уравнения (2.7) имеют вид:

$$A_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \theta^{2}} = M_{s} \cdot \cos(\varphi - \varphi_{H})$$

$$B_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \varphi^{2}} = M_{s} \cdot \cos(\varphi - \varphi_{H})$$

$$C_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$

$$A_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \theta^{2}} = 2 \cdot \left[\frac{M_{s}^{2}}{2} \left(N_{z} - N_{x} \cdot \cos^{2}(\varphi) - N_{y} \cdot \sin^{2}(\varphi)\right) - K_{n} + K_{u} \cdot \cos^{2}(\varphi - \varphi_{0})\right] \approx 4\pi M_{s}^{2}$$

$$B_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi^{2}} = 2 \cdot \left[K_{u} \cdot \cos(2(\varphi - \varphi_{0})) + \frac{M_{s}^{2}}{2} \cdot \left(N_{y} - N_{x}\right) \cdot \cos(2\varphi)\right]$$

$$C_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$

$$C_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$

$$C_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$

Условие минимума свободной энергии (2.4) запишется следующим образом:

$$\frac{\partial E}{\partial \varphi} = M_s \cdot H \cdot \sin(\varphi - \varphi_H) + K_u \cdot \sin(2(\varphi - \varphi_0)) + \frac{M_s^2}{2} \cdot (N_y - N_x) \cdot \sin(2\varphi) = 0$$
(2.10)

Теперь рассмотрим вид уравнений (2.4) и (2.7) в конфигурации "out-of-plane", когда внешнее магнитное поле выходит из плоскости пленочной структуры: изменяется угол $\theta_{\rm H}$ при фиксированном угле $\varphi_{\rm H}$ = const. В данном случае для упрощения под углом $\varphi_{\rm OЛH}$ будем подразумевать угол между осью ОХ и направлением ОЛН. В качестве направляющего угла в плоскости для внешнего магнитного поля $\varphi_{\rm H}$ возьмем угол, который соответствует оси легкого намагничивания ($\varphi_{\rm H} = \varphi_{\rm OЛH}$). Он характеризуется конкуренцией размагничивающих факторов в плоскости N_x и N_y и осью наведенной магнитной анизотропии. В таком случае равновесное положение намагниченности будет определяться направлением внешнего магнитного поля ($\varphi = \varphi_{\rm H}$), так как это энергетически выгодное направление при любом $\theta_{\rm H}$, и уравнение плотности свободной энергии (2.5) примет более простой вид:

$$\mathbf{E} = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} + 2\pi \cdot (\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2 - \mathbf{K}_{\mathbf{n}} \frac{(\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2}{\mathbf{M}^2} - \mathbf{K}_{\mathbf{O}\mathcal{I}\mathbf{H}} \cdot \sin^2(\theta) \cdot \cos^2(\varphi - \varphi_{\mathbf{O}\mathcal{I}\mathbf{H}})$$
(2.11)

 $\varphi_{\text{ОЛН}}$ - угол между осью х и ОЛН, К_{ОЛН} - константа одноосной магнитной анизотропии в плоскости.

Уравнения (2.7) упростятся до системы:

$$A_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \theta^{2}} = M_{s} \cdot \cos(\theta - \theta_{H})$$

$$B_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \varphi^{2}} = M_{s} \cdot \sin(\theta) \cdot \sin(\theta_{H})$$

$$C_{1} = \frac{1}{H} \frac{\partial^{2} E_{1}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$

$$A_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \theta^{2}} = -2 \cdot \cos(2\theta) \cdot (2\pi M_{s}^{2} - K_{n} + K_{0,\text{TH}})$$

$$B_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi^{2}} = 2 \cdot K_{0,\text{TH}} \cdot \sin^{2}(\theta)$$

$$C_{2} = \frac{\partial^{2} E_{2}}{\partial \varphi \partial \theta} = 0$$
(2.12)

Условие минимума свободной энергии (2.4) запишется следующим образом:

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = -M_s \cdot H \cdot \sin(\theta - \theta_H) + (2\pi M_s^2 - K_n + K_{0,\text{TH}}) \cdot \sin(2\theta) = 0$$
(2.13)

Аппроксимируя экспериментальную угловую зависимость резонансного поля уравнением (2.6) с учетом (2.4), зная часть магнитных характеристик материала, можно определить другие неизвестные параметры: константы магнитной анизотропии, намагниченность и.т.д. Их подбор производится с помощью алгоритма минимизации расхождения между экспериментальной и теоретической кривыми. Часто в качестве такого алгоритма выступает метод наименьших квадратов (МНК) [66]. В данной работе была создана программа, позволяющая определять поле перпендикулярной анизотропии ($H_n = 2K_n/M_s$) в случае "out-of-plane" конфигурации и поле наведенной магнитной анизотропии ($H_a = 2K_u/M_s$) в случае "in-of-plane", при этом все остальные параметры считаются известными. Её описание подробно приведено в Главе 3.6.

Исследование СВР проводилось в "out-of-plane" конфигурации. При определенном угле $\theta_{\rm H}$ вместо однородных колебаний намагниченности (ФМР) начинают проявляться неоднородные колебания намагниченности (СВР), формирующие спектр стоячих спиновых волн с нечетными модами. Спектр поглощения описывается несколькими функциями Лоренца, резонансные поля которых определяются формулой [21,22]:

$$H_n = \frac{\omega}{\gamma} + 4\pi M_{eff} - \eta k_n^2 \qquad (2.14)$$

 M_{eff} - эффективная намагниченность, η - константа обменной жесткости, $k = n \frac{\pi}{d}$ - волновой вектор, n = 1, 3, 5, ... - номер моды, d - толщина пленочного образца

Стоит сделать важное замечание: нет возможности определить истинную намагниченность насыщения M_s методами ФМР и СВР. Происходит это из-за того, что при аппроксимации экспериментальных данных приведенными выше формулами (2.6) и (2.14) делается конкретное предположение о выражении для плотности свободной энергии Е. Однако в реальных материалах сложно учесть все составляющие энергии из-за чего неучтенные части будут давать вклад в величину намагниченности насыщения, которая входит в приведенные уравнения. В литературе, определенную таким образом, намагниченность называют эффективная намагниченность M_{eff} [29,66].

2.2 Магнитные частицы с разными параметрами дисперсности и эпоксидные композиты на их основе

2.2.1 Методы получения

В работе исследовались три типа частиц A, C, FC. A – коммерческие микрочастицы Alfa Aesar (Ward Hill, MA, USA). С и FC – две партии частиц оксида железа с различными параметрами дисперсности, полученные с помощью электрического взрыва проволоки (ЭВП).

Данная методика позволяет получать большие партии наночастиц с высокой степенью сферичности и предполагает возможность сепарации частиц с разным размером: крупные частицы из циклона установки, мелкие частицы из фильтра установки [139]. С помощью электровзрыва были получены частицы двух типов: С – крупные частицы из циклона; FC – смесь крупных частиц из циклона и мелких частиц из фильтра. Использование магнитных частиц оксида железа обусловлено рядом преимуществ этого материала: биосовместимость, низкая цена, возможность получения большого количества материала методом электрического взрыва. Для био- и целого ряда технологических приложений размер и возможность получения заданных параметров дисперсности партии являются критическими параметрами, определяющими возможность создания устройства или работы по протоколу, установленному регулирующими документами [139,144].

На основе этих трех партий МЧ (A, C и FC) были синтезированы магнитные композиты. Они представляли собой эпоксидную смолу с различным массовым содержанием частиц: 0 %, 2 %, 5 %, 10 %, 30 %, 50 %, 70 %. В качестве полимерной матрицы для изготовления композитов была использована эпокси-дифенилолпропановая смола KDA (Chimex Ltd., Россия). Сначала смолу смешали с отвердителем - три (этил) - тетра (амин) (Epital, Россия) в соотношении 6:1 по весу. После этого навески порошков смешивали с жидкой композицией эпоксидной смолы при температуре 25 °C в течение 10 мин. Затем смесь помещали в форму из полиэтилена для отвердения в течение 2 часов при 70 °C.

2.2.2 Исследования структуры и размера магнитных частиц

Изображения частиц и эпоксидных композитов были получены с помощью сканирующей электронной микроскопии на JEOL JEM2100, глубина проникновения электронного пучка составляла порядка 1 мкм. Предварительно на композиты и частицы был напылен слой графита для предотвращения эффекта накопления заряда. Рентгенофазовый анализ проводился на автоматизированном дифрактометре X'PERT PRO (PANalytical, Нидерланды) при параметрах 40 кВ и 40 мА в диапазоне углов 20. В качестве источника использовался вторичный монохроматор на Cu-K α ($\lambda = 0,154$ нм) и твердотельный детектор PIXcel (активная длина в 20 3,347°). Оценка нижней границы размеров магнитных частиц и зерен нанокристаллических фаз пленочных элементов проводилась по формуле Шеррера [145]

$$d = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta},$$
 (2.15)

d – средний диаметр кристаллитов, θ – угол между падающим лучом и плоскостью, β – ширина
 рефлекса на полувысоте, λ – длина волны, К – безразмерный коэффициент формы.

Распределение по размеру оценивалось по фотографиям СЭМ из выборки, состоящей из No частиц. Размер частиц оценивался аппроксимацией количественного (2.16) и весового (2.17) распределений частиц с помощью логнормальной функции (2.18) [146] из которой определялся среднечисленный или средневзвешенный размер.

$$\frac{N}{N_0}(d_i) = \frac{N(d_i)}{\sum_i N(d_i)} \cdot 100 \%$$
(2.16)

$$\frac{m}{m_0}(d_i) = \frac{N(d_i) \cdot d_i^3}{\sum_i N(d_i) \cdot d_i^3} \cdot 100 \%$$
(2.17)

$$f(d) = \frac{1}{d \cdot \ln \sigma \cdot \sqrt{2\pi}} e^{\frac{\left(\ln \left(d/d_{cp}\right)\right)^2}{2(\ln \sigma)^2}}$$
(2.18)

А - размерный коэффициент, di - средний размер частиц находящихся в некотором диапазоне размеров, N(di) - количество частиц с di размером, N₀ - число частиц в выборке, m₀ масса частиц в выборке, σ - дисперсия размера, d_{cp} - среднечисленный или средневзешанный размер частиц.

Если количественное или весовое распределение не поддавалось аппроксимации логнормальным законом, то для оценки средневзвешанного (d_w) и среднечисленного (d_N) диаметра использовались следующие формулы:

$$d_{w} = \frac{\sum_{i} N(d_{i}) \cdot d_{i}^{4}}{\sum_{i} N(d_{i}) \cdot d_{i}^{3}}$$
(2.19)

$$d_{N} = \frac{\sum_{i} N(d_{i}) \cdot d_{i}}{\sum_{i} N(d_{i})}$$
(2.20)

Другим методом по оценке размера частиц через измерения их удельной поверхности является низкотемпературная абсорбция азота (метод Брунауэра-Эммита-Теллера - БЭТ) [151]. В отличие от оценки размера по распределению, метод БЭТ чувствителен к малым частицам, которые плохо видны на снимках СЭМ, однако крупные частицы определяются хуже. С другой стороны, средневзвешенные оценки размера из распределения позволяют учесть крупные

частицы, но количество анализируемых частиц и выбор фотографий СЭМ могут сказаться на результате.

$$d = \frac{6}{\rho \cdot S_{sp}}$$
(2.21)

ρ - плотность вещества, S_{sp} - удельная поверхность частиц, d - диаметр частиц

2.2.3 Исследования магнитных свойств

Удельный магнитный момент частиц и композитов был исследован с помощью вибрационного магнетометра 7407 VSM и 7404 VSM (Lake Shore Cryotronics, США) в различных лабораториях при комнатной температуре.

Температурная зависимость намагниченности частиц измерялась с помощью СКВИДмагнитометра MPMS XL7. Проводили два типа измерений – охлаждение в нулевом магнитном поле (zerofield cooling, ZFC) и охлаждение в ненулевом магнитном поле (field cooling, FC). В методике ZFC образец охлаждали до температуры жидкого гелия в отсутствии магнитного поля, а затем включали постоянное магнитное поле 100 Э и медленно увеличивали температуру, регистрируя значение намагниченности. Методика FC отличается от ZFC только тем, что образец охлаждают в ненулевом магнитном поле. С помощью данной методики можно определить структуру частиц за счет фазовых переходов. Одним из таких является переход для частиц магнетита с диаметром больше 50 нм из моноклинной сингонии в кубическую (переход Вервея), который проявляется на ZFC кривых в виде скачка в области 100 К [139,152].

2.3 Магнитоимпедансное детектирование

Магнитоимпедансное детектирование (МИ детектирование) магнитных полей рассеяния эпоксидных композитов с содержанием магнитных частиц проводилось в конфигурации, востребованной в биоприложениях, а именно для тестовых экспериментов, имитирующих определение концентрации тромболитиков в кровеносном сосуде при лечении тромбоза. Образец, имитирующий тромб в коронарном сосуде, в который были доставлены магнитные частицы с тромболитиками, представлял собой трубку с эпоксидной смолой с магнитной вставкой, которая являлась магнитным композитом и имела форму цилиндра с диаметром 5 мм и высотой 4 мм. Магнитная вставка располагалась на расстоянии порядка (1,10 ± 0,25) мм над поверхностью элемента и могла передвигаться перпендикулярно его длинной стороне. При этом

варьировалось положение центра магнитной вставки относительно пленочного элемента по оси ОХ, шаг составлял ± 1 мм (Рисунок 2.5а).



Рисунок 2.5 – Схема эксперимента по детектированию магнитных полей рассеяния композитов (а). І_{ас} - переменный ток, Н - магнитное поле, ОЛН - ось легкого намагничивания; ОТН - ось трудного намагничивания; М_г - намагниченность вставки. Схема МИ элемента (б).

Импеданс элемента [FeNi (100 нм)/Сu(3 нм)]₅/Сu(500 нм)/[FeNi (100 нм)/Сu(3 нм)]₅ (геометрические размеры длина × ширина: 10,0 мм × 0,5 мм) измерялся при разных положениях центра магнитной вставки относительно пленочного элемента. Магнитоимпедансный отклик на различные положения магнитной вставки определялся по формуле (2.22).

$$\Delta(\Delta Z/Z) = \Delta Z/Z_{\text{control}} - \Delta Z/Z_{\text{position}}$$
(2.22)

ΔZ/Z_{control} - МИ соотношение пленочного элемента в присутствии цилиндра из эпоксидной смолы без магнитных частиц; ΔZ/Z_{position} - МИ соотношение пленочного элемента при определенном положении магнитной вставки;

Распределение магнитных полей рассеяния, которые создавала магнитная вставка на поверхности МИ элемента, в рамках эксперимента по магнитоимпедансному детектированию было вычислено с помощью моделирования в программном обеспечении Comsol MultiPhysics (AC/DC Module) (Comsol LLC, Швеция, Лицензия № 17074991). В модели началом отчета являлся центр магнитной вставки: менялась координата пленочного элемента, положение которого характеризовалось координатами его центра. Определялась Н_у и H_x компонента магнитного поля на поверхности элемента в плоскости XY.

Параметры эксперимента были следующими. Диаметр вставки 5 мм, геометрические размеры ГМИ элемента длина × ширина: 10,0 мм × 0,5 мм. Поверхность пленочного элемента

находилась в плоскости XY на расстоянии 1,10 мм от магнитной вставки по оси OZ, а по оси OX положения менялись относительно центра магнитной вставки: 0 мм, 1 мм, 2 мм и 4 мм, OY = 0 мм (Рисунок 2.6). Намагниченность вставки, исходя из концентрации и типа магнитных частиц в композите, задавалась вдоль оси OY по экспериментальным данным, полученным с вибрационной магнитометрии.



Рисунок 2.6 – Схема модели эксперимента по магнитоимпедансному детектированию полей рассеяния магнитного композита в форме цилиндра

3 Пленочные элементы FeNi/Cu типа «симметричный сэндвич» с наноструктурированным пермаллоем

Технические характеристики магнитоимпедансных датчиков определяются параметрами чувствительных пленочных элементов. Например, при увеличения толщины элемента высокий МИ эффект и его чувствительность к внешнему магнитному полю наблюдаются при более низких частотах переменного тока. Увеличение толщины магнитной части структуры достигается наноструктурированием слоев пермаллоя, что позволяет получить толстый слой магнитного материала, сохранив его магнитомягкие свойства. Другим важным фактором является наличие конкуренции анизотропии формы вдоль длинной стороны и наведенной магнитной анизотропии вдоль короткой стороны. Анизотропия формы позволяет при продольном МИ эффекте уменьшить влияние размагничивающих полей, что приводит к наблюдению максимального значения импеданса в более низких полях и более высокой чувствительности. С другой стороны наведенная магнитная анизотропия в плоскости обеспечивает изменение импеданса при продольном МИ эффекте за счет вращения намагниченности, что также необходимо для высокой чувствительности. С этим фактором связана, в частности, проблема минитюаризации чувствительных элементов, поскольку при уменьшении длины ухудшаются магнитоимпедансные характеристики. В данной главе представлены результаты исследования влияния нанострукутрирования пермаллоя, а также уменьшения длины пленочных элементов [Cu/FeNi]₅/Cu/FeNi/Cu/FeNi/Cu/FeNi]₅ на статические и магнитодинамические свойства. Исследуемые элементы в данной главе представлены в двух вариациях: короткие элементы (0,5 мм × 5,0 мм) и длинные элементы (0,5 мм × 10,0 мм), помеченные как s и l соответственно, римская цифра обозначает номер партии. Перпендикулярно длинной стороне элементов прикладывалось поле 250 Э для создания наведенной одноосной магнитной анизотропии.

Отметим другие особенности данных элементов по сравнению с ранее исследованными [53, 55]. В МИ элементах существует асимметрия магнитных свойств магнитных слоев из-за долгого времени осаждения и присутствия толстого проводящего слоя меди. Размер зерен и текстура толстого слоя Си влияет на свойства слоев FeNi, которые находятся над слоем Cu. В результате структурные и магнитные свойства верхних и нижних слоев FeNi относительно центрального слоя Cu отличаются, что приводит к уменьшению МИ эффекта. Особенностью структуры данных элементов является, то, что центральный слой Cu толщиной 450 нм наноструктурирован прослойками FeNi 10 нм. Сделано это для того, чтобы избежать влияния толстого слоя Cu на структурные свойства слоев FeNi, которые находятся над ним.

Наноструктурирование толстого слоя Си позволит уменьшить размер зерна Си и остановить формирование кристаллографической текстуры, которые могут влиять на верхние слои FeNi.

Другой особенностью данных элементов является технология получения и выбор материалов FeNi/Cu. Промышленное производство датчиков магнитных полей С чувствительными МИ элементами возможно только при соблюдении определенных требований к технологии получения МИ элементов. Технология должна иметь низкую затратность, высокую производительность и хорошую повторяемость свойств полученных материалов. Магнетронное напыление через маски удовлетворяет первому пункту, однако повторяемость свойств от партии к партии сильно зависит от параметров напыления, некоторые из которых неконтролируемые, а количество элементов, полученных в рамках одной партии, ограничено эффектом затенения маски. Решением данной проблемы может быть получение многослойной структуры большой площади в рамках одного напыление с последующим использованием фотолитографии и травления МИ элементов. Как было сказано ранее, FeNi в многослойных элементах с прослойками в виде Ті обладает более выраженной текстурой, низкой дисперсией локальных осей магнитной анизотропии и, следовательно, более высоким МИ эффектом [52, 55]. Использование Си вместо Ті для исследуемых элементов в данной главе обусловлено двумя факторами. Во-первых, данные элементы отвечают принципу технологического минимализма: их напыляют с использованием только двух материалов FeNi и Cu, что сокращает производственные затраты [53]. Во-вторых, травление Ті более сложный процесс, чем травление Cu.

3.1 Статические магнитные свойства с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости

Петли магнитного гистерезиса были измерены с помощью вибрационной магнитометрии и магнитооптической Керр-микроскопии при увеличении поля от -100 Э до 100 Э "вверх" (восходящая ветка) и при уменьшении поля от 100 Э до -100 Э "вниз" (нисходящая ветка). Вибрационная магнитометрия позволяет определить магнитный момент всего образца и рассчитать намагниченность исходя из объема. Керр-микроскопия дает сигнал только с поверхности толщиной порядка 20 нм, но с ее помощью можно визуализировать структуру образом, проанализировать магнитных ломенов. Таким можно различия межли поверхностными и объемными магнитными свойствами. Петли магнитного гистерезиса, измеренные на вибрационном магнитометре и Керр-микроскопе, для элементов II-2s и II-3l мало отличаются друг от друга, что говорит о том, что, уменьшение длины МИ элемента с 1.0 см до 0.5 см, не приводит к значительному изменению статических магнитных характеристик.

Согласно результатам вибрационной магнитометрии МИ элементы имеют коэрцитивную силу около H_c ≈ 1 Э. Ось легкого намагничивания (ОЛН) параллельна длинной стороне МИ элементов, при перемагничивании вдоль которой магнитное насыщение достигается в поле (7 Э) (Рисунок 3.1 "красный"). При перемагничивании вдоль короткой стороны магнитное насыщение наблюдается в более высоких полях (30 Э) (Рисунок 3.1 "черный"), несмотря на то, что вдоль данного направления во время напыления прикладывалось магнитное поле для создания наведенной магнитной анизотропии.



Рисунок 3.1 – Петли магнитного гистерезиса измеренные на вибрационном магнитометре вдоль длинной (красная кривая) и короткой (черная кривая) сторон МИ элементов: короткий МИ элемент II-2s (а); длинный МИ элемент II-3l (б); длинный МИ элемент II-3l, с учетом размагничивающего поля (в).

С помощью Керр-микроскопии были измерены петли магнитного гистерезиса для верхнего (поверхность пленки, граничащая с воздухом, Рисунок 3.2(a) и Рисунок 3.4(a)) и нижнего (поверхность пленки, граничащая со стеклянной подложкой, Рисунок 3.2(б) и Рисунок 3.4(б)) слоев МИ элементов. Процесс перемагничивания вдоль длинной стороны проходит за счет вращения намагниченности, поле магнитной анизотропии составляет H_a = 7 Э, как для коротких (Рисунок 3.2 (а,б), красная кривая), так и для длинных (Рисунок 3.4 (а,б), красная кривая) элементов, что согласуется со значением H_a = 7 Э, полученным с помощью вибрационной магнитометрии. Форма петель магнитного гистерезиса, измеренных на Керрмикроскопе и вибрационном магнитометре при перемагничивании МИ элементов вдоль длинной стороны, также совпадает. Это свидетельствует об одинаковости процессов перемагничивания за счет вращения намагниченности на поверхности и в объеме МИ элементов. Перемагничивание вдоль короткой стороны проходит за счет смещение доменных границ, а петли магнитного гистерезиса имеют характерную прямоугольную форму, что значительно отличается от результатов с вибрационной магнитометрии. Данные указывают на то, что на процессы перемагничивания сильно влияют магнитостатическое взаимодействие между слоями FeNi, а также анизотропия формы.

Во-первых, несовпадение направления ОЛН вдоль длинной стороны с направлением спонтанной намагниченности доменов вдоль короткой стороны обусловлено анизотропией формы. При намагничивании элемента вдоль короткой стороны, возникают размагничивающие поля, направленные против прикладываемого поля, что приводит к более высокому значению насыщения и формированию ОТН в этом направлении. Проведем оценку поля размагничивающих факторов и на их основе определим величину размагничивающих полей. Стоит отметить, что для тел не эллипсоидальной формы размагничивающий фактор сложным образом зависит не только от формы, но и от магнитных свойств материала, магнитного состояния вещества в процессе намагничивания тела и распределения намагниченности в образце. Поэтому для оценки будем рассматривать состояние магнитного насыщения, а под размагничивающим фактором подразумевать среднее объему его значение по (магнитометрический размагничивающий фактор). В качестве формы МИ элементов для оценки возьмем бесконечно длинную призму с толщиной t = 500 нм, шириной w = 500 мкм. Подобный выбор формы обусловлен следующим. Длина элементов (как длинных, так и коротких) превосходит ширину на несколько порядков, поэтому размагничивающим фактором вдоль длинной стороны можно пренебречь, что соответствует призме с бесконечной длиной. В многослойной структуре, где слои FeNi разделены прослойками Cu, при магнитном насыщении размагничивающие поля будут меньше, нежели в сплошной толстой пленке FeNi без прослоек. Размагничивающие поля убывают с расстоянием, поэтому, чем больше толщина прослоек, тем

меньше поля. Предполагается, что между двумя мультислоями [FeNi/Cu]₅, разделенными толстым слоем Cu, магнитостатическое взаимодействие пренебрежимо мало, а между слоями FeNi в каждом мультислое [FeNi/Cu]₅ магнитостатическое взаимодействие такое же, как если бы они не были разделены прослойками Cu. Этим обусловлен выбор толщины пленки t = 500 нм равный толщине одного мультислоя [FeNi/Cu]₅. Для такой геометрии MU элементов, размагничивающие факторы составляют: $N_x = 0.027$; $N_y \approx 0$; $N_z \approx 12.539$ (N_x - вдоль короткой стороны, N_y - вдоль длинной стороны, N_z - перпендикулярно плоскости) [124-126]. В таком случае величина размагничивающих полей при перемагничивании MU элемента вдоль короткой стороны составляет около $H_d = 22$ Oe для состояния магнитного насыщения $M_s = 820$ Гс [2, 71], что согласуется с величиной поля насыщения $H_s = 30$ Э (Рисунок 3.1). На Рисунке 3.1в представлены петли магнитного гистерезиса с учетом размагничивающего поля, согласно которым ОЛН находится вдоль короткой стороны, а магнитное насыщение достигается в поле порядка 4 Э.



Рисунок 3.2 – Петли магнитного гистерезиса измеренные на Керр-микроскопе вдоль длинной (красная кривая) и короткой (черная кривая) сторон МИ элемента II-2s со стороны: верхнего

слоя (а), нижнего слоя (б); фотографии магнитной доменной структуры элементов, соответствующие точкам (1) и (2) на петлях магнитного гистерезиса (в).

Во-вторых, при отсутствии магнитного поля согласно вибрационной магнитометрии целый МИ элемент имеет близкий к нулю магнитный момент (Рисунок 3.1), однако по результатам Керр-микроскопии намагниченность отдельных слоев близка к насыщению и её направление лежит вдоль короткой стороны (Рисунок 3.4). Это возможно за счет антиферромагнитного упорядочения магнитных моментов в соседних слоях, что приводит к замыканию магнитного потока (Рисунок 3.3). Об этом свидетельствуют фотографии магнитных доменов и значение относительной намагниченности для нижнего и верхнего слоев в нулевом поле (Рисунок 3.2, Рисунок 3.4). Причем на фотографиях доменной структуры со стороны нижнего и верхнего слоёв присутствуют домены с одинаковым расположением, но разной ориентацией намагниченности (Рисунок 3.4в). Это говорит о том, что магнитный поток также замыкается между отдельными магнитными доменами соседних слоёв. Вышесказанное указывает на то, что в формировании эффективной поперечной магнитной анизотропии (вдоль короткой стороны), необходимой для высокой чувствительности магнитоимпедансного эффекта, играет роль не только наведенная магнитная анизотропия, но и магнитостатическое взаимодействие между слоями.



Рисунок 3.3 – Схема направления намагниченности в слоях пленочной структуры в нулевом поле в размагниченном состоянии, стрелками указана намагниченность вдоль короткой стороны МИ элемента



Рисунок 3.4 – Петли магнитного гистерезиса измеренные на Керр-микроскопе вдоль длинной (красная кривая) и короткой (черная кривая) сторон МИ элемента II-3*l* со стороны: верхнего слоя (а), нижнего слоя (б); фотографии магнитных доменов соответствующие точкам (1) и (2) на петлях магнитного гистерезиса (в).

Третьей отличительной особенностью влияния магнитостатического взаимодействия и анизотропии формы на процессы перемагничивания является следующее. Согласно результатам Керр-микроскопии петли магнитного гистерезиса для верхнего слоя (граничащий с воздухом) МИ элемента имеют прямоугольную форму, но не соответствуют классическому процессу перемагничивания: перемагничивание начинается, когда внешнее магнитное поле все еще направлено вдоль текущего направления намагниченности (Рисунок 3.2(а), Рисунок 3.4(а), черная кривая, вверх). Изменение намагниченности нижнего слоя (граничащий со стеклянной подложкой) происходит как в случае классического перемагничивания: процесс начинается, когда вектор внешнего магнитного поля направлен против текущего вектора намагниченности (Рисунок 3.2(б), Рисунок 3.4(б), черная кривая, вверх). Размагниченное состояние наблюдается в поле порядка 10 Э, что намного больше чем значение коэрцитивной силы 1 Э, полученное с

помощью вибрационной магнитометрии. В том и другом случае подобное поведение обусловлено магнитостатическим взаимодействием между слоями и объясняется ниже.

Рассмотрим описанную особенность процесса перемагничивания на примере образца І-11 со стороны верхнего слоя при изменении поля вдоль короткой стороны (Рисунок 3.5). Подобное поведение может быть объяснено влиянием магнитного поля смещения H_b, которое создает соседний слой FeNi, лежащий под верхним слоем, за счет магнитостатического взаимодействия [90]. Процесс перемагничивания проходит следующим образом (Рисунок 3.6а). В области (1) намагниченность соседнего и верхнего слоев FeNi направлена вдоль прикладываемого магнитного поля H_e. В области (2), когда H_e становится меньше, чем H_b, верхний слой FeNi начинает перемагничиваться. В области (3) поле H_e становится достаточным, чтобы перемагнитить соседний слой FeNi, и намагниченность верхнего и соседнего слоев становится направленной вдоль прикладываемого магнитного поля H_e. При перемагничивании в обратном направлении процесс повторяется (область (4)). Магнитное поле H_e=10 Э, при котором намагниченность равна нулю, в данном случае является полем смещения H_b, а не коэрцитивной силой Н_с, как в случае классической петли магнитного гистерезиса. Для измерения коэрцитивной силы с помощью Керр-микроскопии необходимо измерить петлю гистерезиса без перемагничивания соседнего слоя FeNi: этот процесс изображен на Рисунок 3.66. В данном случае $H_c \approx 1$ Э, что согласуется с результатами ВСМ. Процесс перемагничивания нижнего слоя аналогичен, однако в отличие от верхнего слоя, наблюдается задержка намагниченности, обусловленная границей со стеклянной подложкой. Все перечисленные особенности процессов перемагничивания были одинаковы для длинных и коротких образцов, полученных в разных сериях.



Рисунок 3.5 – Петли магнитного гистерезиса измеренные на Керр-микроскопе вдоль длинной (красная кривая) и короткой (черная кривая) сторон МИ элемента I-1*l* (а); фотографии магнитных доменов соответствующие точкам (1) и (2) на петле магнитного гистерезиса (б).



Рисунок 3.6 – Петли магнитного гистерезиса измеренные на Керр-микроскопе вдоль короткой стороны МИ элемента I-1*l* со схемой перемагничивания: (а) - перемагничивание от -100 Э до 100 Э и обратно; (б) перемагничивание от -100 Э до 0 Э и обратно;

3.2 Оценка глубины скин-слоя при исследовании магнитодинамических свойств

При исследовании магнитодинамических свойств ферромагнитных проводников необходимо учитывать скин-эффект, влияние которого зависит от толщины образцов. Так, для МИ эффекта скин-эффект является определяющим, и если толщина элементов меньше глубины скин-слоя, МИ эффект проявляться не будет. С другой стороны, динамическая магнитная проницаемость при измерениях спектров ФМР при высоких частотах сильно понижается из-за скин-эффекта, что делает пленки пермаллоя, толщина которых больше глубины скин-слоя, неэффективными в некоторых СВЧ приложениях. Скин-эффект также способствует смещению резонансного пика в меньшие поля, что может отразиться на определении магнитных характеристик с помощью уравнения Сула-Смита [66,90,112,153,154].

Преимуществом скин-эффекта, с точки зрения использования магнитодинамических методов для исследования магнитных свойств, является возможность получать сигнал с определенной части поверхности образца толщиной порядка глубины скин-слоя, варьировать которую можно за счет частоты электромагнитной волны.

Проведем оценку влияния скин-эффекта на резонансное поле при фиксированной частоте, а также оценку глубины скин-слоя для частот, на которых проводились измерения. Для этого рассчитаем компоненту динамической магнитной проницаемости вдоль наведенной магнитной анизотропии по формуле из работы [113] при перпендикулярном направлении внешнего магнитного поля:

$$\mu = 1 + \frac{\gamma 4\pi M_s (\gamma 4\pi M_s + \omega_1 - i\kappa\omega) \sin^2 \theta}{(\gamma 4\pi M_s + \omega_1 - i\kappa\omega) (\omega_2 - i\kappa\omega) - \omega^2},$$

$$\omega_1 = \gamma [H_a \cos^2(\theta - \psi) + H_e \sin\theta]$$

$$\omega_2 = \gamma [H_a \cos(2(\theta - \psi)) + H_e \sin\theta]$$

$$H_a \sin(\theta - \psi) \cos(\theta - \psi) = H_e \cos\theta$$
(3.1)

 $\gamma = 17.6 \cdot 10^6$, рад/(Э·с) - гиромагнитное соотношение, M_s - намагниченность насыщения, H_a - поле магнитной анизотропии, H_e - внешнее магнитное поле, θ - равновесный угол намагниченности, ψ - отклонение оси магнитное анизотропии от поперечного направления, к - параметр затухания Гильберта

Представленная формула соответствует исследуемым в данной работе многослойным пленочным структурам. Параметры, отвечающие исследуемым образцам, следующие: намагниченность M = 750 Гс; толщина образца d = 1 мкм; удельная проводимость пермаллоя о

= $3 \cdot 10^{16}$ с⁻¹; параметр затухания Гильберта к = 0.02; поле магнитной анизотропии H_a= 7 Э [113]. С применением указанных характеристик, оценка резонансного поля с учетом и без влияния скин-эффекта при фиксированной частоте проводилась с использованием формулы (3.2) [153, 154] и (3.1) соответственно, а глубина скин-слоя рассчитывалась как действительная часть выражения (1.5).

$$\mu_{eff} = \mu \frac{2\delta}{(1+i) \cdot d} \cdot \tanh \frac{(1+i) \cdot d}{2\delta}, \qquad (3.2)$$

δ - глубина скин-слоя (1.5), d - толщина образца, μ - динамическая магнитная проницаемость без учета глубины скин-слоя (3.1).

Расчет показал, что для исследуемых образцов, скин-эффект практически не влияет на смещение резонансного поля при фиксированных частотах возбуждающего поля. Отклонение наблюдается только на частоте 9480 МГц, однако оно составляет менее 1% от величины резонансного поля (Таблица 3.1). В случае МИ эффекта, при изменении частоты возбуждающего тока от 100 МГц до 400 МГц, минимальная глубина скин-слоя варьируется от 600 нм до 300 нм и наблюдается в поле магнитной анизотропии H_a= 7 Э (Рисунок 3.7а). При дальнейшем увеличении частоты, глубина скин-слоя в поле резонанса не сильно меняется и составляет порядка 200 нм (Рисунок 3.7б). Поскольку, при исследовании МИ эффекта, ФМР и СВР проникновение возбуждающего поля происходит с двух поверхностей пленочных структур, то фактически сигнал поступает с толщины равной удвоенному значению глубины скин-слоя.

Таблица 3.1 – Резонансное поле при разной частоте возбуждающего поля с учетом и без учета скин-эффекта

	f, МГц					
	100	200	300	400	1300	9480
Н _{рез} , Э	7	7	7	11	28	1083
с учетом скин-эффекта						
Н _{рез} , Э	7	7	7	9	30	1095
без учета скин-эффекта						



Рисунок 3.7 – Зависимость глубины скин-слоя: (a) от поля при различных частотах возбуждающего тока, (б) от частоты в резонансном поле (из таблицы 3.1).

3.3 Ферромагнитный резонанс при направлении магнитного поля в плоскости элемента с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости

Рассмотрим зависимость резонансного поля от угла поворота в конфигурации "in-ofplane", когда внешнее магнитное поле поворачивается в плоскости элемента ($\theta_{\rm H} = 90^{\circ}$) (Рисунок 2.46).

Из тех же соображений, что и в главе 3.1, будем рассматривать образец как бесконечно длинную призму с толщиной t = 500 нм, шириной w = 500 мкм, для которой размагничивающие факторы: $N_x = 0.027$; $N_y \approx 0$; $N_z \approx 12.539$ (N_x - вдоль короткой стороны, N_y - вдоль длинной стороны, N_z - перпендикулярно плоскости) [125,126]. Размагничивающий фактор N_z \approx 12.539 на два порядка больше остальных и стремится положить намагниченность М в плоскость, из чего равновесный угол намагниченности $\theta = \theta_{\rm H} = \pi/2$. Тогда следует, что аппроксимация экспериментальных данных будет проводиться с использованием формулы Сула-Смита (2.6) с учетом коэффициентов (2.9) и условия минимума плотности свободной энергии (2.10). Теоретическая аппроксимация была сделана из расчета того, что наведенная ось магнитной анизотропии направлена вдоль короткой стороны образцов согласно результатам Керрмикроскопии и BCM магнитометрии ($\varphi_0=0$).

На рисунке 3.8(а) приведена экспериментальная (кривая " $H_{3\kappa}$ ") и теоретическая (кривые "1" для $N_x = 0.027$ и "2" $N_x = 0.022$) зависимости резонансного поля от угла φ для длинных элементов I-11 и II-31 при частоте возбуждающего поля 1.3 ГГц. Хорошее соответствие экспериментальной и теоретических кривых подтверждает наличие наведенной магнитной анизотропии вдоль короткой стороны. Минимум резонансного поля наблюдается при направлении магнитного поля вдоль длинной стороны элемента, что указывает на преобладающее влияние размагничивающего поля над наведенной магнитной анизотропией. Эффективная намагниченность M_{eff} находится в соответствии с известным значением намагниченности насыщения $M_s = 820$ Гс для данного состава пермаллоя [2,71], однако поле магнитной анизотропии H_a завышено (Таблица 3.2, столбец для $N_x = 0.027$). Если подобрать размагничивающий фактор ($N_x = 0.022$) так, чтобы поле магнитной анизотропии соответствовало результатам Керр-микроскопии и ВСМ магнитометрии (Таблица 3.2, столбец для $N_x = 0.022$), то видно, что кривая аппроксимирующая экспериментальные значения резонансного поля не сильно изменяется (Рисунок 3.8 (а), кривая "2") при этом эффективная намагниченность остается прежней (Таблица 3.2). Более низкое значение размагничивающего фактора N_x может быть связано с зависимостью от магнитной восприимчивости, которую сложно учесть при оценке [125]. Таким образом, ФМР можно использовать для оценки намагниченности насыщения, размагничивающего фактора и поля наведенной магнитной анизотрони анизотрою сложно учесть при оценке [125].

Таблица 3.2 – Магнитные характеристики, полученные с помощью аппроксимации формулой Сула-Смита

	$N_x = 0.022$		$N_x = 0.027$		
	$M_{eff}, \Gamma c$	На, Э	$M_{eff}, \Gamma c$	Н _а , Э	
I-11	780	10	780	14	
II-21	740	7	740	10	

H_a - поле наведенной магнитной анизотропии, M_{eff} - эффективная намагниченность, N_x - размагничивающий фактор вдоль короткой стороны

Короткий элемент II-2s исследовался при частоте 9.48 ГГц возбуждающего поля. Угловая зависимость имеет сложную форму, которую не удается аппроксимировать (2.6) с учетом (2.9) и (2.10). Необычное поведение выражается в локальном минимуме и наблюдается при углах ($\varphi = 180^{\circ} \pm 30^{\circ}$) (Рисунок 3.86). Стоит отметить, что подобное поведение наблюдается и для длинных образцов I-11 и II-31 при углах ($\varphi = 180^{\circ} \pm 5^{\circ}$), однако оно менее выражено (Рисунок 3.7(а)). Наличие локальных минимумов (Рисунок 3.8) может быть обусловлено анизотропией формы образцов, а именно краевыми эффектами, которые более существенны для коротких образцов. Стоит отметить, что под влиянием анизотропии формы и краевых эффектов магнитостатические свойства коротких и длинных образцов не сильно отличаются, однако магнитодинамические свойства более чувствительны этим вкладам, в том числе из-за глубины скин-слоя (сигнал идет с поверхности, там, где краевые эффекты сильнее проявляются).



Рисунок 3.8 – Зависимость резонансного поля от угла в плоскости при разной частоте возбуждающего поля для образцов: (а) II-31 и I-11 при частоте 1.3 ГГц, $H_{_{3K}}$ - экспериментальные значения, 1 и 2 - теоретическая подгонка при $N_x = 0.027$ и $N_x = 0.022$ соответственно, остальные параметрами взяты из Таблицы 3.2. (б) II-2s при частоте 9.48 ГГц.

3.4 Ферромагнитный и спин-волновой резонансы при выходе направления магнитного поля из плоскости элемента с учетом перпендикулярной анизотропии и эффективной одноосной анизотропии в плоскости

Теперь рассмотрим зависимость резонансного поля от угла поворота в конфигурации "out-of-plane", когда внешнее магнитное поле выходит из плоскости пленочного элемента: изменяется угол $\theta_{\rm H}$ при фиксированном угле $\varphi_{\rm H}$ = const (Рисунок 2.4a). В качестве фиксированного угла возьмем $\varphi_{\rm H}$ = 90°, который соответствует направлению магнитного поля вдоль длинной стороны элемента. Подобный выбор обусловлен тем, что в состоянии магнитного насыщения это энергетически выгодное положение вектора намагниченности из-за размагничивающих полей, которые превышают поле наведенной магнитной анизотропии. В такой конфигурации аппроксимация экспериментальных данных будет проводиться с использованием формулы Сула-Смита (2.6) с учетом коэффициентов (2.12) и условия минимума плотности свободной энергии (2.13).

Спектр резонансного поглощения при разных углах $\theta_{\rm H}$ на частоте 9.48 ГГц в конфигурации "out-of-plane" измерялся для короткого элемента II-2s. ФМР проявляется в диапазоне углов внешнего магнитного поля $\theta_{\rm H}$ от 115° до 45°, причем спектр хорошо аппроксимируется при условии того, что многослойная структура разбивается на несколько

эффективных слоёв, включающих в себя от одного до нескольких слоев пермаллоя. Реальная толщина пленки составляет порядка 1.2 мкм (по результатам профилометрии) вместо 1.5 мкм заявленной, а значит, толщина FeNi порядка 80 нм. Глубина скин-слоя для частот 1.3 ГГц и 9.48 ГГц составляет 220 нм (Рисунок 3.76), а значит, в формировании сигнала участвуют примерно 4-6 слоёв [FeNi/Cu] с каждой стороны поверхности элемента (сигнал идет с толщины 440 нм). В данном случае спектр поглощения раскладывается на четыре функции Лоренца, каждая из которых описывается своим резонансным полем и соответствует возбуждению однородной прецессии намагниченности в отдельном эффективном слое (Рисунок 3.9а). Аппроксимация зависимости резонансного поля от угла позволяет определить поле перпендикулярной магнитной анизотропии H_n для каждого эффективного слоя (Рисунок 3.9(б)). Параметры теоретической модели используемые для аппроксимации следующие: эффективная намагниченность $M_{eff} = 820 \ \Gamma c$, константа одноосной магнитной анизотропии $K_{OJH} = M \cdot H_{eff}/2$, где $H_{eff} = 37 \ \Im$ - эффективное поле магнитной анизотропии, рассчитанное как $H_{eff} = H_{pe3}(\varphi = 180^{\circ})$ - H_{pe3}(φ =90°) (Рисунок 3.8 (б)). Подобный выбор слагаемого К_{ОЛН} был обусловлен, тем, что по результатам ФМР в конфигурации "in-of-plane", образец II-2s имеет сложный вид магнитной анизотропии, который содержит не только наведенную одноосную магнитную анизотропию, но и анизотропию с более высокими порядками, а также размагничивающие поля. Тогда в качестве оценки эффективного поля одноосной магнитной анизотропии можно взять разность между значениями резонансного поля при его направлении вдоль длинной (H_{pe3}(ϕ =90°)) и короткой $(H_{pe3}(\varphi=180^{\circ}))$ сторон. Необходимо отметить, что угловой диапазон (от 115° до 45°), по которому определялись поля перпендикулярной магнитной анизотропии H_n индивидуальных эффективных слоев, был ограничен, что привило к широкому диапазону возможных значений H_n (Таблица 1.3).

В однослойной пленке пермаллоя толщиной 100 нм величина поля перпендикулярной анизотропии $H_n \approx 130$ Э [71, 79] ниже, чем полученные значения H_n в Таблице 3.3. Увеличение поля перпендикулярной анизотропии в наноструктурированных элементах связано с наличием дополнительных границ раздела между слоями. Дополнительные интерфейсы также увеличивают вклад магнитоупругих напряжений в магнитную анизотропию. Еще одним механизмом роста перпендикулярной анизотропии служит частичное прорастание столбчатых структур через прослойки [117]. Это наблюдается на фотографиях с просвечивающей электронной микроскопии для многослойной структуры [FeNi(50 нм)/Cu (3 нм)]₅, где четко видны интерфейсы Cu, разделяющие слои FeNi (Рисунок 3.10а), и отдельные прорастания столбчатых структур FeNi через прослойки Cu (Рисунок 3.10б). Увеличение перпендикулярной магнитной анизотропии согласно таблице 3.3 приводит к уменьшению критической толщины (см. формулу 1.1). Это значит, что наноструктурирование усложняет условие достижения

толщины элемента меньше критической, но, тем не менее, согласно статическим магнитным свойствам, для всего образца это условие выполняется.

Оценка критической толщины по формуле 1.1 (Таблица 1.3) (параметр A = 0.9·10⁻⁶ эрг/см [71]) для эффективных слоев 1, 2 и 3 больше, чем толщина FeNi 80 нм, что говорит о том, что эти слои находятся в до "закритическом" состоянии. В результате, несмотря на трудности, связанные с увеличением перпендикулярной магнитной анизотропии, композитная пленка находится в до "закритическом" состоянии.



Рисунок 3.9 – Спектр поглощения при $\varphi_{\rm H} = 90^{\circ}$, $\theta_{\rm H} = 90^{\circ}$ образца II-2s, разложенный с помощью дифференцированных функций Лоренца (а). Зависимость резонансного поля от угла $\theta_{\rm H}$: экспериментальные (точки) и теоретические значения (кривые) (б). Кривые, обозначенные разными цифрами, соответствуют разным эффективным слоям.



Рисунок 3.10 – Фотографии с просвечивающей электронной микроскопии для многослойной структуры [FeNi(50 нм)/Cu (3 нм)]₅. (а) На изображении прослеживается многослойная структура. (б) На изображении прослеживается прорастание зерна FeNi через прослойку Cu.

Таблица 3.3 – Поле перпендикулярной магнитной анизотропии для каждого эффективного слоя, полученное с помощью аппроксимации формулой Сула-Смита при параметре эффективной намагниченности M_{eff} = 820 Гс.

Номер эффективного слоя	1	2	3	4
Н _n , Э	270±150	600±400	995±245	4750±250
t _с , нм	205±60	150±55	95±10	40±1

H_n - поле перпендикулярной магнитной анизотропии, t_c - критическая толщина.

В диапазоне углов $\theta_{\rm H}$ от 45° до 0° проявляются неоднородные колебания намагниченности - СВР. При угле $\theta_{\rm H} = 0°$ спектр поглощения делится на 4 группы A, B, C и D, каждая из которых относится к индивидуальному эффективному слою (Рисунок 3.11 (a)). Группы описываются набором стоячих спиновых волн (пример для группы B, Рисунок 3.11 (б)), резонансное поле $H_{\rm pe3}$ которых имеет линейную зависимость от квадрата номера моды (соотношение (2.14)) (Рисунок 3.11(в)). Это подтверждает гипотезу о том, что элемент разбивается на 4 эффективных слоя, распределенных по толщине многослойной структуры.



Рисунок 3.11 – Спектр резонансного поглощения при $\theta_{\rm H} = 0$ (а), пример для группы В, разложенной на компоненты с использованием дифференцированных по полю функций Лоренца (б) и зависимости резонансных полей от квадрата номера моды n (в). Буквами A, B, C, D обозначены отдельные участки резонансной кривой, которые относятся к отдельным эффективным слоям. Цифры (1, 3, ... 9) соответствуют модам спиновых волн согласно (2.14), S1, S2 - поверхностные спиновые волны. Красными точками на рисунке (в) показаны положения резонансных полей части спектра B, синяя линия указывает на зависимость положений резонансных полей от квадрата номера моды n.

3.5 Программа для определения параметров магнитной анизотропии пленочных структур на основе ФМР

Численное решение уравнений Сула-Смита (2.6) и условия минимума плотности энергии (2.4) для определения магнитных параметров пленочных структур является трудоемкой задачей.

67

В рамках настоящей работы была разработана программа "Сул-Смит перпендикулярная геометрия" на языке Matlab с использованием ПО Matlab R2022b (лицензия № 53958045) и зарегистрирована в Роспатенте [D2]. В основе программы лежит система уравнений (2.6), (2.12) и (2.13), что позволяет аппроксимировать экспериментальную угловую зависимость резонансного поля H_{pe3} от угла θ_H в конфигурации "out-of-plane" (Рисунок 2.4а). Программа предназначена для построения теоретической угловой зависимости резонансного поля и оценки величины перпендикулярной магнитной анизотропия H_n по заданным параметрам: намагниченность насыщения Ms, поле одноосной эффективной магнитной анизотропии в плоскости H_a, частота переменного магнитного поля ω (Рисунок 3.13).

Границы применимости программы и общие рекомендации использования заключаются в следующем:

1) Программа обрабатывает экспериментальные данные, измеренные в диапазоне углов θ от 90° до 1°

2) В исследуемых пленочных структурах одноосная магнитная анизотропия должна иметь превалирующий характер

 Экспериментальная зависимость H_{res}(θ_H) должна быть измерена при конфигурации, когда вектор магнитного поля поворачивается в плоскости образованной осью одноосной эффективной магнитной анизотропии в плоскости и нормалью к плоскости (то, есть φ_H = φ₀)

4) При анализе экспериментальных данных необходимо чтобы все точки соответствовали
 ФМР - однородной прецессии намагниченности.

Программа состоит из четырех блоков (Рисунок 3.13):

(1) Задаваемые параметры.

В данном блоке вводятся параметры: "М_s, Гс" - намагниченность насыщения; "H_a, Э" - поле одноосной эффективной магнитной анизотропии в плоскости; "w, ГГц" - частота переменного магнитного поля; "Hres(tetaH)" - экспериментальная зависимость H_{res}($\theta_{\rm H}$); "Директория сохранения" - директория сохранения теоретической зависимости H_{res}($\theta_{\rm H}$).

(2) Поиск поля перпендикулярной анизотропии H_n взвешенным методом МНК.

Данный блок позволяет определить значение H_n , соответствующее минимальному расхождению между теоретической и экспериментальной кривыми. Для этого необходимо задать диапазон (от "minHn" до "maxHn" с шагом "stepHn"), в котором будет производиться поиск H_n . График "Sum(Hteor-Hexp)²" определяет зависимость целевой функции S (3.3) от величины поля перпендикулярной магнитной анизотропии H_n . Минимальное значение целевой функции будет соответствовать оценке H_n .

$$S = \sum \left(\frac{\mathrm{H}_{\mathrm{reop}}(\theta_i) - \mathrm{H}_{\mathrm{_{3KCII}}}(\theta_i)}{\Delta(\theta_i)} \right)^2$$
(3.3)

 H_{reop} - теоретическая аппроксимация, H_{scen} - экспериментальные данные, Δ - погрешность резонансного поля, θ_i - определенный угол направления внешнего магнитного поля

Для реализации алгоритма минимизации расхождения между экспериментальной и теоретической кривыми была выбрана целевая функция S (3.3). Её отличие от часто используемой суммы квадратов отклонений заключается в наличии весов Δ , необходимость которых обусловлена следующими рассуждениями. На Рисунке 3.12a представлены экспериментальные данные резонансного поля от угла θ и теоретическая аппроксимация, построенная с помощью программы для калибровочной однослойной пленочной структуры Fe₂₀Ni₈₀ с известными параметрами намагниченности насыщения $M_s = 880$ Гс, поля одноосной магнитной анизотропии в плоскости $H_a = 5$ Э, поля перпендикулярной анизотропии $H_n = 100$ Э [71]. При уменьшении угла θ наблюдается резкое увеличение резонансного поля в области малых углов.



Рисунок 3.12 - Угловая зависимость резонансного поля калибровочной однослойной пленки $Fe_{20}Ni_{80}$ 100 нм с известными магнитными характеристиками [71]. Черная кривая - экспериментальные данные, красная кривая - теоретическая кривая, полученная с помощью программы по магнитным характеристикам (а). Угловая зависимость относительной погрешности резонансного поля при погрешности установки угла $\Delta \theta = \pm 1^{\circ}$ (б).

Погрешность установки направляющего угла θ для пленочной структуры будет приводить к погрешности резонансного поля, причем, чем меньше угол θ, тем она больше. Чтобы учесть её во время аппроксимации, необходимо ввести весовые коэффициенты Δ, в качестве которых можно взять погрешности резонансного поля при фиксированной

погрешности угла. В данной работе при измерении ФМР пленочных образцов в "out-of-plane" конфигурации погрешность угла может составлять порядка $\Delta \theta = \pm 1^\circ$. Исходя из теоретической зависимости резонансного поля калибровочной пленочной угловой для структуры, погрешность резонансного поля была определена относительная как $(H_{pe3}(\theta))$ $H_{pe3}(\theta + \Delta \theta))/H_{pe3}(\theta) \cdot 100\%$, при $\Delta \theta = 1^{\circ}$ (Рисунок 3.12б, черная кривая). Для реализации программы была проведена аппроксимация данной зависимости уравнением, представленным на графике (Рисунок 3.12б, красная кривая). С использованием уравнения аппроксимации, зная значения резонансного поля, можно найти весовые коэффициенты. С учетом всего выше калибровочной перечисленного, для пленочной структуры было вычислено поле перпендикулярной анизотропии H_n= 80 Э, что согласуется со значением H_n = 100 Э, определенным другими методами [71].



Рисунок 3.13 Интерфейс программы. (1) - Задаваемые параметры: M_s, Гс - намагниченность насыщения; H_a, Э - поле одноосной магнитной анизотропии в плоскости; w, ГГц - частота переменного магнитного поля; Hres(tetaH) - считывание экспериментальной зависимости H_{res}(θ_H); Директория сохранения - директория сохранения теоретической зависимости H_{res}(θ_H). (2) - Поиск поля перпендикулярной анизотропии H_n методом МНК. (3) - Построение экспериментальной и теоретической зависимости по параметру H_n. (4) - Отклонение экспериментальной зависимости от теоретической.

(3) Аппроксимация Hres(tetaH)

Данный блок позволяет построить экспериментальные точки (круги) и теоретическую аппроксимацию (линия) с учетом параметров заданных в блоке (1) и значения поля перпендикулярной анизотропии "Hn, Э". Значение в таблице "Error" указывает суммарную ошибку определения значений резонансного поля при всех углах с помощью встроенного «решателя».

(4) Отклонения

С помощью данного блока можно построить график зависимости разности экспериментальных и теоретических значений.

3.6 Магнитоимпедансный эффект с учетом анизотропии формы и наведенной магнитной анизотропии в плоскости

Магнитоимпедансный эффект исследовался для коротких и длинных МИ элементов из серий I (I-1s, I-2s, I-1l, I-3l) и II (II-1s, II-2s, II-1l, II-3l). Максимальное МИ соотношение ($\Delta Z/Z_{max}$) при разных частотах для длинных l элементов порядка в два раза больше по сравнению с $\Delta Z/Z_{max}$ коротких s элементов. Согласно полевым зависимостям максимальное МИ соотношение наблюдается в области поля магнитной анизотропии, что соответствует одноосной наведенной магнитной анизотропии вдоль короткой стороны. Пик $\Delta Z/Z$ для разных длинных *l* элементов наблюдается в поле порядка 6 Э, однако для разных коротких *s* элементов он наблюдается в диапазоне полей от 6 Э до 9 Э. Подобные значения соотносятся с полем магнитной анизотропии 7 Э, согласно статическим и динамическим магнитным свойствам. Уменьшение длины в два раза практически не повлияло на величину размагничивающих полей вдоль длинной стороны, о чем говорят близкие значения полей магнитной анизотропии коротких и длинных элементов, а также результаты статических и динамических магнитных свойств. Это значит, что уменьшение МИ характеристик при уменьшении длины связано с анизотропией формы, в частности с краевыми эффектами, что также подтверждается результатами ФМР (Рисунок 3.8).

Максимальное значение $\Delta Z/Z_{max}$ для s и l элементов наблюдается при частоте тока 169 МГц и составляет порядка 50% и 105%, соответственно. При дальнейшем увеличении частоты $\Delta Z/Z_{max}$ уменьшается, и для s элементов уменьшение происходит медленнее, чем для l элементов (Рисунок 3.14). Согласно полевым зависимостям МИ соотношения при частоте 169 МГц (Рисунок 3.15 (a, б)), максимальное значение $\Delta Z/Z_{max}$ для элементов полученных как в одной, так и в разных партиях варьируется в диапазоне от 48% до 55% для коротких *s* элементов и от 95% до 110% для длинных *l* МИ элементов. Максимальная чувствительность к внешнему

магнитному полю *S* составляет 15 %/Э в диапазоне от 4 Э до 5 Э для s элементов и 30 %/Э в диапазоне от 3 Э до 5 Э для 1 элементов. Исходя из этого, можно сделать вывод, что использованная технология магнетронного напыления вместе с фотолитографией позволяет получать МИ элементы с хорошей повторяемостью магнитоимпедансных свойств и достаточной чувствительностью для использования в магнитных детекторах.



Рисунок 3.14 – Частотная зависимость максимального МИ соотношения для (а) коротких *s* и (б) длинных *l* МИ элементов.

Стоит отметить, что при частотах от 100 МГц до 400 МГц максимальное значение $\Delta Z/Z$ должно наблюдаться в поле магнитной анизотропии (7 Э) там, где глубина скин-слоя минимальна $\delta \approx 200$ - 600 нм (Рисунок 3.7) [113]. Однако на практике при изменении частоты, наблюдается уменьшение величины, уширение и смещение пика $\Delta Z/Z$ в область больших полей (Рисунок 3.15 (в)). Поскольку при оценке скин-слоя предполагается однородное распределение величины и направления локальных осей магнитной анизотропии по всему МИ элементу, то отклонение эксперимента от модели может быть связано с неоднородностью данных характеристик вдоль толщины элементов.

Подробное измерение двух ветвей МИ соотношения (от 100 Э до -100 Э и в обратную сторону), позволяет увидеть особенности МИ эффекта, связанные с процессами перемагничивания. Например, для короткого (II-2s) и длинного (II-1l) образцов из партии II, наблюдается небольшой скачок МИ соотношения в полях ± 5 Э (Рисунок 3.15 (г)). Гистерезис подобного типа ранее был описан в научной литературе для различных типов магнитоимпедансных материалов, в том числе и для наноструктурированных МИ элементов [30,155,156].


Рисунок 3.15 – Полевая зависимость МИ соотношения: (а) короткие s МИ элементы, (б) длинные l МИ элементы при частоте тока 169 МГц; (в) короткий МИ элемент II-2s при разных частотах тока; (г) для МИ элементов II-1l и II-2s при частоте 169 МГц, при перемагничивании от +100 Э до - 100 Э (вниз) и от -100 Э до +100 Э (вверх)

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

В данной главе представлены результаты исследования влияния нанострукутрирования пермаллоя, а также уменьшения длины пленочных элементов [Cu/FeNi]₅/Cu/FeNi/Cu/FeNi/Cu/[Cu/FeNi]₅ на статические и магнитодинамические свойства. Исследуемые элементы в данной главе представлены в двух вариациях: короткие элементы (0,5 мм × 5,0 мм) и длинные элементы (0,5 мм × 10,0 мм), помеченные как s и 1 соответственно, римская цифра обозначает номер партии. Короткие и длинные МИ элементы были получены с

73

помощью комбинации магнетронного напыления и фотолитографии, позволяющей производить большое количество элементов в рамках одного цикла напыления. В ходе работы были получены следующие результаты:

1) Ось поперечной эффективной магнитной анизотропии (направление самопроизвольной намагниченности доменов) формируется за счет магнитостатического взаимодействия и наведенной магнитной анизотропии. Она направлена вдоль короткой стороны и не совпадает с осью легкого намагничивания ОЛН, которая лежит вдоль длинной стороны изза анизотропии формы.

2) Магнитостатическое взаимодействие приводит к формированию магнитной структуры с замкнутым магнитным потоком и антиферромагнитным упорядочением магнитных моментов в соседних слоях. В результате чего из-за размагничивающих полей перемагничивание отдельных слоев начинается, когда внешнее магнитное поле все еще направлено вдоль текущего направления намагниченности.

3) Наличие толстого слоя Си между двумя многослойными структурами [FeNi/Cu]₅ ослабляет магнитостатическое взаимодействие между ними, что отражается в уменьшении размагничивающего фактора вдоль короткой стороны МИ элементов.

4) Была создана и зарегистрирована в Роспатенте программа для ЭВМ "Сул-Смит перпендикулярная геометрия", позволяющая определять поле перпендикулярной анизотропии по зависимости резонансного поля от угла между магнитным полем и нормалью к плоскости элемента.

5) Наноструктурирование приводит к разбиению элемента на эффективные слои с разной величиной перпендикулярной магнитной анизотропии. Перпендикулярная магнитная анизотропия отдельных групп близлежащих слоев FeNi/Cu в элементе может соответствовать "закритическому" состоянию. Однако, ее эффективное значение для всего элемента таково, что элемент не переходит в "закритическое" состояние.

6) Комбинация метода напыления с фотолитографией позволяет получать МИ элементы с хорошей повторяемостью магнитоимпедансных свойств. При уменьшении длины МИ элементов в два раза, уменьшение магнитоимпедансных характеристик связано с анизотропией формы, в частности, с краевыми эффектами: чувствительность длинных 1 МИ элементов 30 %/Э, коротких s МИ элементов 15%/Э; максимальное значение МИ соотношения длинных 1 МИ элементов 105 %, коротких s МИ элементов 50%.

7) МИ эффект можно использовать для исследования гистерезисных особенностей перемагничивания и неоднородности значения и направления оси наведенной магнитной анизотропии.

По результатам, полученным в главе, были опубликованы работы [A8, D2]

74

4 Пленочные структуры с наноструктурированной поверхностью

Профилирование поверхности наноструктурированных МИ элементов с использованием ансамблей повторяющихся микроэлементов в теории может увеличить МИ эффект [39]. Более того, профилирование поверхности пленочных элементов увеличивает их эффективную площадь, что важно в области маркерного биодетектирования [55]. Распространенным методом получения периодических структур является литография [41,135,136], однако можно предложить метод напыления через маску, который ограничивает размеры и форму получаемых паттернов, но его реализация намного проще. Перед профилированием поверхности МИ элемента необходимо определить оптимальную толщину и форму микроэлементов, так как они будут влиять на магнитные свойства. Также необходимо определить как эффект затенения от маски будет влиять на профиль многослойных микроэлементов. Для этих целей в данной главе исследовались структурные и магнитные свойства сплошных пленок FeNi разной толщины, ансамблей однослойных микроэлементов разной формы и ансамблей многослойных микроэлементов [А3, А6, С1, С3]. Исследование таких материалов интересно не только с точки зрения оптимизации МИ элементов с профилированной поверхностью, но так же в свете различных приложений, таких как устройства магнитной памяти, магнонные кристаллы, и.т.д [40]. Следующим этапом было изучение магнитных и магнитоимпедансных свойств МИ элементов с разным типом профилированной поверхности [С7].

4.1 Определение оптимальной толщины FeNi для наноструктурирования поверхности

Подбор оптимальной толщины FeNi для периодических элементов проводится исходя из условий того, что слой FeNi должен быть как можно толще при этом динамические магнитные свойства должны удовлетворять высокому МИ эффекту. Толщина ограничена сверху толщиной перехода в "закритическое" состояние, при котором наблюдается увеличение коэрцитивной силы H_c . Оценкой магнитодинамических свойств служит ширина линии пиков ФМР на полувысоте (Δ H), которая отражает диссипацию энергии поглощения электромагнитной волны. Для этого исследуется спектр резонансного поглощения в конфигурации "in-of-plane" при фиксированном угле $\varphi = 0^\circ$ вдоль оси наведенной магнитной анизотропии (Рисунок 2.4 (б)).

Для экспериментального определения оптимальной толщины пленочных структур были использованы однослойные пленки FeNi с толщинами: 25 нм, 50 нм, 100 нм, 125 нм, 200 нм, 400 нм. Результаты их магнитных и микроволновых исследований представлены на Рисуноке 4.1. При толщинах до 200 нм коэрцитивная сила не изменяется, что говорит об эквивалентности магнитомягких свойств FeNi при квазистатическом перемагничивании. При толщинах выше 200

нм коэрцитивная сила повышается, что свидетельствует о переходе в «закритическое» состояние. При толщинах до 100 нм ширина линии ФМР практически одинакова, а при толщинах выше 100 нм наблюдается ее скачок, а, следовательно, магнитодинамические свойства ухудшаются (Рисунок 4.1). Это ухудшение при увеличении толщины начинает происходить раньше, чем FeNi переходит в "закритическое" состояние, а значит, при перемагничивании в высокочастотных полях для определения оптимальной толщины FeNi значения коэрцитивной силы недостаточно. Таким образом, для МИ элементов оптимальная толщина FeNi составляет 100 нм.



Рисунок 4.1. Зависимость коэрцитивной силы H_c при квазистатическом перемагничивании (Черная кривая). Зависимость ширины линии ФМР на полувысоте, измеренная при частоте ЭМ поля f = 9.95 ГГц (Красная кривая). Магнитное поле направлено параллельно оси наведенной анизотропии в плоскости ($\theta_H = 90^\circ$, $\varphi_H = 0^\circ$).

4.2 Ансамбли однослойных периодических микроэлементов с разным размером

4.2.1 Структурные свойства

Дифрактограммы рентгеновского рассеяния были получены в диапазоне 20 от 10° до 90°, размер шага 0,026° и время на шаг 1450 с (общее время 5 часов) при комнатной температуре. Исследовались ансамбли однослойных квадратных микроэлементов PF1, PF2, PF3 и контрольный образец сплошной пленки FeNi - F (Таблица 2.1).

Широкий пик при 20= 25° соответствует аморфному сигналу от стеклянной подложки. Во всех случаях наблюдалась дифрактограмма соответствующая ГЦК решетке с интенсивным пиком (111) и слабовыраженным пиком (200). Интенсивность пика (111) в случае F наиболее ярко выражена, указывая на существование острой кристаллографической текстуры (Рисунок 4.2, вставка). При этом средний размер зерна по формуле Шеррера (2.11) для пленки F составил примерно 30 нм \pm 5 нм, а для всех ансамблей эта величина близка к 20 нм \pm 3 нм. Этот факт может указывать на то, что толщина слоев FeNi в ансамблях элементов несколько меньше, по крайней мере, в зонах затенения: на границах микроэлементов вблизи подложки. Дополнительно отметим, что ранее с уменьшением толщины FeNi факт уменьшения размера зерна при толщинах близких к 20 нм наблюдался неоднократно [158, 159].

Величина пика для ансамбля с наибольшим размером квадратных элементов 300 мкм (PF3) ниже, чем для других ансамблей, что может быть связано с ухудшением текстуры при увеличении размера элементов [157] (Рисунок 4.2). Таким образом, использование маски во время напыления пленочных структур приводит к уменьшению размера зерен FeNi, уменьшению толщины FeNi из-за эффекта затенения и ухудшению степени кристаллографической текстуры.



Рисунок 4.2 – Результаты рентгенофазового анализа ансамблей однослойных квадратных микроэлементов FeNi. На вставке показаны результаты рентгенофазового анализа однослойной сплошной пленочной структуры F.

4.2.2 Статические и динамические магнитные свойства

Статические магнитные свойства образцов PF1, PF2, PF3 и F были исследованы с помощью Керр-микроскопии.

Контрольный образец F однослойной сплошной пленочной структуры имеет ОЛН вдоль направления технологического поля H_t, прикладываемого во время напыления. Перемагничивание в этом направлении происходит за счет смещения доменных границ, о чем свидетельствует характерная форма петли магнитного гистерезиса и фотографии магнитных доменов: коэрцитивная сила H_c = 3 Э, поле магнитной анизотропии H_a = 5 Э. Однако вдоль перпендикулярного направления H_t также наблюдается частичное смещение доменных границ, что связано с дисперсией локальных ОЛН отдельных областей. Петля магнитного гистерезиса имеет уширение порядка H \approx 1 Э, (Рисунок 4.3).



Рисунок 4.3 – Петли магнитного гистерезиса, измеренные с помощью Керр-микроскопа для образца F при направлении внешнего поля H параллельно и перпендикулярно направлению технологического поля H_t. Номера указывают на соответствующую полю фотографию доменной структуры. Н указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.

По фотографиям с Керр-микроскопа видно, что характерный размер для микроэлементов ансамбля PF1 составляет порядка 50 мкм, для PF2 - 100 мкм. Причем микроэлементы PF1 имеют форму квадратов (Рисунок 4.4), а форма элементов PF2 ближе к диску (Рисунок 4.5).

Ансамбли PF1 и PF2 характеризуются наличием ОЛН вдоль направления технологического поля H_t и ОТН перпендикулярно этому направлению. Перемагничивание вдоль ОЛН проходит за счет смещения доменных границ, которое начинается в середине квадратных элементов в случае PF1 (Рисунок 4.4) (фото 2) и с границ дисков в случае PF2 (Рисунок 4.5) (фото 2). В обоих случаях петли гистерезиса имеют наклон, что вероятно связано с магнитостатическим взаимодействием между элементами. Петля магнитного гистерезиса PF2

имеет уширение в поле 0 Э (Рисунок 4.5). Подобное отличие может быть связано с формой микроэлементов. Коэрцитивная сила для PF1 и PF2 порядка 2 Э.

Перемагничивание вдоль ОТН характеризуется петлями гистерезиса, имеющими уширение по краям петель (в полях примерно 2 - 5 Э) и сужение в поле 0 Э (Рисунок: 4.4, 4.5).



Рисунок 4.4 – Петля магнитного гистерезиса, измеренная с помощью Керр-микроскопа для образца PF1 при направлении внешнего поля Н параллельно и перпендикулярно направлению технологического поля H_t. Номера указывают на соответствующую полю фотографию доменной структуры. Н указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.



Рисунок 4.5 – Петля магнитного гистерезиса, измеренная с помощью Керр-микроскопа для образца PF2 при направлении внешнего поля Н параллельно и перпендикулярно направлению

технологического поля H_t. Номера указывают на соответствующую полю фотографию доменной структуры. Н указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.

Данные петли гистерезиса и поведение перемагничивания схожи с так называемыми магнитными структурами типа "вортекс". В поле 0 Э они характеризуются замкнутыми в плоскости векторами намагниченности вокруг центральной точки, а в центральной точке намагниченность направлена перпендикулярно плоскости. В поле технического насыщения намагниченность лежит в плоскости [135,136].

Образец PF3 с наибольшим размером 300 мкм квадратных элементов характеризуется отсутствием наведенной магнитной анизотропии. Перемагничивание параллельно и перпендикулярно направлению прикладываемого технологического поля осуществляется похожим образом, в основном, путем смещения доменных границ. При этом возникающая доменная структура характеризуется наличием границ разной градусности (Рисунок 4.6).

Выше описанное дает сделать вывод что, изменение размера квадратных микроэлементов ансамблей приводит к изменению структуры магнитных доменов и статических магнитных свойств. Для ансамблей многослойных микроэлементов была выбрана маска, через которую был осажден ансамбль PF2.



Рисунок 4.6 – Петля магнитного гистерезиса, измеренная с помощью Керр-микроскопа для образца PF3 при направлении внешнего поля Н параллельно и перпендикулярно направлению технологического поля H_t. Номера указывают на соответствующую полю фотографию доменной структуры. Н указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.

Спектры ФМР (Рисунок 4.7 (а)) и угловые зависимости резонансного поля (Рисунок 4.7 (б)) всех образцов с периодической структурой (PF1, PF2, PF3) и сплошной пленочной структуры (F) совпадают. Это свидетельствует, о том, что хоть использование масок при напылении влияет на степень текстуры и размер зерна пермаллоя в образцах, однако их динамические магнитные свойства (резонансное поле и коэффициент поглощения) практически не изменяются (погрешность в данном случае может составлять порядка 1/3 ширины пика). Размер микроэлементов также не влияет на магнитодинамические свойства.



Рисунок 4.7 – Особенности линий ферромагнитного резонанса, измеренного на частоте f = 9.95 ГГц для пленочных образцов F и PF2 при ориентации внешнего поля в плоскости пленки (a). Угловые зависимости поля ΦMP (H_{res}) от угла θ_H (б).

4.3 Ансамбли многослойных периодических микроэлементов

4.3.1 Поверхность и структурные свойства

Для получения многослойных ансамблей был выбран ансамбль однослойных микроэлементов PF2, поскольку он обладал наименьшей коэрцитивной силой и полем магнитной анизотропией, что необходимо для высокого магнитоимпедансного эффекта в профилированных МИ элементах. Размер отдельных элементов по результатам электронной микроскопии составляет 60-70 мкм, что совпадает с размером отверстий в маске, через которую проводилось напыление (Рисунок 4.8 (а)). Согласно фотографиям с оптического микроскопа размер составляет порядка 150 мкм (Рисунок 4.8 (б)). По фотографиям, полученным со стилусного профилометра, видно, что ближе к краю подложки микроэлементы пространственно отделены друг от друга и, по мере приближения к центру подложки, сливаются на границах. Периодическую структуру можно поделить на два типа: ансамбль пространственно разделенных микроэлементов (MPFB) и ансамбль микроэлементов, сливающихся друг с другом

(MPFA) (Рисунок 4.8 (в, г)). Формирование таких областей обусловлено разным расстоянием между маской и подложкой в разных частях образца во время напыления. Микроэлементы MPFA имеют сложный профиль, который вызван эффектом затенения при напылении (Рисунок 4.8 (д, е)). Расстояние между вершинами микроэлементов составляет порядка 100 мкм. Высота микроэлементов варьировалась в диапазоне от 200 нм до 300 нм, что меньше, чем толщина 500 нм, определенная исходя из скорости напыления. Это подтверждает, что маска, как и в случае однослойных микроэлементов, приводит к уменьшению толщины FeNi за счет эффекта затенения. Размер микроэлементов можно оценить как ширину пика профиля на половине его высоты. Согласно такой оценке размер составляет 50 мкм, что согласуется с другими данными (Рисунок 4.8 (д)).







Рисунок 4.8 – Изображение многослойных периодических структур: (a) оптическая микроскопия, (б) сканирующая электронная микроскопия, (в) профилометрия, область MPFA,

где микроэлементы сливаются, (г) профилометрия, область MPFB, где микроэлементы пространственно разделены; (д) Профиль поверхности области MPFA; (е) Схема области MPFA.

В МИ элементе в виде полоски (MFs) FeNi и Cu характеризуются наличием ГЦК решетки, на что указывают пики (111) и (200) (Рисунок 4.9). В случае Cu виден выраженный пик (111), что говорит о наличии некоторой кристаллографической текстуры. Средний размер кристаллитов FeNi и Cu, определяемый по формуле Шеррера, составляет 20 нм и 55 нм соответственно. Рентгеновские спектры сплошной пленочной структуры MF содержат пик (111) FeNi, что соответствует ГЦК решетке. Расчет по формуле Шеррера позволяет оценить средний размер кристаллитов, который составляет 15 ± 3 нм. Однако пики Cu в спектре не наблюдаются, т.к. толщина прослоек очень мала (6 нм), и, следовательно, общий объем материала, участвующего в РФА анализе, недостаточен для получения интенсивных пиков.

Размер зерна FeNi в ансамбле многослойных микроэлементов несколько меньше по сравнению с FeNi в сплошном пленочном элементе и составляет порядка 8 ± 3 нм. Аналогично случаю ансамбля однослойных микроэлементов, этот факт связан с тем, что толщина слоев FeNi меньше в зонах затенения вблизи границ микроэлементов согласно данным профилометрии [158, 159].



Рисунок 4.9 – Результаты рентгенофазового анализа: MFs - пленочного МИ элемента, MF - сплошной многослойной структуры, MPF - ансамбля многослойных микроэлементов.

4.3.2 Магнитные свойства

Контрольный образец в виде многослойной сплошной структуры (MF) имеет ОЛН вдоль направления технологического поля H_t. Перемагничивание вдоль данного направления

происходит за счет смещения доменных границ. Коэрцитивная сила H_c порядка 1.5 Э, а поле магнитной анизотропии $H_a = 5$ Э (Рисунок 4.10 (а)). Многослойный пленочный МИ элемент в виде полоски (MFs) имеет ось наведенной магнитной анизотропии вдоль короткой стороны образца, что также совпадает с направлением технологического поля H_t . Об этом свидетельствует смещения доменных границ при перемагничивании в данном направлении. Однако намагниченность достигает нуля в полях (≈ 7 Э) превышающих коэрцитивную силу (≈ 1.5 Э). Подобное поведение было объяснено в Главе 3.1 и связано оно с перемагничиванием отдельных слоев пленочной структуры, которые связаны друг с другом за счет магнитостатического взаимодействия (Рисунок 4.10 (б)). При изменении поля перпендикулярно направлению H_t наблюдается процесс вращения намагниченности для обоих образцов MF и MFs.



Рисунок 4.10 – Петли магнитного гистерезиса: (а) - многослойной сплошной структуры (MF); (б) - многослойного пленочный элемент в виде полоски (MFs)

Область MPFA и MPFB также характеризуются ОЛН вдоль направления технологического поля H_t. Направление перпендикулярное технологическому полю H_t обозначено, как ОТН.

Перемагничивание области MPFA вдоль ОЛН происходит за счет смещения доменных границ. По фотографиям доменов видно, что периодическая структура задает упорядоченную доменную магнитную структуру (Рисунок 4.11 (а), изображения (1) - (3)). За счет магнитного поля можно управлять шириной магнитных доменов в такой структуре. Например, в диапазоне от -1 Э до 1 Э ширина светлых доменов может изменяться от 20 мкм до 60 мкм (Рисунок 4.11 (а), изображения (1) - (3)). Границы между отдельными микроэлементами видны вдоль вертикали. Перемагничивание вдоль ОТН имеет сложный характер и проходит как путем

вращения намагниченности, так и путем смещения доменных границ (Рисунок 4.11 (а), изображения (4) - (6)). Вдоль горизонтали также видны границы микроэлементов, в них процесс перемагничивания задерживается.

В области MPFB наблюдается пространственное разделение микроэлементов ансамбля (Рисунок 4.11 (б)). Перемагничивание вдоль ОЛН проходит путем смещения доменных границ и начинается в центре микроэлементов. Исходя из этого, по фотографиям доменов (Рисунок 4.11 (а)), можно определить положение микроэлементов ансамбля в области MPFA, где нет четкого разделения между элементами. Места, где зарождаются домены с противоположным направлением намагниченности, являются центрами микроэлементов ансамбля (Рисунок 4.11 (а), изображение (1)). Петли магнитного гистерезиса вдоль ОЛН и ОТН совпадают, но характер перемагничивания различается (Рисунок 4.11 (б)). Перемагничивание вдоль ОТН для области MPFB проходит путем как смещения доменных границ так и вращения намагниченности. Периодическая структура ансамбля микроэлементов также задает упорядоченную магнитную структуру.

Несмотря на то, что обе области характеризуются ОЛН, вдоль которой перемагничивание происходит за счет смещения доменных границ, ансамбль MPFA имеет более выраженные магнитомягкие свойства, о чем свидетельствуют коэрцитивная сила 1 Э (для MPFB 3 Э) и поле магнитной анизотропии 10 Э (для MPFB 20 Э) (Рисунок 4 а,б).



Рисунок 4.11 – Петли магнитного гистерезиса для многослойной периодической структуры (MPF): (a) - MPFA; (б) - MPFB. Цифрами указаны изображения магнитных доменов соответствующие точкам на петлях гистерезиса. Н указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.

4.4 Профилированные МИ элементы

4.4.1 Структурные свойства

Многослойные микроэлементы, осажденные через маску на толстый слой меди, могут сильно измениться в форме и размерах. Необходимо убедиться в том, что при осаждении через маску на МИ элементах удалось сформировать периодические структуры. По фотографии с

86

оптического микроскопа (Рисунок 4.12 (а)), хорошо видно, что удалось сформировать периодическую структуру полосовых микроэлементов для элемента StP. На Рисунке 4.12 представлены изображения энергодисперсионной спектроскопии поверхности SqP в излучении спектра Кα для элементов Cu, Fe и Ni. Контраст изображения подобран таким образом, что максимальная интенсивность соответствует темной области. Видно, что квадратным микроэлементам соответствуют темные области в излучении Кα для Fe и Ni (Рисунок 4.12 (в,г)), и светлые области для Cu (Рисунок 4.12 (б)). Стороны квадратных микроэлементов параллельны соответствующим сторонам прямоугольного МИ элемента, согласно схеме Рисунок 2.3 (б).



Рисунок 4.12 – (а) Фотография с оптического микроскопа: сверху StP, снизу SqP. Фотография СЭМ поверхности МИ элемента SqP в режиме энергодисперсионной спектроскопии. Темные области соответствуют элементам: (б) Cu, (в) Fe, (г) Ni.

Размер полученных микроэлементов составляет порядка 50 мкм, а расстояние между их центрами 100 мкм, что согласуется с полученными результатами для ансамбля многослойных микроэлементов MPF. Таким образом, многослойные микроэлементы, осажденные через маску на МИ элемент, близки по размерным характеристикам к многослойным микроэлементам, осажденным на стекло.

Площадь профилированной поверхности элемента SqP больше, чем аналогичного непрофилированного элемента (NP) в 7 раз. При формировании на поверхности квадратных

микроэлементов через металлическую маску с размером 50 мкм (PF1) и 300 мкм (PF3), площадь поверхности была бы больше в 13 раз и 3 раза соответственно. Это делает данные элементы чувствительными в качестве биосенсоров, где на этапе функционализации важна эффективная площадь поверхность.

4.4.2 Магнитные свойства

Контрольный образец NP в виде МИ элемента с непрофилированной поверхностью имеет наведенную магнитную анизотропию параллельно короткой стороне, вдоль которой прикладывалось технологическое поле H_t . Перемагничивание в этом направлении характеризуется полем смещения $H_b = 9$ Э, связанным с особенностью перемагничивания за счет магнитостатического взаимодействия слоев (Глава 3.1) (Рисунок 4.13а). Вдоль длинной стороны перемагничивание идет за счет вращение намагниченности, поле магнитной анизотропии $H_a = 5$ Э. Наличие наведенной анизотропии вдоль короткой стороны параллельно технологическому полю H_t , а также наличие поля смещения наблюдается и для образцов StP (Рисунок 4.14 (a,б)) и SqP (Рисунок 4.16 (a)). Образец StP имеет гребенчатую структуру по типу чередующихся зубцов (t - teeth) и впадин (g - gap) (Рисунок 2.3(а)). Процесс перемагничивания вдоль короткой стороны МИ элемента (StP) проходит за счет смещения доменных границ.

Рассмотрим, как происходит процесс перемагничивания в области зубцов и впадин на примере восходящей кривой при возрастании магнитного поля от -50 Э до 50 Э. Согласно петлям магнитно гистерезиса при увеличении поля сначала перемагничиваются зубцы (Рисунок 4.14 (а)), а потом впадины (Рисунок 4.14 (б)). Это визуально отражается на фотографиях магнитных доменов: в поле 10 Э области 1g и 2g (g - gap) соответствуют впадинам (размер порядка 150 мкм), а 1t и 2t (t - teeth) зубцам (Рис 4.14 в). По петлям магнитного гистерезиса можно видеть, что в нулевом поле намагниченность во впадинах и зубцах направлена в разные стороны (Рисунок 4.14 (а, б)). В таком случае с помощью подбора количества зубцов и впадин, а также их ширины, можно регулировать остаточную намагниченность поверхностного слоя всего МИ элемента, а, следовательно, и поле в котором намагниченность равна нулю.



Рисунок 4.13 – Петли магнитного гистерезиса для непрофилированного МИ элемента (NP): (а) вдоль короткой стороны; (б) - вдоль длинной стороны.

Вблизи нулевого поля наблюдается смещение границ магнитных доменов, что предположительно связано с некоторым отклонением оси наведенной магнитной анизотропии от перпендикулярного стороне направления из-за наличия рельефа поверхности. Фотографии магнитной доменной структуры были получены в той же области, что и на Рисунке 4.14 в: визуально впадины так же хорошо идентифицируются при анализе особенностей магнитной структуры (Рисунок 4.15 (б)).



Рисунок 4.14 – Петли гистерезиса образца StP измеренные со стороны пленочного элемента при перемагничивании вдоль короткой стороны в местах зубцов (а) и впадин (б). Изображение структуры магнитных доменов StP в поле 10 Э при возрастании поля. Номера 1g, 2g и 1t, 2t - близлежащие впадины и зубцы соответственно.



Рисунок 4.15 – Петли гистерезиса образца StP измеренные при перемагничивании вдоль длинной стороны (а). Изображение структуры магнитных доменов соответствующие точкам 1 и

90

2 на петле магнитного гистерезиса (б). Стрелка указывает направление внешнего магнитного поля.

Рассмотрим процесс перемагничивания для образца SqP. При перемагничивании вдоль короткой стороны процесс идет за счет смещения доменных границ, петля магнитного гистерезиса имеет прямоугольную форму (Рисунок 4.16 (а), "черная" кривая). На границах МИ элемента наблюдаются пилообразные домены (размер зубьев порядка 100 мкм) (Рисунок 4.16 (б), изображение (1)). Процесс перемагничивания вдоль длинной стороны (Рисунок 4.16 (а), "красная" кривая) идет за счет вращения намагниченности (поле магнитной анизотропии $H_a = 7$ Э), однако присутствует и смещение доменных границ в области микроэлементов, которые соответствуют темным квадратам (Рисунок 4.16 (б), изображение (2)). Как и для образца StP, задержка перемагничивания происходит во впадинах - промежутках между микроэлементами.



Рисунок 4.16 – Петли гистерезиса образца SqP измеренные при перемагничивании вдоль длинной (красная кривая) и короткой (черная кривая) сторон (а). Изображение структуры магнитных доменов соответствующие точкам 1 и 2 на петлях магнитного гистерезиса, стрелка указывает направление магнитного поля (б).

4.4.3 Магнитоимпедансный эффект

Магнитоимпедансный эффект исследовался для МИ элементов: StP - поверхность с прямоугольными микроэлементами, SqP - поверхность с квадратными микроэлементами и NP - непрофилированная поверхность. Наибольшее значение максимального МИ соотношения

наблюдается при частоте тока 169 МГц и составляет для NP - $\Delta Z/Z_{max} = 160$ %, для StP и SqP - $\Delta Z/Z_{max} = 60$ %, что порядка в три раза меньше, чем для NP (Рисунок 4.17 (a)). Частотные зависимости МИ соотношения для элементов с разным паттерном (StP и SqP) профилированной поверхности практически не отличаются. Стоит отметить, что при наблюдении МИ эффекта, изза скин-слоя сигнал идет с двух поверхностей МИ элемента: профилированной поверхности и поверхности со стороны стеклянной подложки. В случае Керр-микроскопии сигнал измеряется только со стороны одной поверхности. Из этого следует, что отклонения магнитных характеристик, полученных этими двумя методиками, будут связаны с различиями свойств двух поверхностей МИ элемента. Так например, на полевой зависимости МИ соотношения МИ элемент NP имеет четкий пик в поле 5 Э, что совпадает с полем магнитной анизотропии H_a = 5 Э согласно Керр-микроскопии, поскольку свободная и граничащая с подложкой поверхности МИ элемента NP одинаковы. Профилированные элементы характеризуются широким пиком МИ соотношения на полевых зависимостях, который находится в поле 7 Э для StP и 5 Э для SqP, что близко, но не совпадает с полем наведенной магнитной анизотропии согласно Керрмикроскопии (StP - 8 Э, SqP - 7 Э) (Рисунок 4.17 (б)). Восходящие и нисходящие кривые полевых зависимостей МИ соотношения смещены относительно нуля, что связано с особенностями магнитного гистерезиса (Рисунок 4.17 (б)).



Рисунок 4.17 – (а) Частотная зависимость максимального МИ соотношения ΔZ/Z_{max}; (б) Полевая зависимость МИ соотношения ΔZ/Z при возрастании от -100 Э до 100 Э (вверх) и убывании от 100 Э до -100 Э (вниз) магнитного поля, частота тока 169 МГц. МИ элемент: NP - непрофилированный, StP - с прямоугольными микроэлементами, SqP - с квадратными микроэлементами

При использовании МИ элементов в качестве детекторов необходимо определить частоту тока, при которой наблюдается максимальная чувствительность к внешнему магнитному полю и рабочий интервал полей, в котором МИ соотношение будет линейно зависеть от магнитного поля. Определение оптимальной частоты производят по частотной зависимости $\Delta Z/Z_{max}(f)$ (Рисунок 4.17(а)). Линейный участок МИ соотношения на полевой зависимости находится в интервале от 0 Э до поля магнитной анизотропии H_a. В нулевом поле МИ соотношение слабо зависит от частоты, но в полях близких к полю анизотропии, где наблюдается максимальное МИ соотношение, эта зависимость значительна. Оптимальной частотой является та, которая соответствует наибольшему значению максимального МИ соотношения в поле магнитной анизотропии. При этой частоте, угол наклона на полевой зависимости МИ соотношения в области от 0 Э до H_a будет наибольший, что соответствует наибольшей чувствительности.

Максимальная чувствительность к внешнему магнитному полю наблюдалась при частоте тока 169 МГц и составляла для профилированных МИ элементов StP - 10 %/Э, SqP - 17 %/Э (Рисунок 4.18(б)) в рабочем интервале от 1 Э до 3 Э, для непрофилированных NP - 42 %/Э в рабочем интервале от 3 Э до 5 Э (Рисунок 4.18(а)). Вариация частоты вблизи оптимальной приводит к изменениям чувствительных параметров. Рассмотрим МИ эффект при частотах тока 127 МГц и 211 МГц, для которых максимальное значение МИ соотношения практически совпадает. Смещение частоты в большую сторону (211 МГц) относительно оптимальной (169 МГц) приводит к уменьшению чувствительности (Рисунок 4.18, "синяя кривая").



Рисунок 4.18 – Полевая зависимость МИ соотношения в области максимальной чувствительности при частотах тока 127 МГц, 169 МГц и 211 МГц: (a) NP, (б) SqP. В единицах %/Э указана чувствительность на определенном участке.

Происходит это из-за того, что с увеличением частоты на полевой зависимости пик МИ соотношения смещается в область больших полей и уширяется. При смещении частоты в меньшую сторону (127 МГц) чувствительность слабо уменьшается, при этом пик уменьшается, но его уширение не наблюдается. В некоторых технических приложениях более низкая частота при небольшом уменьшении чувствительности является более выгодным параметром. Профилированные МИ элементы обладают меньшей чувствительностью по сравнению с непрофилированными элементами, однако профилированная поверхность, может стать преимуществом при использовании МИ элементов в биодетекторах.

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4

В данной главе были исследованы структурные, статические и магнитодинамические свойства ансамблей периодических однослойных и многослойных микроэлементов, а также МИ элементов с профилированной поверхностью. В ходе работы были получены следующие результаты:

1) При увеличении толщины FeNi ухудшение магнитодинамических свойств происходит раньше, чем FeNi переходит в "закритическое" состояние. Оптимальная толщина FeNi для МИ элементов составляет 100 нм.

2) Из-за эффекта затенения использование маски приводит к сложному профилю микроэлементов в ансамблях однослойных и многослойных микроэлементов. На границах микроэлементов толщина FeNi меньше, чем в центре, что может являться причиной уменьшения среднего размера зерна FeNi. При использовании маски также наблюдается ухудшение кристаллографической текстуры FeNi.

3) Ансамбли однослойных квадратных микроэлементов с размером 50 мкм и 70 мкм характеризуются наличием ОЛН, вдоль которой перемагничивание идет за счет смещения доменных границ. При перемагничивании вдоль ОТН наблюдается магнитная структура типа "вортекс". При размерах микроэлементов порядка 300 мкм наведенной ОЛН не формируется. Коэрцитивная сила, коэффициент поглощения и резонансное поле не зависят от размера квадратных микроэлементов.

4) За счет периодических элементов в ансамблях и на поверхностях профилированных МИ элементов можно формировать периодическую структуру магнитных доменов, которая управляется за счет магнитного поля. В такой магнитной доменной структуре задержка перемагничивания наблюдается в промежутках между микроэлементами.

По результатам представленным в данной главе были опубликованы статьи [А3, А4], а также тезисы докладов конференций [С2, С4, С8].

5 Магнитоимпедансное детектирование полей рассеяния эпоксидных композитов на основе магнитных микро- и нано- частиц оксида железа

Магнитные частицы оксида железа применяются во многих отраслях, в том числе и в медицине. Особый интерес представляют частицы, полученные методом электрического взрыва проволоки из-за его высокой производительности, что необходимо для промышленных применений. Другим материалом, в основе которого используются магнитные частицы, являются магнитные композиты на основе эпоксидной смолы. Это легкий конструкционный материал, распространённый в различных отраслях.

Исследование магнитоимпедансного отклика на поля рассеяния магнитных композитов на основе частиц оксида железа и эпоксидной смолы представляет отдельный интерес. Вопервых, это открывает возможности развития магнитоимпедансного эффекта как методики измерения магнитных характеристик, а также оценки распределения магнитных частиц в магнитных композитах. Во-вторых, магнитные композиты на основе эпоксидной смолы можно использовать как калибровочные материалы для разработки магнитоимпедансного датчика. Варьируя концентрацию магнитных частиц в композите можно по магнитоимпедансного датчика. Варьируя концентрацию магнитных частиц в композите можно по магнитоимпедансному отклику на поля рассеяния построить концентрационную калибровочную кривую и с её помощью определять концентрацию магнитных частиц подобного типа в других материалах. Определение концентрации частиц является важной задачей, например, при адресной доставке лекарств при лечении тромбоза. Тромболитики, связанные с магнитными частицами, доставляются в область тромба, где необходимо определять их концентрацию в режиме реального времени для контроля процесса лечения. Другим применением магнитоимпедансного датчика может являться задача позиционирования, где по магнитным меткам, в качестве которых используется магнитный композит, контролируется положение объекта.

В данной главе проведено комплексное исследование магнитных частицы оксида железа, полученных методом электрического взрыва проволоки, а также магнитных композитов на основе данных частиц и эпоксидной смолы. Далее было проведено исследование магнитоимпедансного отклика на магнитные композиты с разной концентрацией и типом магнитных частиц.

5.1 Магнитные частицы оксида железа и композиты на их основе

5.1.1 Структурные свойства частиц оксида железа

По результатам рентгенофазового анализа (РФА) (Рисунок 5.1) частицы А имеют фазовый состав (92 % Fe₃O₄ , 8 % α - FeO(OH)). Размер зерна, определенный с помощью формулы Шеррера, составляет: 240 нм для Fe₃O₄ и 90 нм для α -FeO(OH). Фазовый состав частиц FC и C совпадает (82 % Fe₃O₄, 15 % Fe₂O₃, 3 % α - Fe). Фаза α - Fe присутствует в качестве ядер крупных частиц, которые не окислились, при этом поверхность данных частиц имеет фазу Fe₃O₄ или Fe₂O₃. Фаза α - Fe составляет малую часть по сравнению с Fe₃O₄ и Fe₂O₃, однако ее вклад в магнитные свойства существенен. Средний размер Fe₃O₄ и Fe₂O₃ по формуле Шеррера превышает 150 нм.



Рисунок 5.1 – Рентгенофазовый анализ частиц типа А, С и FC. В скобках указаны индексы Миллера.

Одной из особенностей кристаллической структуры магнетита является наличие перехода Вервея [139, 160, 161]. На Рисунке 5.2 представлены зависимости удельного магнитного момента от температуры, полученные при охлаждении в нулевом поле (ZFC) и при охлаждении в присутствии поля напряженностью 100 Э (FC). Во время процесса ZFC образец охлаждался до температуры 2 К в нулевом поле, а затем прикладывалось поле напряженностью 100 Э и образец нагревался до 390 К при этом измерялся магнитный момент. Процесс FC проводился аналогичным образом, но охлаждение производилось в поле 100 Э. Кривые ZFC частиц типов (С и FC) имеют скачок в области около 100 К, который соответствует переходу Вервея (переход магнетита из моноклинной сингонии в кубическую). Переход Вервея

наблюдается для частиц магнетита с совершенной малодефектной структурой при диаметре около 50 нм и более [160, 161]. При увеличении температуры выше 100 К кривые ZFC не имеют выраженного пика магнитного момента, т. е. частицы имеют широкий разброс по размерам. Кривые ZFC и FC для частиц типа A совпадают при температуре выше 340 К и, по мере ее уменьшения, расходятся. В отличие от частиц C и FC, скачок при 100 К, соответствующий переходу Вервея, отсутствует (Рисунок 5.1(а)). Это согласуется с результатами РФА, указывающими на некоторое несовершенство кристаллической структуры частиц типа A, даже при условии, что средний размер коммерческих микрочастиц магнетита выше, чем для магнитных частиц полученных методом электрического взрыва проволоки (Таблица 5.1).



Рисунок 5.2 – Кривые ZFC-FC для частиц типа: (а) - А, (б) - С, (в) - FC.

5.1.2 Особенности распределения частиц оксида железа по размерам

Частицы всех типов были исследованы с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Распределение по размеру оценивалось по фотографиям СЭМ из выборки, состоящей из No частиц. Средний диаметр частиц оценивался по количественному (Рисунок 5.3 (а, в, д)) и весовому распределениям частиц (Рисунок 5.3 (б, г, е)), которые рассчитывались по формулам (2.12) и (2.13) соответственно.

Количественное распределение частиц всех типов по размеру хорошо аппроксимируется логнормальным законом (2.14), из которого можно определить среднечисленный (dn) диаметр частиц (Рисунок 5.3 a, в, д). Весовое распределение по размеру для частиц А аппроксимируется логнормальным законом, однако, для частиц FC и C весовое распределение имеет полидисперсный характер (Рисунок 5.3 (б, г, е)). В таком случае средневзвешенный размер можно оценить с помощью формулы (2.15).

Другой методикой оценки средневзвешенного диаметра является метод БЭТ. С его помощью была определена удельная поверхность частиц (S_{sp}) всех типов, которая составляет

для частиц типа А - 6.9 м²/г, для С - 7,7 м²/г и для FC - 25,0 м²/г. Основную часть частиц типа С и FC составляют частицы магнетита (Fe₃O₄) и гематита (Fe₂O₃) плотность которых близка к ρ = 5,2·10⁶ г/м³ [139]. Тогда средневзвешенный диаметр частиц можно оценить по формуле (2.17).



Рисунок 5.2 – Количественное (слева) и весовое (справа) распределение частиц по размерам: (а), (б) - А; (в), (г) - FC; (д), (е) - С.

Средневзвешенный диаметр частиц А, определенный методом СЭМ, d_w (СЭМ) равен 209 нм и близок к среднечисленному d_n (СЭМ) равному 170 нм. Это свидетельствует о преимущественном содержании частиц данного размера и об отсутствии особо крупных частиц. По среднечисленной оценке основная часть частиц FC и C намного меньше, чем частицы типа

А, однако в их выборке присутствуют крупные частицы, размер которых на порядок превышает размер основной части. Это приводит к тому, что средневзвешенный диаметр d_w (СЭМ) сильно отличается от среднечисленного d_n (СЭМ) (Таблица 5.1).

Размер d_w (БЭТ) частиц FC и C выше, чем количественный d_n (СЭМ), но ниже, чем весовой d_w (СЭМ). В отличие от оценки размера методом СЭМ по распределению, метод БЭТ чувствителен к малым частицам, которые трудно количественно идентифицировать микроскопическими методами. С другой стороны, хотя весовые оценки по распределению позволяют учесть крупные частицы, количество анализируемых частиц в случае СЭМ ограничено выборкой (Таблица 5.1).

Проведенные выше оценки диаметра указывают на то, что различные методы чувствительны к частицам различного размера. При оценке партий с содержанием частиц в широком диапазоне использование только одного метода недостаточно. Так, например, для частиц типа С и FC, большая часть из которых имеют диаметр d_n (CЭM) 73 нм и 20 нм соответственно, присутствие даже одной крупной частицы может привести к сильному разбросу оценок диаметра другими методами. С другой стороны, для партии A с узким распределением частиц по размеру средний диаметр частиц, определенный различными методами, отличается не более чем на 15 %. Несмотря на это частицы FC и C, полученные методом ЭВП из-за его высокой производительности, представляют интерес для промышленного производства. К тому же методику ЭВП можно усовершенствовать, используя дополнительные модули системы сепарации [161], что позволит получать частицы с более узким распределением по размерам, что важно для использования в медицине.

Таблица 5.1	l -	Диаметр	частиц	различного	типа	определенный	разными	методами	(указаны	В
скобках)										

Тип частиц	d _w (РФА), нм	d _w (СЭМ), нм	d _n (СЭМ), нм	d _w (БЭТ), нм
А	240	209	170	167
C	150	231	73	165
FC	150	120	20	46

По фотографиям СЭМ, частицы типа А имеют форму близкую к сферической, однако, часть частиц образует агломераты и, следовательно, теряет сферичность (Рисунок 5.3 (а,б)). Это обуславливает их менее совершенную кристаллическую структуру, что подтверждается результатами измерения кривых ZFC-FC, где отсутствует переход Вервея для частиц данного типа (Рисунок 5.2(а)). Частицы типа С и FC имеют выраженную сферическую форму (Рисунок 5.3(в-е)). Частицы типа FC характеризуются наличием крупных частиц, вокруг которых

преимущественно собираются мелкие со средним размером dn = 20 нм. Количество крупных частиц меньше, чем мелких, однако их объемная доля больше (Рисунок 5.3 (д,е)).







Рисунок 5.3 – Фотографии СЭМ для всех типов частиц при увеличении 100 нм и 1 мкм. А - (а, б); С - (в, г); FC - (д, е).

5.1.3 Особенности пространственного распределения частиц в магнитных композитах

Согласно фотографиям СЭМ (Рисунок 5.4), структура магнитных композитов характеризуется следующими особенностями. Распределение магнитных частиц в композитах

равномерное. Большинство частиц собираются в группы разного размера, внутри которых частицы пространственно разделены (Рисунок 5.4).



Рисунок 5.4 – Фотографии СЭМ для композитов с разной концентрацией частиц (5% и 30%) различного типа: А - (а, б); С - (в, г); FC - (д, е).

Существуют также одиночные частицы и их агрегаты – частицы, находящиеся в прямом контакте. При увеличении концентрации частиц расстояние между агрегатами, одиночными частицами и группами частиц уменьшается. При этом число одиночных частиц уменьшается, а количество агрегатов и их размер увеличиваются. Например, при концентрации 30% появляются крупные агрегаты размером около 5 мкм.

Согласно данным исследований с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии магнитного композита с 30 % содержанием частиц типа A, весовая концентрация атомов в композитах составляет: 30 % для кислорода O и 65 % для железа Fe. В пересчете на атомы это соответствует Fe₃O₄, что согласуется с РФА анализом. Также спектр показывает присутствие серы S и кремния Si, которые, вероятно, являются основой полимера. На спектре можно заметить еще и присутствие кобальта Co, весовая концентрация которого составляет менее 0.5 %. Это говорит о том, что Co является загрязнением, которое не должно сильно искажать магнитные свойства ввиду малой концентрации (Рисунок 5.5).



Рисунок 5.5 – Спектр энергодисперсионного рентгеновского анализа композита с 30 % содержанием частиц типа A (a); СЭМ изображение места скопления частиц, где измерялся спектр (б).

Таким образом, наполненные магнитные композиты представляют собой магнитные материалы с достаточно однородным распределением магнитных частиц, распределенных в форме одиночных частиц, агрегатов (соприкасающихся друг с другом) или групп, где частицы находятся близко друг к другу, но не соприкасаются.

5.1.4 Магнитные свойства частиц и композитов на их основе

Удельный магнитный момент частиц и композитов был исследован с помощью вибрационной магнитометрии. Значения коэрцитивной силы H_c, остаточного удельного

магнитного момента m_r и удельный магнитный момент технического насыщения m_s в поле 5000 Э приведены в таблице 5.2. В более высоких полях, m_s изменялся незначительно, например, в поле 10000 Э m_s отличался менее чем на 2%, относительно m_s в поле 5000 Э. Поскольку среднечисленный и средневзвешанный размеры частиц типа С превосходят размеры частиц типа FC, то можно сделать следующие предположения по поводу магнитных характеристик. Вопервых, количество многодоменных частиц в партии С больше, чем в партии FC, что обуславливает более низкую коэрцитивную силу частиц С. Это связано с тем, что при перемагничивании многодоменных частиц процессы происходят за счет смещения доменных границ и вращения намагниченности, когда как в однодоменных частицах перемагничивание происходит только за счет вращения. Во-вторых, количество суперпарамагнитных частиц в партии FC больше, чем в партии C, что обуславливает более низкое значение удельного магнитного момента технического насыщения частиц C. Сравнение магнитных свойств частиц партии A с частицами C и FC на основании размера осложнено отличием фазового состава частиц, который играет основную роль в формировании магнитных свойств.



Рисунок 5.6 – Петли магнитного гистерезиса для частиц типа A, C и FC: (а) в области технического насыщения (в поле 5000 Э); (б) в области малых магнитных полей.

Таблица 5.2 - Магнитные свойства частиц разного типа

Образец	Н _с , Э	m _r , Γс·см ³ /г	$m_{s} (H = 5000), \Gamma c \cdot c M^{3} / \Gamma$
А	50	3.8	80
С	40	3.1	82
FC	50	3.8	75

Коэрцитивная сила композитов с разной концентрацией и разным типом частиц больше, чем коэрцитивная сила для частиц и находится примерно в диапазоне от 50 Э до 60 Э. Агрегирование частиц в композитах не влияет на остаточный удельный магнитный момент и удельный магнитный момент технического насыщения (в поле 5000 Э), так как эти параметры имеют линейную зависимость от концентрации (Рисунок 5.8). Эпоксидная смола без содержания частиц проявляет диамагнитный характер и ее вкладом можно пренебречь, поскольку ее магнитный момент как минимум на 2 порядка меньше, чем магнитный момент композита с наименьшей весовой концентрацией частиц 1 %.



Рисунок 5.7 – Удельный магнитный момент композитов с различной концентрацией частиц типа A, C, FC: (а) в области технического насыщения (в поле 5000 Э); (б) в области малых магнитных полей. Проценты указывают на весовую концентрацию частиц в композитах (0 % эпоксидная смола без частиц).



Рисунок 5.8 – Зависимость удельного магнитного момента композитов на основе магнитных частиц от их концентрации: (а) остаточный магнитный момент; (б) магнитный момент технического насыщения (в поле H = 5000 Э).

Исходя из выше сказанного, можно сделать следующие выводы. Во-первых, если для приложений в первую очередь важно достичь определенного значения намагниченности, то распределение частиц играет второстепенную роль. Это подтверждается тем, что магнитные композиты на основе частиц с разным распределением, составом и размером имеют очень близкий удельный магнитный момент. Во-вторых, данные материалы подходят в качестве калибровочных образцов для различных приложений, в том числе и для создания магнитоимпедансных датчиков, поскольку достаточно знать только тип и концентрацию частиц в композите, чтобы определить его магнитный момент. Это возможно благодаря тому, что магнитный момент, определяющий магнитные поля рассеяния композитов, имеет линейную зависимость от концентрации.

5.2 Магнитоимпедансное детектирование магнитных полей рассеяния композитов

В данной главе проводится исследование МИ эффекта чувствительных МИ элементов в режиме магнитного детектирования. Эксперимент является моделированием ситуации, в которой с помощью МИ элемента необходимо контролировать концентрацию магнитного носителя с лекарственным средством в зоне терапии тромба. Магнитный композит играет роль области тромба, куда доставляются магнитные частицы, связанные с тромболитиками. Предполагается, что в области тромба магнитные поля рассеяния выше из-за скопления частиц. Детектируя поля рассеяния можно определить концентрацию магнитных частиц, а значит и концентрацию тромболитиков. Контроль концентрации тромболитиков важен для дозировки необходимого количества лекарства при проведении терапии. Данная модель достаточно грубая, однако с ее помощью можно установить минимальную детектируемую концентрацию частиц в композитах, а также определить влияние особенностей распределения магнитного поля на магнитоимпедансные характеристики.

Предложенная схема эксперимента по МИ детектированию полей рассеяния частиц в композитах легла в основу системы для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии. Система была запатентована в Росреестре и описана в Главе 5.2.3. Эта же схема эксперимента может использоваться и для другого назначения, например, в системах позиционирования. При создании объектов из эпоксидной смолы в отдельные области внедряются магнитные частицы. По магнитным полям рассеяния частиц из этих областей определяется, в каком положении находится объект.

Наличие полей рассеяния у магнитных композитов обеспечивалось предварительным прикладыванием поля 2000 Э, для формирования остаточной намагниченности в диапазоне малых полей от (0 Э до 15 Э). В данном диапазоне согласно магнитным измерениям можно

105

считать намагниченность композитов постоянной, что необходимо для дальнейшего моделирования магнитных полей рассеяния действующих на МИ элемент. В качестве контроля использовался композит без содержания частиц оксида железа (Контроль). В нулевом поле из-за остаточного магнитного момента композиты создавали поля рассеяния, которые были параллельны длинной стороне МИ элемента, но противонаправлены внешнему магнитному полю, прикладываемому при измерениях МИ эффекта. Остальные особенности конфигурации эксперимента описаны в Главе 2.3

5.2.1 Влияние неоднороодных магнитных полей рассеяния на особенности МИ эффекта в наноструктурированных пленочных элементах

В качестве чувствительных МИ элементов использовались образцы NP и SqP, свойства которых были исследованы в Главе 4.4. Рассмотрим поведение МИ соотношения при разных положениях композита в форме цилиндра с 30% концентрацией частиц типа А. МИ детектирование проводилось при частоте тока 169 МГц соответствующей максимальной чувствительности NP - 42%; SqP - 17 %.

Контрольный образец в виде эпоксидной смолы без добавления магнитных частиц (Контроль) вблизи МИ элемента не вносит существенного вклада в изменение МИ соотношения (Рисунок 5.9, "красная" и "черная" кривая). В предыдущих работах [163, 164] МИ эффект многослойных пленочных МИ элементов исследовался при использовании покрытий из полиакриламидного геля с содержанием микро- и наночастиц оксида железа. Гели и феррогели содержат в своей структуре большое количество воды, что приводило к искажению МИ соотношения из-за высокой диэлектрической проницаемости. Диэлектрическая проницаемость эпоксидной смолы ($\varepsilon = 3,5$ при 25 С°) [165] мала по сравнению с диэлектрической проницаемостью жидкой воды ($\varepsilon = 78,4$) [166] для низкочастотных диапазонов ниже 100 кГц. В диапазоне МГц такая разница становится еще больше. Использование эпоксидной смолы позволяет упростить модель эксперимента, исключив вклад диэлектрической проницаемости в исследовании влияния полей рассеяния на МИ эффект многослойных элементов.

На Рисунке 5.9 номера кривых обозначают положение магнитного композита в миллиметрах вдоль оси ОХ относительно МИ элемента. При сближении магнитного композита с МИ элементом наблюдается смещение кривых МИ соотношения в область больших полей, а также уменьшение величины и уширение пика. При положении ОХ = 4 мм кривая МИ соотношения смещается по оси магнитного поля при этом уменьшение пика минимальное. Максимальное уменьшение и уширение пика наблюдается при положении 0 мм, когда композит находится над МИ элементом. Подобная тенденция качественно одинакова для образцов NP и

SqP, но количественно сильнее проявляется для элемента NP из-за его более высокой чувствительности (Рисунок 5.9 (а)).



Рисунок 5.9 – Полевая зависимость МИ соотношения при разных положениях магнитного композита в форме цилиндра с 30% концентрацией частиц типа А: (a) NP, (б) SqP. Номера кривых обозначают положение магнитного композита в миллиметрах вдоль оси ОХ относительно МИ элемента. Прямые с указанием магнитного поля определяют рабочую точку МИ элемента

Особенности поведения кривых МИ соотношения напрямую связаны с полями рассеяния магнитных композитов. Чтобы объяснить эти особенности проведем моделирование распределения полей рассеяния магнитного композита на поверхности МИ элемента с помощью ПО Comsol MultiPhysics (подробности описаны в главе 2.3). Исходя из магнитных характеристик, а также массы и объема композита в форме цилиндра с 30% содержанием частиц типа A, была рассчитана остаточная намагниченность $M_r = 2.5$ Гс, которая являлась параметром математической модели. Остаточная намагниченность была направлена вдоль диаметра цилиндра и создавала поля рассеяния параллельно длинной стороне МИ элемента (ось ОҮ). Из магнитных измерений следует, что в полях, где проводится МИ детектирование (от 0 Э до 10 Э), остаточная намагниченность изменяется не более чем на 10 %, но для упрощения в рамках модели будем считать ее постоянной.

Распределение компонент магнитных полей рассеяния в плоскости МИ элемента неоднородно: H_y - компонента вдоль длинной стороны элемента, H_x - компонента вдоль короткой стороны элемента (Рисунок 5.10). Сближение магнитного композита с МИ элементом приводит к увеличению компоненты H_y полей рассеяния, которая достигает максимального

значения 4 Э при положении магнитного композита непосредственно над МИ элементом (положение OX = 0 мм). При данном положении поля рассеяния сконцентрированы в центральной области МИ элемента (± 2 мм вдоль оси OY) и имеют противоположное направление по отношению к оси OY. На краях МИ элемента поля рассеяния направлены вдоль оси OY и составляют порядка 1 Э (Рисунок 5.10 (а)).



Рисунок 5.10 – Распределение компоненты магнитных полей рассеяния в плоскости XY при разных положениях композита относительно МИ элемента (OX: 0, 1, 2, 4 мм): (а) компонента H_y вдоль длинной стороны элемента, (б) компонента H_x вдоль короткой стороны элемента.

Компонента H_x полей рассеяния при положении OX = 0 мм равна нулю. При других положениях компонента H_x составляет порядка 1 Э и сконцентрирована в двух симметричных относительно прямой OY = 0 мм областях. Эти области отличаются противоположным направлением компоненты H_x по оси OX (Рисунок 5.10 (б)). При МИ детектировании наличие однородно распределенных полей рассеяния вдоль длинной стороны элемента должно приводить к смещению кривых МИ соотношения на полевой зависимости. Кривые МИ отношения будут смещаться вдоль оси поля на величину полей рассеяния без изменения формы кривой. Подобное поведение прослеживается для положения OX = 4 мм (Рисунок 5.9, "синяя" кривая). Однако в данном эксперименте форма кривой изменяется за счет уменьшения величины и уширения пика МИ соотношения, что может быть обусловлено следующими причинами. Первая причина — это наличие поперечной компоненты H_x , согласно теории [163]. По результатам моделирования при положении OX = 0 мм компонента $H_x = 0$ Э, однако, согласно полевым зависимостям МИ соотношения, при этом положении наблюдается максимальное искажение кривой МИ соотношения, при этом положении наблюдается максимальное искажение кривой МИ соотношения, при этом положении наблюдается максимальное искажение кривой МИ соотношения (Рисунок 5.9). Объяснением
несоответствия может быть, то, что остаточная намагниченность направлена не вдоль оси ОУ, а под некоторым углом. В таком случае, компонента H_x не равна 0 Э при положении OX = 0 мм. Поскольку нет возможности точно определить угол отклонения предположим, что он равняется 15°, чтобы построить модель распределения магнитных полей рассеяния и качественно проанализировать (Рисунок 5.11). Распределение компоненты Н_v полей рассеяния практически такое же, как и в случае без отклонения намагниченности (Рисунок 5.11(а)), но распределение компоненты H_x существенно отличается. При положении OX = 0 мм, компонента H_x составляет 1 Э по всей длине элемента и направлена в противоположном направлении относительно оси ОХ. При остальных положениях композита (ОХ: 1 мм, 2 мм, 4 мм) распределение можно описать двумя областями (как и в случае без отклонения намагниченности). Магнитные поля рассеяния в этих областях ориентированы в противоположных направлениях по оси ОХ, но эти области характеризуются разной площадью и разным значением напряженности полей рассеяния. Исключением является положение OX = 4 мм, где распределение магнитного поля близко к случаю без отклонения (Рисунок 5.11(б)). Несмотря на то, что в теории [163] поперечная компонента H_x может влиять на форму кривой МИ соотношения, в данном случае её модуль по всей длине элемента примерно одинаков ($H_x \approx 1$ Э) при всех положениях композита. В таком случае величина пика МИ соотношения не должна изменяться. Вероятнее всего, уменьшение величины и уширение пика МИ соотношения связаны со следующей причиной.



Рисунок 5.11 – Распределение компоненты магнитных полей рассеяния в плоскости ХҮ при разных положениях композита относительно МИ элемента (ОХ: 0, 1, 2, 4 мм) с учетом отклонения намагниченности композита от оси ОҮ на 15°: (а) компонента H_y вдоль длинной стороны элемента, (б) компонента H_x вдоль короткой стороны элемента.

Вторая причина заключается в неоднородности H_у компоненты полей рассеяния вдоль всей длины элемента. Разобьем МИ элемент на множество небольших частей, которые соединены последовательно. В нашем случае их количество составляло 40 штук с длиной 0,25 мм. Если считать что эти элементы одинаковы по магнитным свойствам, то такая конфигурация эквивалентна целому МИ элементу, исходя из того факта, что при последовательном подключении импеданс цепи равен сумме импеданса каждого элемента. На рисунке 5.12 приведен пример влияния полей рассеяния на магнитный импеданс МИ элемента NP, который был разбит на 40 частей. Из этого разбиения для наглядности пояснения была взята цепь из двух элементов. Если на подобную цепь действуют однородные поля рассеяния H_{str}, то полевая зависимость импеданса каждого элемента разбиения сдвинется на одинаковое значение поля, и форма пика суммарного импеданса значительно не изменится. На рисунке 5.12 этому случаю соответствует кривая "NP/40 0 Э", характеризующая МИ эффект каждого элемента разбиения в поле рассеяния H_{str} = 0 Э, и кривая "Сумма (0+0) Э", описывающая поведение импеданса цепи из двух элементов, каждый из которых находится в поле рассеяния H_{str} = 0 Э. Если же на цепь действуют неоднородные поля рассеяния, то смещение полевой зависимости импеданса каждого элемента различно. Пусть на один из элементов цепи действует поле рассеяния H_{str} = 2 Э (Рисунок 5.12 (а), кривая "NP/40 2 Э"), а другой находится в нулевом поле (Рисунок 5.12 (а), кривая "NP/40 0 Э"). В таком случае форма пика импеданса цепи будет существенно изменена (Рисунок 5.12 (a), кривая " Сумма (0+2) Э ").



Рисунок 5.12 – Полевая зависимость импеданса отдельного элемента (NP/40) и цепи двух элементов (Сумма) из разбиения МИ элемента NP. Значения полей у кривых обозначают поля рассеяния, действующие на отдельный элемент разбиения (а). Распределение H_y компоненты

полей рассеяния вдоль длины МИ элемента. Точки на полевой зависимости определяют среднее значение полей рассеяния, действующих на отдельный элемент разбиения МИ элемента (б).

На основе данных рассуждений с помощью модели распределения магнитных полей рассеяния можно построить модель полевой зависимости МИ соотношения при разных положениях магнитного композита относительно МИ элементов NP и SqP и сравнить с экспериментом. Для этого необходимо сделать следующее. Первое - разделить полевую зависимость импеданса всего МИ элемента в присутствии контроля на количество элементов разбиения (в данном случае 40), чтобы получить полевую зависимость импеданса одного элемента разбиения. Затем, зная распределение H_y компоненты полей рассеяния вдоль всего элемента (Рисунок 5.12 (б)), необходимо каждому элементу разбиения задать поле смещение на полевой зависимости импеданса. Поле смещение можно рассчитать как среднее значение поля рассеяния вдоль элемента разбиения (Рисунок 5.12 (б)). Далее производится суммирование полевых зависимостей импеданса каждого элемента разбиения, чтобы получить полевые зависимости импеданса и МИ соотношения всего МИ элемента.

Проведем подобную процедуру для МИ элементов NP и SqP с учетом разбиения на 40 элементов. На рисунке 5.13 представлены полевые зависимости импеданса и МИ соотношения в присутствии контроля и магнитного композита при положениях 0 мм и 4 мм. Кривая "Э" определяет зависимость, полученную в ходе эксперимента, кривая "М" характеризует модельную зависимость, рассчитанную с помощью разбиения элемента и распределения компоненты H_v.

Экспериментальные и модельные зависимости для элемента NP близки друг к другу, а их форма совпадает. При положении магнитного композита OX = 0 мм, там, где наблюдается наибольшее искажение формы кривой (в поле 6 Э), максимальное отклонение модельной от экспериментальной зависимости импеданса не превышает 5% от значения (Рисунок 5.13(а)). Подобная тенденция наблюдается и при других положениях композита, а также отражается на полевых зависимостях МИ соотношения, которые повторяют форму кривой импеданса (Рисунок 5.13 (б)). Для образца SqP относительное отклонение модельной ОТ экспериментальной зависимости импеданса наблюдается в поле 0 Э (порядка на 12 %) и в поле 5 Э (порядка на 7 %), форма кривых не совпадает. В том и другом случае, отклонение модельной зависимости от экспериментальной зависимости связано со следующими факторами. Во-первых, на распределение полей рассеяния влияет погрешность расстояния по оси OZ, на котором находится магнитный композит от поверхности МИ элемента. Данное расстояние в эксперименте составляет (1,10±0,25) мм, в пределах которого максимальное значение полей рассеяния может варьироваться на ±1 Э согласно результатам моделирования. Во-вторых, отклонения зависят от размера элементов разбиения, вдоль которых производятся усреднения

неоднородных полей рассеяния. При количестве 40 элементов разбиения в данном эксперименте, максимальное изменение поля в пределах одного элемента не превышает 0,5 Э, что соотносится с лабораторным полем. В-третьих, на отклонение может влиять неоднородность магнитных свойств элементов разбиения. При построении модельной полевой зависимости импеданса и МИ соотношения делалось предположение, что магнитные свойства элементов разбиения одинаковы. В случае с элементом NP это условие удовлетворяется в большей степени, чем для элемента SqP, поскольку как было показано в главе 4, геометрия профилированной поверхности сильно влияет на магнитные свойства. Магнитные свойства отдельных элементов разбиения образца SqP связаны с геометрией микроэлементов профилированной поверхности, на формирование которой повлияла маска (Рисунок 2.2(б)), через которую производилось напыление. Элемент NP лишен данного недостатка, а, следовательно, отклонения модельных зависимостей от экспериментальных зависимостей для него должны быть меньше, что и наблюдается на практике.



Рисунок 5.13 – Полевая зависимость импеданса элементов NP и SqP в присутствии контроля ("Контроль") и магнитного композита при положении 0 мм ("Э (0 мм)" - эксперимент, "М (0 мм)" - модельный расчет) (а). Полевая зависимость МИ соотношения для элемента NP в присутствии контроля ("Контроль") и магнитного композита при положении 0 мм и 4 мм ("Э" - эксперимент, "М" - модельный расчет) (б). Частота тока 169 МГц, магнитный композит с концентрацией 30 % частиц типа А.

Таким образом, магнитоимпедансный эффект в наноструктурированных пленочных элементах можно использовать для оценки распределения магнитного поля в пространстве, а с

помощью неоднородных полей рассеяния можно проводить оценку однородности магнитоимпедансных свойств МИ элементов.

5.2.2 Магнитоимпедансное детектирование положения и концентрации магнитных частиц в наполненных композитах

Рассмотрим теперь МИ отклик элементов NP и SqP на разные положения композитов в форме цилиндра с различной концентрацией и типом частиц. МИ отклик рассчитывался по формуле (2.18) и определял изменение МИ соотношения элемента в присутствии магнитного композита относительно элемента в присутствии контроля. На Рисунке 5.14а приведен МИ отклик элементов на композиты с разной концентрацией частиц типа A при частоте тока 169 МГц, которая соответствовала максимальной чувствительности элементов NP и SqP (Рисунок 4.18). Чтобы вывести МИ соотношение элементов в линейную область с максимальной чувствительностью, прикладывалось внешнее магнитное поле смещения. В качестве такого поля, при котором рассчитывался МИ отклик, была выбрана верхняя граница рабочего интервала каждого МИ элемента (NP - 5 Э; SqP - 3 Э) (Рисунок 5.9). Подобный выбор был сделан, чтобы поля рассеяния не выводили МИ элемент из рабочего интервала, поскольку они направлены против поля смещения.

Как и в случае с композитом с 30% содержанием частиц типа А (Рисунок 5.9), для магнитных композитов с различной концентрацией и типом частиц сближение с МИ элементом приводит к смещению кривых МИ соотношения в область больших полей, а также уменьшению и уширению пика. Пик МИ отклика для всех концентраций и типов частиц наблюдается при положении вблизи 0 мм, когда композит находится непосредственно над МИ элементом (Рисунок 5.14). При этом положении, пик имеет ширину порядка 3 мм, что близко к значению высоты цилиндра (4 мм). Таким образом, с помощью МИ отклика можно определить как положение, так и размер детектируемого магнитного объекта.

При детектировании полей рассеяния композита с 30% содержанием частиц типа А в положении OX = 0 мм МИ отклик для элементов составляет порядка: NP - 45%, SqP - 5%. МИ отклик SqP сопоставим с МИ откликом NP на композит с концентрацией 5 %, что говорит о большей максимальной чувствительности непрофилированного элемента NP. Однако, при меньших частотах (64 МГц) и рабочих полях (3 Э) форма МИ отклика элемента NP искажается, что усложняет детектирование, когда как для SqP МИ отклик также имеет максимальное значение при расположении композита непосредственно над МИ элементом (Рисунок 5.14 (б)). Это является преимуществом использования профилированных МИ элементов, поскольку в технических приложениях предпочтения чувствительным материалам, работающим при более

низких частотах тока и рабочих полях. Таким образом, за счет профилирования поверхности МИ элемента можно получить особые магнитные свойства (глава 4) и увеличить эффективную площадь элемента, что актуально в области биодетектирования. При детектировании полей рассеяния объектов не находящихся в прямом контакте с профилированной поверхностью, подобные элементы обладают меньшей максимальной чувствительностью, но при более низких полях и частотах тока могут работать эффективнее (Рисунок 5.14 (б)).

Минимальная детектируемая концентрация частиц типа А в композитах с помощью элемента NP составляет порядка 2%. При этой концентрации МИ отклик не имеет выраженного пика при положении композита OX = 0 мм, где согласно моделированию, поля рассеяния, действующие на МИ элемент наибольшие (Рисунок 5.14 (a)). Вероятно, отсутствие пика связано с погрешностью расстояния по оси OZ между цилиндром и МИ элементом за счет неровностей их поверхностей и наклона системы перемещения магнитного композита. При разных положениях композита вдоль оси ОХ погрешность расстояния по оси ОZ приводит к изменению полей рассеяния. Эти изменения ввиду малости концентрации сопоставимы с изменениями полей рассеяния связанными с перемещением композита вдоль оси ОХ. Тем не менее, величина МИ отклика на концентрацию 2% отлична от МИ отклика на контроль, и составляет порядка 3% (Рисунок 5.14 (a)). Значит чувствительности МИ элемента NP достаточно, чтобы определить данные поля рассеяния. В подтверждение этому стоит отметить, что при положении OX = 0 мм, зависимость МИ отклика от концентрации хорошо поддается линейной аппроксимации, и точка с концентрацией 2% лежит на ней (5.15 (a)). МИ отклик должен иметь линейную зависимость от концентрации, исходя из следующей цепочки рассуждений. МИ соотношение, а значит и МИ отклик в рабочем интервале линейно зависят от магнитных полей, в том числе от полей рассеяния. Поля рассеяния линейно зависят от остаточной намагниченности (задача расчета поля магнитного диполя [90]), которая в свою очередь линейно зависит от концентрации (Рисунок 5.8(б)).

Детектирование полей рассеяния композитов с различной концентрацией и типом магнитных/способных намагничиваться частиц оксидов железа с использованием МИ элемента NP показало следующее. МИ отклик на композиты с различным типом частиц совпадает в рамках одной концентрации. Полученный результат отражает тот факт, что несмотря на заметные отличия средних размеров и параметров дисперсности использованных партий микрои наночастиц, при совпадении основных магнитных характеристик МИ отклики на магнитные композиты совпадают (Рисунок 5.14 (в), Рисунок 5.15(б)). Случайная погрешность для МИ отклика на композит с 30% содержанием частиц типа А оценивалась как произведение СКО на коэффициент Стъюдента (t = 4.3) при доверительной вероятности 0,95 и количестве измерений n = 3 [167] (Рисунок 5.14 (в)). МИ отклик на композиты со всеми типами частиц при положении

114

OX = 0 мм линейно зависит от их концентрации, как и для случая композитов с частицами типа А с большей выборкой концентраций (Рисунок 5.15(а)). Таким образом, зная калибровочную линейную концентрационную зависимость МИ отклика и тип используемых частиц в композите, можно определить неизвестную концентрацию частиц в композите. Данная методика определения концентрации магнитных микро- или наночастиц была запатентована в качестве системы для настройки специализированного датчика слабых магнитных полей, определяющего присутствие и количество магнитного носителя, а значит и лекарственного препарата в зоне локальной терапии.



Рисунок 5.14 – МИ отклик при разных положениях магнитного композита в форме цилиндра: (a) элементы NP в поле 5 Э и SqP в поле 3 Э при частоте тока 169 МГц в присутствии композитов с разной концентрацией частиц типа A; (б) элементы NP и SqP в поле 3 Э при разных частотах

тока в присутствии композита с 30% концентрацией частиц типа А; (в) для элемента NP в поле 5 Э при частоте тока 169 МГц в присутствии композитов с разной концентрацией частиц типа С, FC и А;



Рисунок 5.15 – Зависимость МИ отклика от концентрации частиц в композите при его положении 0 мм относительно МИ элемента: (а) частицы типа A, (б) частицы типа A, C, FC. (в) Зависимость остаточного удельного магнитного момента от МИ отклика, рассчитанная из Рисунок 5.15 (б) и Рисунок 5.8(б).

Исходя из данных, представленных на рисунках 5.15(б) и 5.8 (с)), через концентрацию можно связать значения остаточного магнитного момента с МИ откликом. Таким образом, по величине МИ отклика можно определять остаточный магнитный момент композитов, следовательно, использовать данную методику как способ определения остаточной намагниченности магнитных композитов (Рисунок 5.15 (в)).

5.2.3 Система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии

Изобретение относится к медицине, а именно к системе для настройки магнитного датчика наличия лекарственного средства в зоне терапии и способу контроля наличия лекарственного средства в зоне терапии посредством магнитного датчика [D1]. Система содержит тестовые образцы с магнитным веществом и без магнитного вещества, настраиваемый датчик. Каждый из набора тестовых образцов состоит из средней части с магнитным материалом, заключенной между частями без магнитного материала. При этом магнитный материал в средней части образца представлен в виде наночастиц. Первый образец в наборе имеет наименьшую по размеру оболочку над магнитной частью или не имеет оболочки. Каждый последующий образец отличается от предыдущего и последующего по диаметру сечения на величину ∆L. Части образцов с магнитным материалом выполнены одинакового размера. Датчик выполнен с возможностью настройки посредством установки в устройство. Устройство выполнено в виде столика с местами для установки датчика и тестовых образцов с фиксацией положения непосредственно над измерительным устройством, с возможностью изменения положения тестовых образцов относительно датчика. Способ включает подведение датчика к месту доставки лекарственного средства и проведение измерений в указанной зоне.

Полученные данные сравнивают с калибровочными тестовыми измерениями, предварительно полученными посредством системы для настройки датчика. При этом определяют наличие магнитных наночастиц с лекарственным средством в требуемой зоне, т.е. в данном случае определение концентрации/количества наночастиц эквивалентно определению количества лекарственного препарата в зоне терапии. Если магнитные наночастицы с лекарственным средством в требуемой зоне не выявлены, выполняют процесс математической обработки данных путём вычисления производных от полученных пространственных зависимостей сигнала датчика от его положения в указанной зоне для выявления наличия тенденции к изменению сигнала датчика. Если при проведении указанной процедуры магнитные наночастицы с лекарственным средством в требуемой зоне не выявлены, то делают вывод, что лекарственное вещество не доставлено в требуемую зону в требуемой концентрации. Обеспечивается фиксация в требуемой зоне на глубине от датчика факта доставки лекарственного препарата, как только препарат достигнет требуемой зоны у пациента и превысит "концентрацию чувствительности" поражённого органа к лекарственному воздействию.

ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5

В данной главе были получены магнитные частицы оксида железа с разными параметрами дисперсности методом электрического взрыва проволоки и магнитные композиты на основе эпоксидной смолы с различной концентрацией этих частиц. Исследованы структурные и магнитные свойства частиц и композитов. Проведено МИ детектирование неоднородных полей рассеяния композитов с разной концентрацией и типом частиц с использованием МИ элементов с разным типом профилированной поверхности.

1) Частицы полученные методом электрического взрыва проволоки имеют в своем составе фазу α - Fe, которая присутствует в качестве не окислившихся ядер крупных частиц, при этом поверхность данных частиц имеет фазу Fe₃O₄ или Fe₂O₃. Частицы имеют выраженную сферическую форму и малодефектную кристаллическую структуру.

117

2) Большие партии наночастиц, полученные методом электрического взрыва проволоки, характеризуются достаточно широким распределением по размерам. При оценке среднего размера частиц с широким распределением по размерам разные методики имеют свои особенности, поэтому именно совокупность нескольких структурных и магнитных методик позволяет получить требуемое представление об особенностях партии.

3) Магнитные композиты представляют собой эпоксидную смолу, в которой однородно распределены магнитные частицы. Причем частицы могут находиться в форме одиночных частиц, агрегатов (частицы соприкасаются друг с другом) или групп (частицы находятся близко, но не соприкасаются).

4) Магнитный момент композитов линейно растет в зависимости от концентрации частиц разного типа. Магнитный момент композитов в рамках одной концентраций частиц не зависит от типа частиц, несмотря на их заметные отличия средних размеров и параметров дисперсности.

5) При МИ детектировании полей рассеяния магнитных композитов с использованием МИ элементов, пик импеданса и МИ соотношения на полевых зависимостях смещается в область больших полей, уменьшается и уширяется. Подобное поведение связано с неоднородностью полей рассеяния. С помощью неоднородных полей рассеяния можно проводить оценку неоднородности магнитоимпедансных свойств по длине МИ элемента.

6) Пленочные структуры в качестве магнитных датчиков применимы для детектирования положения и определения магнитных характеристик эпоксидных композитов с массовым содержанием магнитных частиц от 2% и выше. В некоторых условиях динамические характеристики поверхностно профилированных МИ элементов превосходят аналогичные характеристики непрофилированных элементов в условиях детектирования неоднородных полей рассеяния.

7) Предложенная методика определения оценки концентрации частиц в композите, а также его положения по МИ отклику запатентована как система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии.

По результатам представленным в данной главе были опубликованы статьи [A1, A2, A5, A6, A7], тезисы докладов конференций [C1, C3, C5, C6, C7] и получен патент РФ [D1].

118

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения работы было показано:

1. В наноструктурированных пленочных МИ элементах на основе FeNi/Cu типа «симметричный сэндвич» магнитостатическое взаимодействие слоев FeNi приводит к формированию магнитной структуры с замкнутым магнитным потоком и антиферромагнитным упорядочением магнитных моментов в соседних слоях. Верхний слой FeNi оказывается магнитостатически связан с нижележащей многослойной структурой FeNi/Cu типа «искусственный антиферромагнетик», формируются инверсные петли магнитного гистерезиса верхнего слоя FeNi. Энергия магнитостатического взаимодействия вносит важный вклад в общий баланс энергий такого искусственного магнетика и в значительной мере определяет сложный характер перемагничивания МИ пленочного элемента.

2. На основе совместного анализа структуры МИ элементов их статических и магнитодинамических свойств сделан шаг к пониманию особенностей возникновения «закритического» состояния в наноструктурированных пленочных магнетиках. Установлено, что наноструктурирование пермаллоя прослойками меди приводит к разбиению элемента на эффективные слои с разной величиной перпендикулярной анизотропии, которые могут находиться в "закритическом" состоянии, при отсутствии такого перехода во всем МИ элементе.

3. Комбинация метода ионно-плазменного распыления с фотолитографией позволяет получать МИ элементы с хорошей повторяемостью магнитоимпедансных свойств. При уменьшении длины МИ элементов в два раза с 1,0 см до 0,5 см МИ характеристики уменьшаются примерно в два раза: чувствительность МИ для длинных элементов составляет 30, а для коротких 15%/Э; максимальное значение МИ соотношения длинных МИ элементов 105 %, коротких МИ элементов 50%. Предложено обоснование уменьшения величин параметров МИ как следствие влияния анизотропии формы, в частности краевых эффектов. При этом, миниатюризация элементов не препятствует достижению высокого уровня их функциональных характеристик и позволяет рекомендовать их для использования в устройствах спинтроники и биоприложениях.

4. Показана возможность получения ансамблей микроэлементов FeNi различной формы и МИ элементов типа «сэндвич» с профилированием свободной поверхности методом ионноплазменного распыления через маски. Установлено, что поведение в магнитном поле периодической доменной структуры, возникающей на профилированной поверхности ансамбля, определяется особенностям магнитной анизотропии отдельных элементов и особенно магнитостатическим взаимодействием. При сохранении высоких магнитных характеристик профилированные элементы обладают существенно большей площадью эффективной поверхности (от 3 до 13 раз для рассмотренных типов структур), что широко востребовано в биоприложениях.

5. Предложены, получены и исследованы магнитные композиты на основе биосовместимых оксидов железа, синтезированных в виде больших партий с помощью электрического взрыва проволоки. Для исследований специально были подобраны партии с различными параметрами дисперсности, но близкими магнитными характеристиками. Методами просвечивающей электронной и оптической микроскопии доказано, что в магнитных композитах на их основе удается получить достаточно однородные распределения магнитного наполнителя, включающие как одиночные частицы, так и их агрегаты. Путем модельных расчетов и экспериментально доказана возможность детектирования неоднородных магнитных полей рассеяния рассматриваемых магнитных композитов в виде цилиндров с помощью МИ эффекта многослойных пленочных элементов, т.е. измерять

6. Предложена система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии, т.е. в геометрии, востребованной для лечения тромбоза. Экспериментально показано, что в некоторых условиях динамические характеристики поверхностно профилированных МИ элементов превосходят аналогичные характеристики непрофилированных элементов в условиях детектирования неоднородных полей рассеяния.

Рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы

В качестве рекомендаций и перспектив можно предложить следующее:

1. Полученные в данной работе результаты совместных исследований структуры статических магнитных свойств в сочетании с ФМР, СВР и МИ эффекта для одних и тех же элементов – это первый шаг в понимании формирования «закритического состояния» в многослойных пленочных структурах сложного типа, которые могут быть востребованы в устройствах спинтроники и других электронных устройствах. Выяснение общих закономерностей такого перехода – это важная фундаментальная и прикладная задачи.

2. Предложенная методика напыления через маски позволяет успешно получать ансамбли микроэлементов и МИ элементы с профилированной поверхностью. Однако, предсказанные с помощью аналитического решения параметры МИ элементов с определенной профилированной поверхностью значительно отличаются от экспериментальных. В связи с этим представляет интерес создания модели профилированной структуры на основе численного моделирования методом конечных элементов и сравнить данные аналитического расчета и численного моделирования, а также продолжить работу по созданию профилированных МИ элементов с более совершенными параметрами эффективной анизотропии.

3. В настоящей работе для исследований композитов в режиме магнитного детектирования преднамеренно были выбраны ансамбли магнитных наночастиц партии с различными параметрами дисперсности, но близкими магнитными характеристиками, позволяющие создавать композиты на основе очень больших партий, не прошедших режимы сепарирования. Представляется интересным провести биологические тесты с суспензиями на основе тех же самых партий, чтобы оценить границы их применимости для биоприложений. Кроме того, было бы важно определить границы применимости способа определения концентрации магнитных частиц в наполненном композите в зависимости от особенностей параметров дисперсии партии микро- или наночастиц.

4. Система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии, как и способ измерения концентрации магнитных частиц наполненных композитов могут быть предложены для прямой практической разработки.

СПИСОК ОБОЗНАЧЕНИЙ И СОКРАЩЕНИЙ

- ТМП Тонкие магнитные пленки
- ЭМ Электромагнитная
- ФМР Ферромагнитный резонанс
- СВР Спин-волновой резонанс
- ГМР Гигантский магниторезистивный эффект
- ТМР Туннельный магниторезистивный эффект
- µГМР Микроволновый гигантский магниторезистивный эффект
- МИ эффект Магнитоимпедансный эффект
- МИ элемент Магнитоимпедансный элемент
- МИ детектирование Магнитоимпедансное детектирование
- МИ соотношение Магнитоимпедансное соотношение
- ГМР Гигантский магниторезистивный эффект
- ТМР Туннельный магниторезистивный эффект
- РИ рабочий интервал
- Z-Импеданс
- ЭВМ электронная вычислительная машина
- ЭВП электрический взрыв проволоки
- ОЛН ось легкого намагничивания
- ОТН ось трудного намагничивания
- МНК метод наименьших квадратов
- СЭМ сканирующая электронная микроскопия
- БЭТ метод Брунауэра-Эммета-Теллера
- РФА рентгенофазовый анализ
- ВСМ вибрационный магнитометр

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- Суху, Р. Тонкие магнитные пленки [Текст] / Р. Суху; под ред. Р.В. Телеснина. Москва: Мир, 1967. – 422 с.
- Физика, технологии и техника магнитных материалов: учебное пособие [Текст] / В. О. Васьковский, Г. В. Курляндская, Н. В. Мушников, П. А. Савин, Ю. Н. Стародубцев. Екатеринбург: УрГУ, 2010. – 247 с.
- Hubert, A. Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures [Text] / A. Hubert, R. Schafer. Berlin: Springer, 2008. P. 719.
- Herzer, G. Modern soft magnets: Amorphous and nanocrystalline materials [Text] / G. Herzer. // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – P. 718–734.
- Кузьмин, С. Технология наноструктурирования материалов синхротрнонным излучением [Текст] / С. Кузьмин, В. Матвеев // Электроника: Наука, технология, бизнес. – 2015. – №. 4. – С. 38-46.
- Микроволновой гигантский магниторезистивный эффект, ферромагнитный и спин-волновой резонансы в наноструктурах (CoFe)/Cu [Текст] / В.В. Устинов, А.Б. Ринкевич, И.Г. Важенина, М.А. Миляев // Журнал экспериментальной и теоретической физики. 2020. Т. 158. С. 139 151.
- High GMR Effect and Perfect Microstructure in CoFe/Cu Multilayers [Text] / M. A. Milyaev, L. Naumova, V. Proglyado, T. Krinitsina, N. Bannikova, V. Ustinov // IEEE Transactions on Magnetics. 2019. Vol. 55, №. 4. P. 2300904
- Магниторезистивная чувствительность и одноосная анизотропия микрополосок спиновых клапанов с синтетическим антиферромагнетиком [Текст] / Т.А. Чернышова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Н.С. Банникова, И.К. Максимова, И.А. Петров, В.В. Устинов // Физика металлов и металловедение. – 2017. – Т. 118. – С. 439 – 445.
- Microwave giant magnetoresistance effect in metallic nanostructures [Text] / A. B. Rinkevich, M. A. Milyaev, L. N. Romashev, D.V. Perov //Physics of Metals and Metallography. 2018. Vol. 119. P. 1297 1300.
- Спиновые клапаны с управляемым смещением низкополевой петли гистерезиса и высокочувствительные сенсорные элементы на их основе [Текст] / Т. А. Чернышова, М. А. Миляев, Л. И. Наумова, И. К. Максимова, А. Ю. Павлова, Н. С. Банникова, В. В. Проглядо, Е. И. Патраков, В. В. Устинов // Физика металлов и металловедение. – 2018. – Т. 119. – С. 561 – 566.
- Nanostructured Magnetoimpedance Multilayers [Text] / G.V. Kurlyandskaya, A. García-Arribas, E. Fernández, A.V. Svalov // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2012. Vol. 48, №4. P. 1375 1380.

- Domain structure and magnetization process of a giant magnetoimpedance geometry FeNi/Cu/FeNi(Cu)FeNi/Cu/FeNi sensitive element [Text]/ G.V. Kurlyandskaya, L. Elbaile, F. Alves, B. Ahamada, R. Barrue, A.V Svalov, V.O. Vas'kovskiy // J. Phys.: Condens. Matter. – 2004. – Vol. 16. – P. 6561–6568.
- High-frequency giant magneto-impedance in multilayered magnetic films [Text]/ A. Antonov, S. Gadetsky, A. Granovsky, A. D'yatckov, M. Sedova, N. Perov, N. Usov, T. Furmanova, A. Lagar'kov // Physica A. 1997. Vol. 241. P. 414-419.
- Giant magnetoimpedance in amorphous and nanocrystalline multilayers [Text] / A. S. Antonov, S.N.Gadetskii, A.B. Granovsky, A.L. D'yachkov, V.P. Paramonov, N.S. Perov, A.F. Prokoshin, N.A. Usov, A.N. Lagar'kov // The Physics of Metals and Metallography. – 1997. – Vol. 83, №6. – P. 612–618.
- Giant Magneto-Impedance in CO-Rich Amorphous Wires and Films [Text] / L. V. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, N. Noda // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 1995. Vol. 31, No2. P. 1249–1260.
- Курляндская, Г. В. Магниточувствительные преобразователи для неразрушающего контроля, работающие на основе гигантского магнитоимпедансного эффекта [Текст] / Г. В. Курляндская, Д. де Кос, С.О. Волчков // Дефектоскопия. – 2009. – № 6. – С. 13 – 42.
- Гурьевич, А.Г. Магнитный резонанс в ферритах и антиферромагнетиках [Текст] / А.Г.
 Гурьевич. Москва: Наука, 1973. 588 с.
- Аркадьев, В.К. Электромагнитные процессы в металлах. Часть 2 [Текст] / В. К. Аркадьев. Москва-Ленинград, Главная редакция энергетической литературы, 1936. – 303 с.
- Kittel, C. On the Theory of Ferromagnetic Resonance Absorption [Text] / C. Kittel // Physical review. – 1948. – Vol. 73, №2. – P. 155-161.
- Ament, W.S. Electromagnetic Effects of Spin Wave Resonance in Ferromagnetic Metals [Text] / W.
 S. Ament, G. T. Rado// Physical review 1955. Vol. 97, №6. P. 1558–1566.
- Seavey, M.H. Direct Observation of Spin-Wave Resonance [Text] / M.H. Seavey, P.E. Tannenwald // Phys. Rev. Lett. - 1958. - Vol. 1. - P. 168–169.
- Kittel, C. Excitation of Spin Waves in a Ferromagnet by a Uniform rf Field [Text] / C. Kittel // Phys. Rev. – 1958. – Vol. 110. – P. 1295–1297.
- Карпенков, С. Х. Технические средства информационных технологий: учеб. пособие [Текст]
 / С. Х. Карпенков. 4-е изд., испр. и доп. Москва; Берлин: Директ-Медиа, 2021. 376 с.
- 24. Теоретическое исследование умножителя частоты на основе нерегулярного четвертьволнового микрополоскового резонатора с тонкой магнитной пленкой [Текст] / Б.А. Беляев, А.В. Изотов, А.А. Лексиков, П.Н. Соловьев, В.В. Тюрнев // Изв. вузов. Физика. – 2020. – Т. 63, №9. – С. 3 – 14.

- Closed-loop model: An optimization of integrated thin-film magnetic devices [Text] / A. El-Ghazaly, N. Sato, R. M. White, S. X. Wang //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017. Vol.432. P.218 223.
- 26. Nanolaminated FeCoB/FeCo and FeCoB/NiFe soft magnetic thin films with tailored magnetic properties deposited by magnetron sputtering [Text] / R. Hida, C.V. Falub, S. Perraudeau, C. Morin, S. Favier, Y. Mazel, Z. Saghi, Jean-Philippe Michel // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2018. V. 453. P. 211–219
- 27. Integrated on-chip inductors with electroplated magnetic yokes [Text] / N. Wang, E.J. O'Sullivan,
 P. Herget, B. Rajendran, L.E. Krupp // J.Appl.Phys. 2012. Vol.111. P.07E732
- Longitudinal and Transverse Magnetoimpedance in FeNi/Cu/FeNi Multilayers With Longitudinal and Transverse Anisotropy [Text] / D. de Cos, J. M. Barandiarán, A. García-Arribas, V. O. Vas'kovskiy, G. V. Kurlyandskaya // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 2008. – Vol. 44. – P. 3863–3866.
- Важенина, И.Г. Особенности угловых зависимостей параметров спектров ферромагнитного и спин-волнового резонанса магнитных пленок [Текст] / И.Г. Важенина, Р. С. Исхакова, В. Ю. Яковчука // ФММ – 2022. – Т. 123, № 11. – С. 1153–1160.
- Vazquez, M. Hysteretic Behavior and Anisotropy Fields in the Magneto-Impedance Effect [Text] / M. Vazquez, J.P. Sinnecker, G.V. Kurlyandskaya // Mat. Sci. Forum – 1999. – Vol. 302. – P. 209– 218.
- Tumanski, S. Handbook of magnetic measurements [Text] / S. Tumanski. CRC Press, 2011. 719 p.
- Spintronic platforms for biomedical applications [Text] / P. P. Freitas, F. A. Cardoso, V. C. Martins, S. A. M. Martins, J. Loureiro, J. Amaral, R. C. Chaves, S. Cardoso, L. P. Fonseca, A. M. Sebastiao, M. Pannetier-Lecoeure, C. Fermon // Lab Chip. 2012. Vol. 12. P. 546–557.
- Magnetic tunnel junction sensors with pTesla sensitivity [Text] / S. Cardoso, D. C. Leitao, L. Gameiro, F. Cardoso, R. Ferreira, E. Paz, P. P. Freitas // Microsystem Technologies. 2014. Vol. 20. №.4 P. 793 802.
- Low Noise Wideband Thin-Film Magnetometer [Text] / A. N. Babitskii, B. A. Belyaev, N. M. Boev, A.V. Izotov // IEEE SENSORS. 2017. P. 316–318.
- Tannous, C. Giant magneto-impedance and its applications [Text] / C. Tannous, J. Gieraltowski // Journal of material science: materials in electronics. – 2004. – Vol. 15. – P. 125 – 133.
- 36. Magnetoimpedance Biosensors and Real-Time Healthcare Monitors: Progress, Opportunities, and Challenges [Text] / V.O. Jimenez, K.Y. Hwang, D. Nguyen, Y. Rahman, C. Albrecht, B. Senator, O. Thiabgoh, J. Devkota, V. D. A. Bui, D. S. Lam, T. Eggers, M.-H. Phan// Biosensors. – 2022. – Vol. 12, № 7. – P. 517.

- 37. A thin film magnetic field sensor of sub-pT resolution and magnetocardiogram (MCG) measurement at room temperature [Text] / S. Yabukami, K.Kato, Y.Ohtomo, T.Ozawa, K.I.Arai//JMMM. 2009. V. 321. P. 675 678.
- Uchiyama, T. Design and Demonstration of Novel Magnetoencephalogram Detectors [Text] / T. Uchiyama, J. Ma// IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2019. Vol. 55, №7. P. 4400408.
- Бузников, Н.А. Магнитный импеданс периодических частично профилированных многослойных пленочных структур [Текст] / Н.А. Бузников, Г.В. Курляндская // ФММ. – 2021. – Т. 122, №. 8. – С. 809–815.
- Магноника новое направление спинтроники и спин-волновой электроники [Текст] / С.А. Никитов, Д.В. Калябин, И.В. Лисенков, А.Н. Лисенков, А.Н. Славин, Ю.Н. Барабаненков, С.А.Осокин, А.В. Садовников, Е.Н. Бегинин, М.А. Морозова, Ю.П. Шараевский, Ю.А. Филимонов, Ю.В. Хивинцев, С.Л. Высоцкий, В.К. Сахаров, Е.С. Павлов // Успехи физических наук. – 2015. – Т.185, №. 10. – С. 1100–1125.
- Tuning the ferromagnetic resonance frequency of soft magnetic film by patterned permalloy microstripes with stripe-domain [Text] / L. Pan, H. Xie, X. Cheng, C. Zhao, H. Feng, D. Cao, J. Wang, Q. Liu // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2018. – Vol. 457. – P. 46–51.
- Shape critical properties of patterned Permalloy thin films [Text] / R.D. Shull, Yu.P. Kabanov, V.S. Gornakov, P.J. Chen, V.I. Nikitenko// JMMM. 2016. V. 400. P. 191–199.
- 43. Детектирование клеток, содержащих интернализованные мульти-доменные магнитные наночастицы оксида железа(II, III), методом магнитно-резонансной томографии [Teкст] / Н.И. Енукашвили, И.Е. Коткас, Д.С. Боголюбов, А.В. Котова, И.О. Боголюбова, В.В. Багаева, К.А. Левчук, И.И. Масленникова, Д.А. Иволгин, А.Ю. Артамонов, Н.В. Марченко, И.В. Миндукшев // ЖТФ. – 2020. – Т. 90. № 9. – С. 1418.
- 44. Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, characterization and functionalization for biomedical applications in the central nervous system [Text] / S.A.M. Khawja Ansari, E. Ficiara, F.A. Ruffinatti, I. Stura, M. Argenziano, O. Abollino, R. Cavalli, C. Guiot, F. D'Agata // Materials. 2019. Vol. 12. P. 465.
- Blois, M.S. Preparation of Thin Magnetic Films and Their Properties [Text] / M.S. Blois // J. Appl. Phys. - 1955. - Vol. 26. - P. 975.
- Kataoka, N. High frequency permeability of nanocrystalline Fe–Cu–Nb–Si–B single and multilayer films [Text] / N. Kataoka, T. Shima, H. Fujimori // Journal of Applied Physics. – 1991. – Vol. 70, № 10. – P. 6238.

- 47. Vas'kovskij, V.O. Sandwich magnetoresistive films based on 3d-transition metal alloys [Text] / V.O. Vas'kovskij, V.N. Lepalovskij, V.G. Muhchametov // JMMM. 1995. Vol. 148. P. 325–326.
- Beach, R.S. Sensitive field and frequency dependent impedance spectra of amorphous FeCoSiB wire and ribbon [Text] / R. S. Beach, A. E. Berkowitz// J. Appl. Phys. – 1994. – Vol. 76. – P. 6209.
- Giant ac magnetoresistance in the soft ferromagnet Co70.4Fe4.6Si15B10 [Text] / F. L. A. Machado, B. L. da Silva, S. M. Rezende, C. S. Martins // J. Appl. Phys. 1994. Vol. 75. P. 6563.
- Panina, L.V. Magneto-impedance effect in amorphous wires [Text] / L.V. Panina, K. Mohri // Appl. Phys. Lett. - 1994. - Vol. 65. - P. 1189.
- Rao, K.V. Very large magneto-impedance in amorphous soft ferromagnetic wires [Text] / K. V. Rao, F.B. Humphrey, J.L. Costa-Krimer // J. Appt. Phys.– 1994. Vol. 76, №10. P. 6204–6208.
- Study of the effect of the deposition rate and seed layers on structure and magnetic properties of magnetron sputtered FeNi films [Text] / A.V. Svalov, B. Gonzalez Asensio, A.A. Chlenova, P.A. Savin, A. Larranaga c, J.M. Gonzalez, G.V. Kurlyandskaya // Vacuum. – 2015. – Vol. 119. – P. 245–249.
- 53. Magnetic Properties and Giant Magnetoimpedance of FeNi-Based Nanostructured Multilayers With Variable Thickness of the Central Cu Lead [Text] / S. O. Volchkov, E. Fernández, A. García-Arribas, J. M. Barandiaran, V. N. Lepalovskij, G. V. Kurlyandskaya // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 2011. – Vol. 47, № 10. – P. 3328 – 3331.
- 54. FeNi-based magnetic layered nanostructures: Magnetic properties and giant magnetoimpedance [Text] / G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, and J. M. Barandiaran // J. Appl. Phys. – 2010. – Vol. 107. – P. 09C502.
- Thin-film magneto-impedance structures with very large sensitivity [Text] / A.García-Arribas,
 E.Fernández, A.Svalov, G.V. Kurlyandskaya, J.M. Barandiaran // JMMM. 2015. Vol. 400. P. 321–326.
- Tailoring the magnetoimpedance effect of NiFe/Ag multilayer [Text] / M. A. Correa, F. Bohn, C. Chesman, R. B. da Silva, A.D.C. Viegas, R.L. Sommer // J. Phys. D: Appl. Phys. 2010. Vol. 43. P. 295004.
- 57. Structural Peculiarities and Magnetic Properties of FeNi Films and FeNi/Ti-Based Magnetic Nanostructures [Text] / N. Villar Alzola, G. V. Kurlyandskaya, A. Larrañaga, A. V. Svalov // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 2012. – V. 48, №4. – P. 1605–1608.
- 58. GMI in Nanostructured FeNi/Ti Multilayers With Different Thicknesses of the Magnetic Layers [Text] / E. Fernández, A.V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, A. García-Arribas// IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 2013. – Vol. 49, №1. – P. 18 – 21.

- FeNi-based magnetoimpedance multilayers: Tailoring of the softness by magnetic spacers [Text] / A.V. Svalov, E.Fernandez, A.Garcia-Arribas, J.Alonso, M.L. Fdez-Gubieda, G.V. Kurlyandskaya// Applied Physics Letters. – 2012. – Vol. 100. – P. 162410.
- Asymmetric magnetoimpedance effect in ferromagnetic multilayered biphase films [Text] / E.F. Silva, R.B. da Silva, M. Gamino, A.M.H. de Andrade, M. Vazquez, M.A. Correa, F. Bohn //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015. – Vol. 393. – P. 260-264.
- Magnetoimpedance of FeNi-based asymmetric sensitive elements [Text]/ A.A.Chlenova, A.V.Svalov, G.V. Kurlyandskaya, S.O.Volchkov //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2016. – Vol. 415. – P. 87-90.
- Preparation and magnetic properties of composite wire with double magnetic layers [Text] / J. Xiong, H. Tu, X. Li, W. Xie, Z.J. Zhao //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – Vol. 490. – P. 165531.
- High-frequency magnetoimpedance effect in meander-line trilayered films [Text] / A.S. de Melo, F. Bohn, A. Ferreira, F. Vaz, M.A. Correa //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2020. Vol. 515. P. 167166.
- 64. Корчагин, Ю.А. Граничные условия и спектр спин-волнового резонанса в тонких магнитных пленках: Дис. к.ф.-м.н [Текст] / Ю.А. Корчагин. Красноярск, 1973.– 114 с.
- 65. Важенина, И.Г. Спин-волновой резонанс в химически осажденных Fe-Ni пленках: измерения спин-волновой жесткости и константы поверхностной анизотропии [Текст] // И.Г. Важенина, Р.С. Исхаков, Л.А. Чеканова // ФТТ. 2021. Т. 60. С. 287-293.
- 66. Изотов, А.В. Магнитная анизотропия и динамика намагниченности нанокристаллических тонких пленок для СВЧ-приложений: Дис. д.ф.-м.н: 01.03.12 [Текст] / А.В. Изотов. – Красноярск, 2023.– 296 с.
- 67. Спин-волновой резонанс в трехслойных пленках NiFe/Dy_xCo_{1-x}/NiFe как метод регистрации неоднородностей структуры аморфных слоев Dy_xCo_{1-x} [Teкст] / P.C. Исхаков, В.А. Середкин, С.В. Столяр, Л.А. Чеканова, В.Ю. Яковчук // Письма в ЖЭТФ. 2002. Т.76. С. 779–783.
- Спин-волновой резонанс в обменно-связанных трехслойных FeNi/Cu/FeNi планарных структурах / И.Г. Важенина, С.В. Столяр, В.Ю. Яковчук, Р.С. Исхаков [Текст] // ФТТ. 2021. Т. 63, №12. С. 2106 2115.
- Coaxial measurements of microwave permeability of thin supermalloy films under magnetic bias [Text]/ A.O. Shiryaev, S.Y. Bobrovskii, A.B. Granovsky, A.V. Osipov, A.S. Naboko, E. Lahderanta, A.N. Lagarkov, K.N. Rozanov, P.A. Zezyulina // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – Vol. 477. – P. 329-333.
- 70. Magnetic resonances and microwave permeability in thin Fe films on flexible polymer substrates [Text] / A.O. Shiryaev, K.N. Rozanov, S.A. Vyzulin, A.L. Kevraletin, N.E. Syr'ev, E.S. Vyzulin, E.

Lahderanta, S.A. Maklakov, A.B. Granovsky //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2018. – Vol. 461. – P. 76-81.

- Advanced Characterization of FeNi-Based Films for the Development of Magnetic Field Sensors with Tailored Functional Parameters [Text] / S.V. Komogortsev, I.G. Vazhenina, S.A. Kleshnina, R.S. Iskhakov, V.N. Lepalovskij, A.A. Pasynkova, A.V. Svalov // Sensors. – 2022. – Vol. 22. – P.3324.
- Microwave penetration through (Fe_{0.82}Ni_{0.18})/V superlattices [Text] / A.B. Rinkevich, D.V. Perov,
 E.A. Kuznetsov, M.A. Milyaev, L.N. Romashev, V.V. Ustinov // JMMM. 2020. Vol. 493. –
 P.165700.
- Magnetic Properties of Thin Films Fe_xNi_{100 x} (x = 20, 17, 15%): Focus on High Frequency Sensor Applications [Text] / A. A. Chlenova, E. V. Golubeva, Yu. P. Novoselova, R. I. Salikhov, V. N. Lepalovskii, G. V. Kurlyandskaya // Inorganic Materials: Applied Research. 2020. Vol. 11, № 1, c. 226 231.
- 74. Multilayer Magnetoimpedance Sensor for Nondestructive Testing [Text] / J. M. Barandiaran, G. V. Kurlyandskaya, D. de Cos, A. Garcia-Arribas, V. O. Vas'kovskiy // Sensor letters. 2009. Vol. 7. P.374 377.
- Magnetic impedance biosensor: A review [Text] / T. Wang, Y. Zhou, C. Lei, J. Luo, S. Xie, H. Pu // Biosensors and Bioelectronics. – 2017. – Vol. 90. – P. 418–435
- 76. Biological Impact of -Fe₂O₃ Magnetic Nanoparticles Obtained by Laser Target Evaporation: Focus on Magnetic Biosensor Applications [Text] / F.A. Fadeyev, F.A. Blyakhman, A.P. Safronov, G. Yu. Melnikov, A. D. Nikanorova, I. P. Novoselova, G. V. Kurlyandskaya // Biosensors. – 2022. – Vol. 12. – P. 627.
- 77. Falicov, L. M. Surface, interface, and thin-film magnetism [Text] / L. M. Falicov, D. T. Pierce, S. D. Bader // Journal of Materials Research. 1990. Vol. 5, №6. P. 1299 1340.
- Kelly, P.J. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications [Text] / P.J. Kelly, R.D. Arnell// Vacuum. 2000. Vol. 56. P. 159 172.
- 79. Structure and Magnetic Properties of Thin Permalloy Films Near the "Transcritical" State [Text] / A. V. Svalov, I. R. Aseguinolaza, A. Garcia-Arribas, I. Orue, J. M. Barandiaran, J. Alonso, M. L. Fernández-Gubieda, G. V. Kurlyandskaya // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 2010. – Vol. 45. – P. 333–336.
- Тикадзуми, С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения: пер. с японского [Текст] / С. Тикадзуми – М. : Мир, 1987. – 419 с.
- 81. Saito, N. A new type of magnetic domain structure in negative magnetostriction Ni-Fe films [Text]
 / N. Saito, H. Fujiwara, Y. Sugita // Journal of the physical society of Japan. 1964. Vol. 19, № 7.
 P. 1116 1125.

- 82. Sugita, Y. Critical thickness and perpendicular anisotropy of evaporated permalloy films with stripe domains [Text] / Y. Sugita, H. Fujiwara, T. Sato // Applied Physics Letters. 1967. Vol. 10, № 8. P. 229–231.
- 83. Prosen, R.J. Rotatable Anisotropy in Thin Permalloy Films [Text] / R. J. Prosen, J. O. Holmen, B. E. Gran // Applied Physics Letters. 1961. Vol. 32, № 3. P. S91–S92.
- 84. A study on the thickness dependence of static and dynamic magnetic propertie of Ni81Fe19 thin films [Text] / P.R. Kern, O.E. da Silva, J. V. de Siqueira, R. D. Della Pace, J. N. Rigue, M. Carara // JMMM. – 2016. – Vol. 419. – P. 456–463.
- Magnetic force microscopy study of magnetic stripe domains in sputter deposited Permalloy thin films [Text] / N. Amos, R. Fernandez, R. Ikkawi, B. Lee, A. Lavrenov, A. Krichevsky, D. Litvinov, S. Khizroev // J. Appl. Phys. – 2008. – Vol. 103. – P. 07E732.
- 86. Wang, S.X. Magnetic and Microstructural Characterization of FeTaN High Saturation Materials for Recording Heads [Text] / S.X. Wang, J. Hong // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. – 1999. – Vol. 35, № 2. – P. 782–787.
- Dependence of magnetization dynamics on magnetostriction in NiFe alloys [Text] / R. Bonin, M. L. Schneidera, T. J. Silva, J.P. Nibarger// Journal of applied physics. 2005. Vol. 98. P. 123904.
- 88. Свалов, А.В. Влияние размерного и структурного факторов на магнетизм многослойных пленок на основе 3d- и 4f-металлов: Дис. д.ф.-м.н: 01.04.11 [Текст] / А.В. Свалов. – Екатеринбург, 2017.– 299 с.
- FeNi-based Film Nanostructures For High Frequency Applications: Design and Characterization [Text] / G.V. Kurlyandskaya, S.M. Bhagat, A.V. Svalov, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, J.M. Barandiaran // Solid State Phenomena. – 2011. – Vol. 168–169. – P. 257-260.
- 90. Доменная структура и процессы перемагничивания многослойных систем из тонких пленок пермаллоя с немагнитными прослойками [Текст] / Б.А. Беляев, Н.М. Боев, А.В. Изотов, П.Н. Соловьев// Изв. вузов. Физика. – 2021. – Т. 64, №6. – С. 170-176.
- Ripka, P Magnetic Sensors: Principles and Applications [Text] / P. Ripka, K. Zaveta; ed. K. H. J. Buschow. – Amsterdam: Elsevier, 2009. – Vol. 18. – P. 347-391.
- 92. 400-fold reduction in saturation field by interlayering [Text] / W. F. Egelhoff, J. Bonevich, P. Pong, C. R. Beauchamp, G. R. Stafford, J. Unguris, R. D. McMichael // Journal of Applied Physics. 2009. Vol. 105. P. 013921.
- 93. Smith, N Thermal Magnetization Noise in Spin Valves [Text] / N. Smith, P. Arnett // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2002. Vol. 38, № 1. P. 32–37.
- 94. Бабицкий, А.Н. Магнитометр слабых полей на резонаторном микрополосковом преобразователе с тонкими магнитными пленками [Текст] / А.Н. Бабицкий, Б.А. Беляев, Г.В. Скоморохов // Письма в ЖТФ – 2015. – Т. 41, № 7. – С. 36–44.

- 95. Acta Scientific Applied Physics Impedance of Planar Structures with Radial Current Distribution (for Sensing Applications) [Text] / I. Alekhina, N. Buznikov, L. Shendrikova, N. Perov // Acta Scientific Applied Physics. – 2023. – V. 3, № 3. – P.18–21.
- Ландау, Л. Д. Электродинамика сплошных сред [Текст] / Л. Д. Ландау, Е. М. Лифшиц. М. : Наука, 1982. –620 с.
- 97. Harrison, E. P. Electrical properties of wires of high permeability [Text] / E. P. Harrison, G. L. Turney, H. Rowe // Nature. 1935. № 135. P. 961.
- Harrison, E. P. An impedance magnetometer [Text] / E. P. Harrison, H. Rowe // Proc. Phys. Soc. 1938. – V. 50. – P. 176–184.
- Magnetic Field Sensors Based on Amorphous Ribbons [Text] / V. E. Makhotkin, R. P. Shurukhtn,
 V. A. Lopatin, P.Yu. Marchukov, Yu. K. Levin // Sensors and Actuarors A. 1991. Vol. 25-27. –
 P. 159–162.
- 100. Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent [Text] / A. Yelon, D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu // Appl. Phys. Lett. 1996. Vol. 69, №20. P. 3084 3085.
- 101. Giant magnetoimpedance in a cylindrical magnetic conductor [Text] / D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon // J. Appl. Phys. 1998. V. 84. P. 2805.
- 102. Kraus, L GMI modeling and material optimization [Text] / L. Kraus // Sensors and Actuators A 2003. – V. 106. – P. 187–194.
- 103. Landau, L. On the theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic bodies [Text]
 / L. Landau, E. Lifshits// Phys. Zeitsch. der Sow.– 1935. Vol. 8. P. 153 169.
- 104. Бузников, Н.А. Гигантский магнитоимпеданс и высокочастотные нелинейные эффекты в магнитомягких проводниках: Дис. д.ф.-м.н: 01.04.11 [Текст] / Н.А. Бузников. – Москва, 2014.–262 с.
- 105. Antonov, A.S. The high-frequency magneto-impedance of a sandwich with transverse magnetic anisotropy [Text] / A. S. Antonov, I. T. Iakubov// J. Phys. D: Appl. Phys. – 1999. – V. 32. – P. 1204–1208.
- 106. Антонов, А. Эффект магнитоимпеданса в магнитомягких пленках со слоистой структурой / А.С. Антонов, Н.А. Бузников [Текст] // Современная наука: актуальные проблемы теории и практики. Серия: Естественные и Технические Науки. – 2016. – №. 11. – С. 12–18.
- 107. Microwave response of amorphous microwires: magnetoimpedance and ferromagnetic resonance [Text] / M.Dominguez, J.M. Garcia-Beneytez, M.Vazquez, S.E. Lofland, S.M. Bhagat // JMMM. – 2002. – Vol. 249. – P. 117–121.

- 108. Magnetoimpedance, ferromagnetic resonance, and low field microwave absorption in amorphous ferromagnets [Text] / R. Valenzuela, R. Zamorano, G. Alvarez, M.P. Gutierrez, H. Montiel // Journal of Non-Crystalline Solids. – 2007. – Vol. 353. – P. 768 – 772.
- 109. Characterization of magnetic materials by low-field microwave absorption techniques [Text] / R. Valenzuela, G. Alvareza, H. Montiel, M.P. Gutierrez, M.E. Mata-Zamora, F. Barron, A.Y. Sanchez, I. Betancourt, R. Zamorano // JMMM. 2008. Vol. 320. P. 1961–1965.
- 110. Experimental and theoretical correlation between low-field power absorption and magnetoimpedance in amorphous materials [Text] / G. Alvarez, H. Montiel, D. de Cos, R. Zamorano, A. Garcia-Arribas, J.M. Barandiaran, R. Valenzuela // Journal of Non-Crystalline Solids. – 2007. – Vol. 353. – P. 902 – 904.
- 111. Buznikov, N.A. A model for asymmetric magnetoimpedance effect in multilayered bimagnetic films [Text] / N.A. Buznikov, A.S. Antonov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2016. – Vol. 420. – P. 51-55
- 112. Microwave permeability of magnetic films [Text] / A. N. Lagarkov, K.N. Rozanov, N.A. Simonov, S.N. Starostenko //Handbook of Advanced Magnetic Materials. – 2006. – P. 1742-1773.
- 113. Buznikov, N.A. Modeling of magnetoimpedance effect in nanostructured multilayered films [Text]
 / N.A. Buznikov, G.V. Kurlyandskaya// Journal of Physics: Conference Series. 2019. Vol. 1389.
 P. 012132.
- 114. Kittel, C. Theory of the dispersion of magnetic permeability in ferromagnetic materials at microwave frequencies [Text] / C. Kittel // Physical review. – 1946. – Vol. 70, № 5–6. – P. 281– 290.
- 115. Physical models of magnetoimpedance [Text] / P P. Ciureanu, L. G. C. Melo, D. Seddaoui, D. Ménard, A. Yelon// Journal of Applied Physics. 2007. Vol. 102. P. 073908.
- 116. Barandiarán, J. M. Transition from quasistatic to ferromagnetic resonance regime in giant magnetoimpedance [Text] / J. M. Barandiarán, A. García-Arribas, D. de Cos // Journal of Applied Physics. – 2006. – Vol. 99, №3. – P. 103904.
- 117. Functional magnetic ferrogels: From biosensors to regenerative medicine [Text] / G. V. Kurlyandskaya, F. A. Blyakhman, E. B. Makarova, N. A. Buznikov, P. Safronov, F. A. Fadeyev, S. V. Shcherbinin, A. A. Chlenova // AIP Advances. 2020. Vol. 10. P.125128
- 118. Radial dependence of circular magnetic permeability of amorphous magnetic microwires [Text] / I. Alekhina, V. Kolesnikova, A. Komlev, M. Khajrullin, L. Makarova, V. Rodionova, N. Perov // JMMM. – 2021. – Vol.537. – P.168155
- 119. An indirect method of micromagnetic structure estimation in microwires [Text] / I. Alekhina, V. Kolesnikova, V. Rodionov, N. Andreev, L. Panina , V. Rodionova, N. Perov // Nanomaterials. 2021. Vol. 11. №. 2. P. 274.

- 120. Vazquez, M. Giant magneto-impedance in soft magnetic "Wires" [Text] / M. Vazquez // JMMM. 2001. – Vol. 226–230. – P. 693–699.
- 121. Magnetoimpedance effect in the FeNi/Ti-based multilayered structure: A pressure sensor prototype [Text] / A.A. Chlenova, G.Y. Melnikov, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2016. – T. 1767. – №. 1 – P. 0200004.
- 122. Pozar, D.M. Microwave engeenering [Text] / D.M. Pozar 4th ed. John Wiley & Sons, 2012. –
 732 p.
- 123. The Impedance Measurement Handbook: A Guide to Measurement Technology and Techniques [Text]. Agilent Technologies Co. Ltd., 2006.– 126 p.
- 124. Лаптева, К.А. Расчет размагничивающего фактора при продольном намагничивании в магнитопорошковой дефектоскопии [Текст] / К.А.Лаптева, И.И.Толмачёв // Известия Томского политехнического университета. – 2012. – Т. 321, №2. – С. 140–144.
- 125. Chen, D. -X. Demagnetizing factors for rectangular prisms [Text] / D.-X. Chen, E. Pardo, A. Sanche // IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2005. Vol. 41, №. 6. P. 2077–2088.
- 126. Aharoni, A. Demagnetizing factors for rectangular prisms [Text] / A. Aharoni // J. Appl. Phys. –
 1998. Vol. 83, №. 6. P. 3432–3434.
- 127. Influence of geometrical parameters on the giant magnetoimpedance response in amorphous ribbons [Text] / G.V. Kurlyandskaya, J.M. Barandiaran, M. Vazquez, D. Garcia, N.V. Dmitrieva // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2000. – Vol. 215–216. – P. 740–742.
- 128. Vazquez, M. Influence of the sample length and profile of the magnetoimpedance effect in FeCrSiBCuNb ultrasoft magnetic wires [Text] / M. Vázquez, Y.-F. Li, D.-X. Chen // Journal of Applied Physics – 2002. – Vol. 91, № 10. – P. 6539–6544.
- 129. Magnetoimpedance of sandwiched films: experimental results and numerical calculations [Text] / G.V. Kurlyandskaya, J.L. Munoza, J.M. Barandiaran, A. Garcia-Arribas, A.V. Svalov, V.O. Vas'kovskiy // JMMM. – 2002 – Vol. 242-245. – P. 291–293.
- 130. Senda, M. Thin-Film Magnetic Sensor using High Frequency Magneto-Impedance (HFMI) Effect
 [Text] / M. Senda , O. Ishii, Y. Koshimoto, T.Toshima// IEEE Transactions on magnetics. 1994 Vol. 30, №6. P. 4611–4613.
- 131. Comparison of Micro-Fabrication Routes for Magneto-Impedance Elements: Lift-Off and Wet-Etching [Text] / A. García-Arribas, E. Fernández, A. Barrainkua, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, J. M. Barandiaran// IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS. 2012. Vol. 48, № 4. P. 1601–1604.
- 132. FeNi-based flat magnetoimpedance nanostructures with open magnetic flux: New topological approaches [Text] / G.V. Kurlyandskaya, A.A.Chlenova, E.Fernández, K.J.Lodewijk // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015. – Vol. 383. – C. 220–225

- 133. Многоуровневое межслойное взаимодействие в слоистых пленочных структурах / В.О. Васьковский, П.А. Савин, В.Н. Лепаловский, А.А.Рязанцев [Текст] // Физика твердого тела. 1997. Т.39, №. 12. С. 2191–2194.
- 134. Волчков, С.О. Гигантский магнитный импеданс пленочных наноструктур, адаптированных для биодетектирования [Текст] / С.О. Волчков, А.В. Свалов, Г.В. Курляндская // Изв. вузов. – 2009. – Т. 52, №8. – С. 3–9.
- 135. High-yield fabrication of 60 nm Permalloy nanodiscs in well-defined magnetic vortex state for biomedical applications [Text] / M. Goiriena-Goikoetxea, A. García-Arribas, M. Rouco, A.V. Svalov, J.M. Barandiaran // Nanotechnology. – 2016. – Vol. 27. – P. 175302.
- 136. Magnetization reversal in circular vortex dots of small radius [Text] / M. Goiriena-Goikoetxea,
 K.Y. Guslienko, M. Roucod, I. Orue, E. Berganza, M. Jaafar, A. Asenjo, M.L. Fernández-Gubieda,
 L. Fernández Barquín, A. García-Arribas // Nanoscale. 2017. Vol. 9. №. 31. P. 11269-11278
- 137. Tailoring the microwave properties of thin Permalloy films using a periodically grooved substrate
 [Text] / A.V. Izotov, B.A. Belyaev, N.M. Boev, A.V. Burmitskikh, A.A. Leksikov, G.V. Skomorokhov, P.N. Solovev // Physica B: Condensed Matter. 2022. Vol. 629. P. 413654.
- 138. A biosensor based on magnetoresistance technology [Text] / D.R. Baselt, G.U. Lee, M. Natesan, S. W. Metzger, P. E. Sheehan, R.J. Colton // Biosensors & Bioelectronics. 1998. Vol. 13. P. 731–739.
- 139. Iron oxide nanoparticles fabricated by electric explosion of wire: focus on magnetic nanofluids [Text] / I.V. Beketov, A. P. Safronov, A. I. Medvedev, J. Alonso, G. V. Kurlyandskaya, S. M. Bhagat // AIP Advances. – 2012. – Vol. 2. – P. 022154.
- 140. Spherical magnetic nanoparticles fabricated by laser target evaporation [Text] / A. P. Safronov, I. V. Beketov, S. V. Komogortsev, G. V. Kurlyandskaya, A. I. Medvedev, D. V. Leiman, A. Larrañaga, S. M. Bhagat // AIP Advances. 2013. Vol. 3. P. 052135.
- 141. Dielectric and magnetic response of Fe₃O₄/epoxy composites [Text] / L.A. Ramajo, A.A. Cristóbal,
 P.M. Botta, J.M. Porto López, M.M. Reboredo, M.S. Castro // Composites: Part A. 2009. Vol. 40. P. 388–393.
- 142. Polyaniline Stabilized Magnetite Nanoparticle Reinforced Epoxy Nanocomposites [Text] / H. Gu,
 S. Tadakamalla, Y. Huang, H.A. Colorado, Z. Luo, N. Haldolaarachchige, D.P. Young, S. Wei, Z. Guo // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2012. Vol. 4. P. 5613–5624.
- 143. Ternary Self-Assembly of Ordered Metal OxideGraphene Nanocomposites for Electrochemical Energy Storage [Text] / D. Wang, R. Kou, D. Choi, Z. Yang, Z. Nie, J. Li, L. V. Saraf, D. Hu, J. Zhang, G. L. Graff, J. Liu, M. A. Pope, I. A. Aksay // ACS Nano. – 2010. – Vol. 4, №3. – P. 1587–1595.

- 144. Kotov, Yu. A. Electric explosion of wires as a method for preparation of nanopowders [Text] / Yu.A. Kotov // Journal of Nanoparticle Research. 2003. Vol. 5. C. 539–550.
- 145. Жданов, Г. С. Основы рентгеновского структурного анализа: учебное пособие [Текст] / Г. С. Жданов. – Гостехиздат. – 1940.
- 146. Колмогоров А. Н. О логарифмически нормальном законе распределения размеров частиц при дроблении [Текст] //ДАН СССР. 1941. Т. 31. №. 2. С. 99-101.
- 147. Weber, R.T. ELEXSYS E 580 Pulse EPR Spectrometer User's Manual [Text] / R.T. Weber. Bruker BioSpin Corporation. – 2001.
- 148. Патент РФ № RU2747100C1. Сканирующий спектрометр ферромагнитного резонанса: заявл. 07.07.2020, опубл. 26.04.2021, Бюл. №12. [Текст] / Б.А. Беляев, А.А. Горчаковский, Н.М. Боев, А.В. Изотов, Д.А. Шабанов..
- 149. Измерительные головки сканирующего спектрометра ферромагнитного резонанса [Текст] / Б.А. Беляев, Н.М. Боев, А.А. Горчаковский, Р.Г. Галеев // Приборы и техника эксперимента. 2021. № 2. С. 107–114.
- 150. Maksimov, I.S. Broadband stripline ferromagnetic resonance spectroscopy of ferromagnetic films, multilayers and nanostructures [Text] / I.S. Maksimov, M.Kostylev // Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures. – 2015. – Vol. 69. – P. 253-293
- 151. Naderi M. Surface area: brunauer-emmett-teller (BET) [Text] / M. Naderi //Progress in filtration and separation. Academic Press, 2015. P. 585-608.
- 152. Ozdemir, O. The effect of oxidation on the Verwey transition in magnetite [Text] / O. Ozdemir,
 D.J. Dunlop, B.M. Moskowitz // Geophysical research letters. –1993. Vol. 20. №.16. P. 1671-1674.
- 153. Jayasekara, W. P. High frequency initial permeability of NiFe and FeAlN [Text] / W. P. Jayasekara,
 J. A. Bain, M. H. Kryder // IEEE transactions on magnetics. 1998. Vol. 34. №. 4. Р. 1438-1440.
- 154. Van de Riet, E. Ferromagnetic resonance and eddy currents in high-permeable thin films [Text] / E.
 Van de Riet, F. Roozeboom //Journal of applied physics. 1997. Vol. 81. №. 1. P. 350-354.
- 155. Strain dependence of hysteretic Giant Magnetoimpedance effect in Co-based amorphous ribbon [Text] / M. Nowicki, P. Gazda, R. Szewczyk, A. Marusenkov, A. Nosenko, V. Kyrylchuk //Materials. – 2019. – Vol. 12. – №. 13. – P. 2110.
- 156. Nakai, T. Study of hysteresis for steplike giant magnetoimpedance sensor based on magnetic energy [Text] / T. Nakai, K. Ishiyama, J. Yamasaki //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. - 2008. - Vol. 320. - №. 20. - P. e958-e962.
- 157. Методы исследования текстур в материалах [Текст] / М. Л. Лобанов, А.С. Юровских, Н.И. Кардонина, Г.М. Русаков // Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. –115 с.

- 158. Thickness and grain-size dependence of the coercivity in permalloy thin films [Text] / M. A. Akhter, D. J. Mapps, Y. Q. Ma Tan, A. Petford-Long, R. Doole, //Journal of applied physics. 1997. Vol. 81. №. 8. P. 4122-4124.
- 159. Structural peculiarities and magnetic properties of FeNi films and FeNi/Ti-based magnetic nanostructures [Text] / N. V. Alzola, G. V. Kurlyandskaya, A. Larrañaga, A. V. Svalov //IEEE transactions on magnetics. – 2012. – Vol. 48. – №. 4. – P. 1605-1608.
- 160. Аплеснин, С. С. Орбитальное упорядочение в магнетике выше температуры Вервея, индуцируемое давлением [Текст] / С. С. Аплеснин, Г. И. Баринов //Физика твердого тела. – 2007. – Т. 49. – №. 10. – С. 1858-1861.
- 161. Spherical magnetic nanoparticles fabricated by electric explosion of wire [Text] / G. V. Kurlyandskaya, S. M. Bhagat, A. P. Safronov, I. V. Beketov, A. Larrañaga //AIP Advances. 2011. Vol. 1. №. 4.
- 162. Laser target evaporation Fe₂O₃ Nanoparticles for water-based ferrofluids for biomedical applications [Text] / I.P. Novoselova, I.V. Beketov, O. Samatov, Z. Nemati // IEEE Transactions on Magnetics. 2014. Vol. 50. №. 11. P. 1-4.
- 163. Mechanical, electrical and magnetic properties of ferrogels with embedded iron oxide nanoparticles obtained by laser target evaporation: Focus on multifunctional biosensor applications [Text] / F.A. Blyakhman, N.A. Buznikov, T.F. Sklyar, A.P. Safronov, E.V. Golubeva, A.V. Svalov, S.Yu. Sokolov, G.Yu. Melnikov, Inaki Orue, G.V. Kurlyandskaya //Sensors. 2018. Vol. 18. №. 3. P. 872.
- 164. Detecting the total stray fields of ferrogel nanoparticles using a prototype magnetoimpedance sensor: Modeling and experiment [Text] / Chlenova, A. A., Buznikov, N. A., Safronov, A. P., Golubeva, E. V., Lepalovskii, V. N., Melnikov, G. Y., & Kurlyandskaya, G. V. //Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2019. – Vol. 83. – P. 906-908.
- 165. Arbatti, M. Ceramic–polymer composites with high dielectric constant [Text] / M. Arbatti, X. Shan, Z.Y. Cheng //Advanced Materials. 2007. Vol. 19. №. 10. P. 1369-1372.
- 166. Minkowski-like fractal resonator-based dielectric sensor for estimating the complex permittivity of binary mixtures of ethanol, methanol and water [Text] / M. S. Gulsu, F. Bagci, S. Can, A.E. Yilmaz, B. Akaoglu //Sensors and Actuators A: Physical. – 2021. – Vol. 330. – P. 112841.
- 167. Barabesi, L. A note on the exact computation of the Student t Snedecor F and sample correlation coefficient distribution functions [Text] / L. Barabesi, L. Greco //Journal of the Royal Statistical Society Series D: The Statistician. 2002. Vol. 51. №. 1. P. 105 110.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в рецензируемых изданиях, включённых в перечень ВАК РФ и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus

A1. Magnetoimpedance Thin Film Sensor for Detecting of Stray Fields of Magnetic Particles in Blood Vessel [Text] / G. Yu. Melnikov, V. N. Lepalovskij, A.P. Safronov, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya// Sensors. – 2021. – Vol. 21, №11. – 3621.

A2. Melnikov, G.Y. GMI-Detection of a magnetic composite imitating a blood vessel clot [Text] / G.Y. Melnikov, V.N. Lepalovsky, G.V. Kurlyandskaya // Russian Physics Journal. – 2022. – Vol. 64. №10. – P. 1880-1885;

A3. Properties of the arrays of periodic microelements on the basis of permalloy films [Text] / A. V. Svalov, N.A. Buznikov, G.Yu. Mel'nikov, S.M. Bagat, A. Larranaga, G.V. Kurlyandskaya // Physics of Metals and Metallography. – 2022. – Vol. 123. №7. – P. 633-639.

А4. Планарные ансамбли многослойных пленочных микроэлементов на основе компонент Cu/FeNi [Текст] / Г.Ю. Мельников, В.Н. Лепаловский, А.В. Свалов, Р. Lazpita, Н.А. Бузников, Г.В. Курляндская // Физика твердого тела. – 2022. – Т. 64, №9. – С. 1248-1254;

A5. Epoxy composites with iron oxide microparticles: model materials for magnetic detection [Text] / G.Y. Mel'nikov, L.M. Ranero, A. P. Safronov, A. Larranaga, A.V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // Physics of Metals and Metallography. – 2022. – Vol. 123, №11. – P. 1075-1083.

A6. Melnikov, G.Y. Magnetic impedance of film nanostructures for stray magnetic field evaluation of microparticles in magnetic composites [Text] / G.Y. Melnikov, V.N. Lepalovskij, G.V. Kurlyandskaya // Technical Physics. – 2023. – Vol. 68. № Suppl 3. – P. S568-S573;

А7. Магнитные композиты на основе эпоксидной смолы с магнитными микро- и наночастицами оксида железа: фокус на магнитное детектирование [Текст] / Г.Ю. Мельников,
В.Н. Лепаловский, А.П. Сафронов, И.В. Бекетов, А.В. Багазеев, Д.С. Незнахин, Г.В. Курляндская // Физика твердого тела. – 2023. – Т. 65, №7. – С. 1100-1108;

A8. Magnetic Properties of FeNi/Cu-Based Lithographic Rectangular Multilayered Elements for Magnetoimpedance Applications [Text] / G. Yu Melnikov, I.G Vazhenina, R.S Iskhakov, N.M Boev, S. V Komogortsev, A. V Svalov, G.V. Kurlyandskaya // Sensors. – 2023. – Vol. 23., №13. – 6165.

Другие публикации в рецензируемых журналах

B1. Demagnetization processes in multilayered permalloy-based film structures [Text] / A. A. Chlenova, D. S. Neznakhin, G. Yu. Melnikov, V. N. Lepalovskij, V. O. Vas'kovskiy, G. V. Kurlyandskaya // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – Vol. 11, I. 4. – P. 838-843.

B2. Magnetoimpedance effect in the FeNi/Ti-based multilayered structure: A pressure sensor prototype [Text] / A. A. Chlenova, G. Yu. Melnikov, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // AIP: Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1767. – P. 020004.

B3. Detecting the total stray fields of ferrogel nanoparticles using a prototype magnetoimpedance sensor: modeling and experiment [Text] / A. A. Chlenova, N. A. Buznikov, A. P. Safronov, E. V. Golubeva, V. N. Lepalovskii, G. Yu Melnikov, G. V. Kurlyandskaya // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2019. – Vol.83, No. 7. – P. 906-908.

B4. Methodological aspects of small iron concentrations determination in black yeasts grown in the presence of iron oxide nanoparticles [Text] / G.Y. Melnikov, T.P. Denisova, A.P. Safronov, O.M. Samatov, R. T. Khandukhanov, N. A. Kulesh, G. V. Kurlyandskaya //EPJ Web of Conferences. – EDP Sciences, 2018. – Vol. 185. – P. 10007.

B5. Selected features of morpho-functional reactions of eukaryotic microorganisms grown in the presence of maghemite iron oxide nanoparticles obtained by laser target evaporation [Text] / E.V. Simonova, T.P. Denisova, R.T. Khandukhanov, G. Y. Melnikov, A. I. Medvedev, I. V. Beketov, R. Andrade //EPJ Web of Conferences. – EDP Sciences, 2018. – Vol. 185. – P. 10004.

B6. Mechanical, electrical and magnetic properties of ferrogels with embedded iron oxide nanoparticles obtained by laser target evaporation: Focus on multifunctional biosensor applications [Text] / F. A. Blyakhman, N.A. Buznikov, T.F. Sklyar, A.P. Safronov, E. V. Golubeva, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya // Sensors. – 2018. – Vol. 18. – №. 3. – P. 872.

B7. The contribution of magnetic nanoparticles to ferrogel biophysical properties [Text] / F.A. Blyakhman, E.B. Makarova, F. A. Fadeyev, D.V. Lugovets, A. P. Safronov, P. A. Shabadrov, G. V. Kurlyandskaya // Nanomaterials. – 2019. – Vol. 9. – №. 2. – P. 232.

B8. Design magnetic matrices for cell technology supporting devices [Text] / S. O. Volchkov, G.
Y. Melnikov, F. A. Blyakhman, G. V. Kurlyandskaya //Journal of Physics: Conference Series. – IOP
Publishing, 2019. – Vol. 1389. – №. 1. – P. 012072.

B9. Effects of constant magnetic field to the proliferation rate of human fibroblasts grown onto different substrates: Tissue culture polystyrene, polyacrylamide hydrogel and ferrogels γ -Fe2O3 magnetic nanoparticles [Text] / F. A. Blyakhman, G. Y. Melnikov, E. B. Makarova, F.A. Fadeyev, D.V. Sedneva-Lugovets, P.A. Shabadrov, G.V. Kurlyandskaya // Nanomaterials. – 2020. – Vol. 10. – No. 9. – P. 1697.

B10. Angular dependence of the ferromagnetic resonance parameters of $[Ti/FeNi]_6/Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti]_6$ nanostructured multilayered elements in the wide frequency range [Text] / S. V. Shcherbinin, A. V. Svalov, G. Y. Melnikov, G.V. Kurlyandskaya, //Nanomaterials. – 2020. – Vol. 10. – No. 3. – P. 433.

B11. Mechanical force acting on ferrogel in a non-uniform magnetic field: Measurements and modeling [Text] / F. A. Blyakhman, A.P. Safronov, A.Y. Zubarev, G.Y. Melnikov, S.Y. Sokolov, A. Larrañaga Varga, G. V. Kurlyandskaya //Micromachines. – 2022. – Vol. 13. – №. 8. – P. 1165.

Тезисы докладов конференций

С1. К возможности детектирования тромба в сосуде с помощью магнитоимпедансного пленочного сенсора: модельный эксперимент [Текст] / Г.Ю. Мельников, В.Н. Лепаловский, А.П. Сафронов, А.В. Свалов, Г.В Курляндская // XXIV Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» HMMM XXIV : тез. докл. междунар. конф. – М., 2021. – С. 404-408.

C2. Fabrication and characterization of FeNi-based thin film periodic microstructures for high frequency applications [Text] / A.V. Svalov, N.A. Buznikov, G.Yu. Melnikov, S.M. Bhagat, G.V. Kurlyandskaya // International conference "Functional Materials" (ICFM-2021): Abstracts. – Crimea, Vernadsky Crimean Federal University, 2021. – P. 177-178.

С3. Мельников, Г. Ю. Многослойные пленочные структуры для высокочувствительных магнитных биосенсоров на основе магнитоимпедансного эффекта [Текст]/ Г.Ю. Мельников, В.Н. Лепаловский, Г.В. Курляндская // Тезисы докладов, XXI Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества, СПФКС-21 Екатеринбург: Институт Физики Металлов, Уральское Отделение Академии Наук, 2021. – С. 252.

С4. Периодические пленочные наноструктуры на основе компонент Cu/FeNi [Текст] / Г.Ю. Мельников, А.В. Свалов, В.Н. Лепаловский, А. Larrañaga, Н.А. Бузников, Р. Lazpita, Г.В. Курляндская // XXVI Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника»: Тезисы докладов. – Нижний Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2022. – Т.1. – С. 285-286.

С5. Мельников, Г.Ю. Магнитные свойства эпоксидных композитов на основе микрочастиц оксида железа [Текст] / Г.Ю. Мельников, Г.В. Курляндская, А.П. Сафронов // ХХХІІ Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии»: Тезисы докладов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2022. – С. 107.

C6. GMI detection of epoxy composites with various concentrations of iron oxide microparticles [Text] / G.Yu. Melnikov, L. Media Ranero, A.P. Safronov, A. Larrañaga, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya // VIII Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanomagnetism (EASTMAG-2022): Abstracts. – Kazan, Zavoisky Physical-Technical Institute, 2022. – V.2. – P. 368-369.

С7. Магнитные композиты на основе эпоксидной смолы с магнитными микро- и наночастицами оксида железа: фокус на магнитное детектирование [Текст] / Г. Ю. Мельников,

В. Н. Лепаловский, А. П. Сафронов, И.В. Бекетов, А.В. Багазеев, Д. С. Незнахин, Г. В. Курляндская // XXVII Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника»: Тезисы докладов. – Нижний Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2023. – Т.1. – С. 244-245.

C8. Comparative study of FeNi/Cu-based magnetoimpedance layered elements with different geometry of the upper multilayer [Text] / G.Yu. Melnikov, A.V. Svalov, N.A. Buznikov, V.N. Lepalovskij, G.V. Kurlyandskaya // Samarkand International Symposium on Magnetism (SISM-2023): Abstracts. – Samarkand, Samarkand State University named after Sharof Rashidov, 2023. – P. 106.

Охранные документы на интеллектуальную собственность

D1. Патент РФ № RU2801443C1. Система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии: заявл. 19.07.2022, опубл. 08.08.2023 Бюл. № 22 [Текст] / Г.В. Курляндская, В.Н. Лепаловский, Г.Ю. Мельников, А.П. Сафронов, А.В. Свалов, А.Н. Сорокин.

D2. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2023669583 от
18.09.2023 Бюл. № 9. Сул-Смит перпендикулярная геометрия: заявл. 14.09.2023, опубл.
18.09.2023 [Текст] / Г.Ю. Мельников, Г.В. Курляндская, И.Г. Важенина, С.В. Комогорцев.

БЛАГОДАРНОСТИ

Выражаю уважение и благодарность своему научному руководителю, доктору физикоматематических наук, профессору-исследователю КММН ИЕНиМ УрФУ Галине Владимировне Курляндской за всестороннюю поддержку на протяжении всего моего обучения и работы в УрФУ, а также за развитие профессиональных и личностных качеств.

Благодарю коллективы Отдела магнетизма твердых тел НИИ ФПМ и Кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов ИЕНиМ УрФУ за возможность работать в дружном сообществе профессионалов в области магнетизма и магнитных наноматериалов. Особую благодарность хочу выразить заведующему кафедрой Васьковскому Владимиру Олеговичу.

Я крайне признателен Владимиру Николаевичу Лепаловскому и Андрею Владимировичу Свалову за получение всех наноструктурированных пленочных элементов, исследуемых в работе. Особую благодарность выражаю Егору Владимировичу Кудюкову и Дмитрию Сергеевичу Незнахину за проведение магнитных измерений, Александру Петровичу Сафронову и Игорю Валентиновичу Бекетову за получение магнитных частиц и композитов на их основе. Благодарю членов моей научной группы Анну Александровну Пасынкову и Екатерину Андреевну Бурбан, а также Михаила Евгеньевича Москалева за полезные замечания к работе. Отдельную благодарность выражаю Никите Александровичу Бузникову и Николаю Георгиевичу Бебенину за консультации по вопросам теории.

Я глубоко признателен сотрудникам Института физики им. Л.В. Киренского СО РАН Рауфу Садыковичу Исхакову, Сергею Викторовичу Комогорцеву, Ирине Георгиевне Важениной за радушный прием, проведение высокочастотных измерений и возможность обучаться теории и практики ФМР и СВР в одной из ведущих групп в этих областях. Также, хочу выразить благодарность Борису Афанасьевичу Беляеву за проведение высокочастотных измерений.

Отдельную благодарность хочу выразить всей своей семье, а также близким друзьям, оказавшим моральную поддержку