

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



Мельников Григорий Юрьевич

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

1.3.12 – Физика магнитных явлений

Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата

физико-математических наук

Екатеринбург – 2024

Работа выполнена на кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Научный руководитель:

доктор физико-математических наук **Курляндская Галина Владимировна**

Официальные оппоненты:

Гареева Зухра Владимировна - доктор физико-математических наук, доцент, Институт физики молекул и кристаллов – обособленное структурное подразделение Федерального государственного бюджетного научного учреждения Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук (ИФМК УФИЦ РАН), ведущий научный сотрудник лаборатории теоретической физики;

Миляев Михаил Анатольевич - доктор физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (г. Екатеринбург), заведующий лабораторией квантовой наноспинтроники;

Перов Николай Сергеевич - доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», заведующий кафедрой магнетизма.

Защита состоится «20» июня 2024 г. в 13:30 ч на заседании диссертационного совета УрФУ 1.3.04.16 по адресу: 620000, г. Екатеринбург, ул. Ленина, д. 51, зал диссертационных советов, комн. 248

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=5925>

Автореферат разослан « » мая 2024 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
Доктор физико-математических наук, доцент



Овчинников А.С.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

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 устройства высокочастотной электроники [1,2]. Расширение круга решаемых задач приводит к возникновению новых направлений исследований в области улучшений свойств пленочных материалов. Шагом к такому развитию стала технология наноструктурирования, которая 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. Применительно к многослойным пленочным структурам наноструктурирование подразумевает разделение магнитных слоев прослойками из материала, отличающегося теми или иными характеристиками [3,4]. Отдельный интерес представляют структуры на основе сплава $Fe_{20}Ni_{80}$ с магнитомягкими свойствами, обусловленными низкой магнитокристаллической анизотропией и нулевой магнитострикцией. За счет высокой магнитной проницаемости в наноструктурированных пленочных элементах на основе пермаллоя наблюдаются ярко выраженные магнитодинамические эффекты: магнитный импеданс (МИ) [5], ферромагнитный резонанс (ФМР) [6] и спин-волновой резонанс (СВР) [7]. Благодаря этим эффектам многослойные пленочные структуры нашли широкое применение в чувствительных элементах детекторов слабых магнитных полей, микроволновых устройствах и системах связи.

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. 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 датчиках магнитных полей. В пленочных элементах, где наноструктурирование 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. 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 лежит в основе развивающихся направлений спинтроники – магноники – стрейнтроники.

Детектирование магнитных полей рассеяния магнитных микро- и наночастиц и композитов на их основе - важная задача. Одно из развивающихся направлений в области практических приложений магнитных наноматериалов является магнитное детектирование. Данный процесс может осуществляться как с использованием магнитных 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 биодетектирования при адресной доставке лекарств, а так же в области аттестации магнитных материалов с содержанием магнитных частиц.

Степень разработанности темы исследования

Магнитные пленки пермаллоя $Fe_{20}Ni_{80}$ толщиной порядка 100 нм исследуются с 1955 года [1]. Они обладают высокой магнитной проницаемостью, низкой коэрцитивной силой и магнитной анизотропией в плоскости. 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 [4,8].

Впервые МИ эффект был обнаружен в 1935 году Харрисоном П.Е. и соавторами для образцов в виде проволоки мю-металла, полученной волочением. Авторы смогли добиться 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 повторяемость свойств МИ материалов стала стабильнее, что привело к “буму” в области изучения магнитоимпедансного эффекта [9, 10]. Первые данные по МИ эффекту в определенных многослойных пленочных структурах, которые в современной литературе называют МИ элементами, были представлены в работах [4,10]. 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 X - 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. 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 [11] 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 [12]. Данные по многослойным пленочным структурам присутствуют в ограниченном числе литературы [13,14], 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 и магнитоэнцефалографии, для оценки физических параметров образцов в виде жидкостей и газов, а также в системах неразрушающего контроля. Концепция детектирования с использованием магнитных маркеров подразумевает определение количества, либо присутствия магнитных частиц в исследуемом объекте. 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.

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 сильный диэлектрический сигнал воды в первом 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

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

Задачи исследования:

1) 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 AJA ATC 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.

Технологические параметры ионно-плазменного распыления были подобраны таким образом, чтобы магнитные слои Fe₂₀Ni₈₀ обладали низкой дисперсией осей легкого намагничивания, низкой коэрцитивностью и высокой динамической магнитной проницаемостью. Напыления производились во внешнем магнитном поле, превышающем поле технического насыщения пленочной 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.

Многослойные пленочные элементы получали как методом ионно-плазменного распыления на стеклянные подложки при напылении через металлические маски, так и 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 мм, или 10 мм. Кроме того, для понимания степени повторяемости результатов 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, на первом этапе исследований были 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 микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии. Удельная поверхность частиц исследовалась методом БЭТ (метод Брунауэра-Эммита-Теллера). 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), а также магнитооптического Kerr-микроскопа (Evico magnetics GmbH). Магнитоимпедансный эффект измерялся на анализаторе импеданса Agilent HP E 4991 A 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.

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 магнитоэлектронным 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.

3) 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.

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.

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 данных

Наноструктурированные пленочные элементы, являющиеся предметом исследования, были получены при помощи 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. 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 «Нанозифика и наноэлектроника» (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 РФФ № 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; РФФ № 23-29-00025 Гадолиний-содержащие магнитные наночастицы, полученные электрофизическими методами: от магнитокалорика 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 магнитопольевых 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», «ПРТС48С4И5.3-23/21».

Публикации

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. Перечень основных публикаций приведён в конце автореферата.

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 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 диссертации

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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертации, показана степень её разработанности, поставлены цель исследования и задачи, необходимые для её достижения, представлена научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, положения, выносимые на защиту, показана степень достоверности и апробации результатов, связь с научными проектами и темами, указан личный вклад автора диссертации, её объём и структура.

В первой главе приведен литературный обзор по теме диссертации. Описаны магнитные пленки и технология наноструктурирования, с помощью которой получают многослойные пленочные структуры. Приведено описание магнитоимпедансного эффекта (МИ эффект), ферромагнитного резонанса (ФМР) и спин-волнового резонанса (СВР) в многослойных пленочных элементах. Были рассмотрены работы посвященные исследованию МИ эффекта и его чувствительности к магнитным полям в магнитоимпедансных элементах с различной структурой слоев. Магнитоимпедансный элемент (МИ элемент) представляет собой многослойную пленку в форме полоски со структурой типа “сэндвич” - F1/X/F2, где F1 и F2 - чередующиеся слои ферромагнитного материала, разделенного прослойками, а X - центральный толстый слой проводящего материала. Были приведены работы по магнитным свойствам ансамблей периодических микроэлементов, а также МИ эффекту в профилированных элементах. Приведены концепции по маркерному и безмаркерному магнитоимпедансному детектированию.

Во второй главе описаны методы получения и характеристики образцов многослойных пленочных структур, магнитных частиц оксида железа и магнитных эпоксидных композитов на их основе. В работе исследовались пленочные структуры на основе пермаллоя полученные методом магнетронного распыления с прикладыванием магнитного поля 250 Э для создания наведенной магнитной анизотропии в плоскости.

Структурные особенности и состав материалов исследовались такими апробированными методами, как профилометрия (Veeco Dektak-150), рентгенофазовый анализ (X'PERT PRO), сканирующая электронная микроскопия с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией (Carl Zeiss NTC Merlin, JEOL JEM2100), оптическая микроскопия, низкотемпературная абсорбция азота. Статические магнитные свойства

исследовались с помощью вибрационной магнитометрии (7407 VSM, 7404 VSM), магнитооптической Керр-микроскопии (Evico magnetic), ZFC-FC кривые (MPMS).

Измерения спектров ФМР и СВР проводились с помощью стандартной методики гомодинного детектирования в прямоугольном резонаторе при частоте либо $f = 9.48$ ГГц, либо $f = 9.95$ ГГц (Elexsys E580, Bruker). Дополнительно использовался сканирующий спектрометр ферромагнитного резонанса с микрополосковым резонатором при частоте 1.3 ГГц. Спектры ферромагнитного (ФМР) и спин-волнового (СВР) резонансов измерялись в конфигурациях: “in-of-plane” – направление внешнего магнитного поля изменяется в плоскости элемента и “out-of-plane” – направление внешнего магнитного поля изменяется в плоскости образованной нормалью к поверхности элемента и осью легкого намагничивания (ОЛН). Метод определения магнитных характеристик с помощью ФМР основывается на аппроксимации угловой зависимости резонансного магнитного поля уравнениями Сула-Смита (1) и минимума плотности свободной энергии (2). Варьируемые магнитные характеристики входят в уравнение свободной энергии (3).

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M_s^2 \cdot \sin^2(\theta)} \cdot \left(\frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} \cdot \frac{\partial^2 E}{\partial \varphi^2} - \left(\frac{\partial^2 E}{\partial \varphi \partial \theta} \right)^2 \right) \quad (1)$$

$$\frac{\partial E}{\partial \varphi} = \frac{\partial E}{\partial \theta} = 0 \quad (2)$$

$$E = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} + \frac{N_z}{2} \cdot (\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2 - K_n \cdot \frac{(\mathbf{M} \cdot \mathbf{n})^2}{M^2} - K_u \cdot \sin^2(\theta) \cdot \cos^2(\varphi - \varphi_0) + \quad (3)$$

$$+ \frac{M^2}{2} (N_x \cdot \cos^2(\varphi) + N_y \cdot \sin^2(\varphi)) \cdot \sin^2(\theta)$$

где γ – гиромагнитное соотношение, ω – резонансная частота, φ , θ – азимутальный и полярный угол равновесного положения намагниченности, φ_0 – угол отклонения оси наведенной магнитной анизотропии от короткой стороны элемента, \mathbf{H} – вектор внешнего магнитного поля, \mathbf{M} – вектор намагниченности, \mathbf{n} – нормаль к плоскости элемента, N_x , N_y , N_z – размагничивающие факторы (x , y - в плоскости и z - перпендикулярно плоскости элемента), K_u – константа наведенной магнитной анизотропии в плоскости, K_n – константа перпендикулярной магнитной анизотропии.

Магнитоимпедансный эффект измерялся на анализаторе импеданса Agilent HP E 4991 A в микрополосковой линии (Рисунок 1а) в конфигурации продольного МИ эффекта, когда внешнее магнитное поле прикладывалось вдоль длинной стороны элемента параллельно высокочастотному току. Величина МИ эффекта выражалась через магнитоимпедансное соотношение (МИ соотношение): $\Delta Z/Z = 100\% \times |Z(H) - Z(H_{\max})|/Z(H_{\max})$, где $H_{\max} = 100$ Э. Чувствительность $S = |\Delta Z/Z(H_1) - \Delta Z/Z(H_2)|/|H_1 - H_2|$ определяет изменение МИ соотношения на единицу прилагаемого внешнего магнитного поля.

Магнитоимпедансное детектирование (МИ детектирование) магнитных полей рассеяния эпоксидных композитов с содержанием магнитных частиц проводилось в экспериментах, имитирующих определение концентрации тромболитиков в кровеносном сосуде при лечении тромбоза. Образец, имитирующий тромб, в который были доставлены магнитные частицы с тромболитиками, представлял собой трубку с эпоксидной смолой с магнитным композитом, который имел форму цилиндра с

диаметром 5 мм и высотой 4 мм (Рисунок 1б). Магнитный композит располагался на расстоянии порядка $(1,10 \pm 0,25)$ мм над поверхностью элемента и мог передвигаться вдоль его короткой стороны. При этом варьировалось положение центра магнитного цилиндра относительно пленочного элемента по оси OX, шаг составлял ± 1 мм. Импеданс МИ элементов измерялся при разных положениях центра магнитной вставки относительно пленочного элемента. Магнитоимпедансный отклик на различные положения магнитной вставки определялся по формуле $\Delta(\Delta Z/Z) = \Delta Z/Z_{\text{control}} - \Delta Z/Z_{\text{position}}$, где $\Delta Z/Z_{\text{control}}$ - МИ соотношение пленочного элемента в присутствии цилиндра из эпоксидной смолы без магнитных частиц, $\Delta Z/Z_{\text{position}}$ - МИ соотношение пленочного элемента при определенном положении магнитного композита. Распределение магнитных полей рассеяния, которые создавала магнитный композит 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)

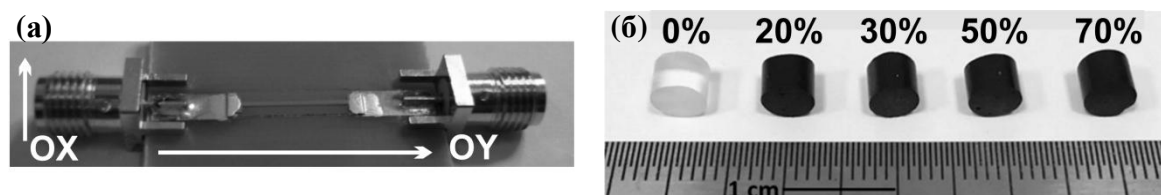


Рисунок. 1 – Фотографии: (а) МИ элемент в микрополосковой линии, (б) магнитные эпоксикомпозиты в виде цилиндра с разной концентрацией частиц.

В третьей главе исследовались многослойные пленочные элементы $[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(150 \text{ нм})/\text{FeNi}(10 \text{ нм})/\text{Cu}(150 \text{ нм})/\text{FeNi}(10 \text{ нм})/\text{Cu}(150 \text{ нм})/[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$ в форме коротких s ($0.5 \text{ мм} \times 5.0 \text{ мм}$) и длинных l ($0.5 \text{ мм} \times 10.0 \text{ мм}$) полосок. Форма образцов достигалась с последующим использованием фотолитографии и травления. Были получены две серии I и II, в каждой из которых было 6 коротких s и 6 длинных l образцов, например, II-2s - короткий образец из серии II с порядковым номером 2. Увеличение толщины магнитной части структуры обеспечивается 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. В данной главе представлены результаты исследования влияния наноструктурирования пермаллоя, а также уменьшения длины пленочных элементов на статические и магнитодинамические свойства.

В параграфе 3.1 исследовались статические магнитные свойства с помощью Керр-микроскопии и вибрационной магнитометрии. Уменьшение длины элементов с 10,0 мм до 5,0 мм незначительно отражается на изменениях статических магнитных свойствах. С помощью вибрационной магнитометрии было установлено, что ось легкого намагничивания (ОЛН) направлена вдоль длинной стороны образцов, несмотря на прикладываемое поле во время напыления вдоль короткой стороны для создания наведенной магнитной анизотропии. Коэрцитивная сила составила 1 Э, а поле магнитной анизотропии 7 Э. Однако данные, полученные с Керр-микроскопии, указывали на то, что процесс перемагничивания вдоль длинной стороны происходит за счет вращения намагниченности, а вдоль короткой стороны за счет смещения доменных границ. Результаты указывают на то, что на магнитные свойства сильно

вливают магнитостатическое взаимодействие между слоями FeNi, а также форма элементов.

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 поля насыщения и формированию ОТН в этом направлении (Рисунок 2а).

Во-вторых, при отсутствии поля, согласно ВСМ магнитный момент МИ элемента равен нулю (Рисунок 2а), однако по результатам Керр микроскопии, отдельные слои намагничены до насыщения (Рисунок 2 б, в; черная кривая при $H = 0$ Э). Таким образом, магнитный поток стремится замкнуться, что приводит к антиферромагнитному упорядочению магнитных моментов в соседних слоях. Это свидетельствует о том, что в формировании эффективной поперечной магнитной анизотропии (вдоль короткой стороны), играет роль не только наведенная магнитная анизотропия, но и магнитостатическое взаимодействие между слоями.

В-третьих, магнитостатическое взаимодействие между соседними слоями проявляется в следующем. Рассмотрим процесс перемагничивания верхнего слоя от 100 Э до -100 Э вдоль короткой стороны (Рисунок 2б, черная кривая, вниз). Можно заметить, что петля магнитного гистерезиса имеет прямоугольную форму, но не соответствует классическому процессу перемагничивания: он начинается, когда внешнее магнитное поле все еще направлено вдоль текущего направления намагниченности. Подобное поведение связано с действием магнитного поля смещения на исследуемый слой FeNi со стороны соседнего слоя FeNi. Поле 10 Э, при котором слой FeNi находится в размагниченном состоянии, является значением поля смещения, а не коэрцитивной силой. При измерении со стороны нижнего слоя FeNi, ситуация аналогичная, однако, сначала во внешнем поле перемагничивается соседний слой (Рисунок 2в, черная кривая, вниз), который создает поле смещение, удерживающее намагниченность исследуемого слоя.

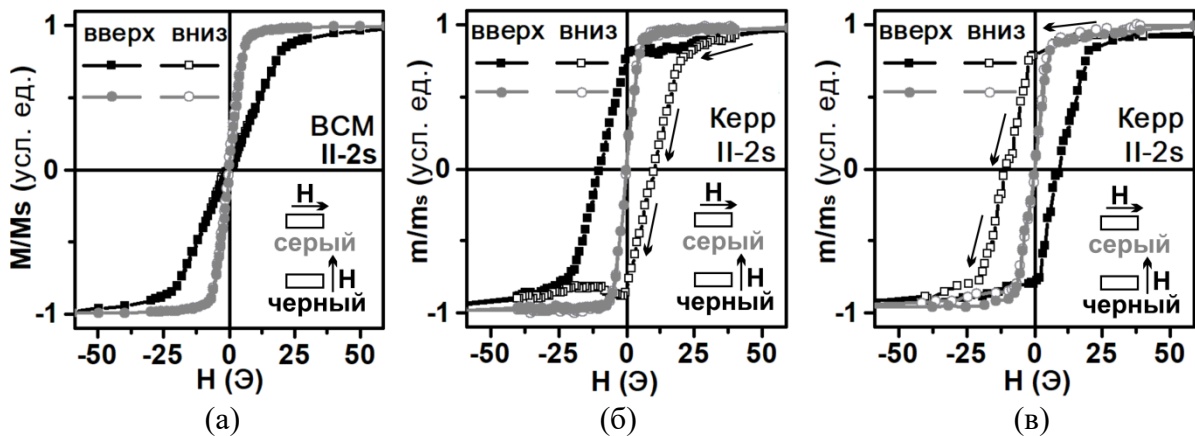


Рисунок. 2 – Петли магнитного гистерезиса, измеренные вдоль длинной (серая кривая) и короткой (черная кривая) сторон: (а) вибрационная магнитометрия; Керр-микроскопия, для верхнего слоя FeNi, граничащего с воздухом (б), для нижнего слоя FeNi граничащего со стеклянной подложкой (в). Стрелки указывают направление процесса перемагничивания от 100 Э до -100 Э.

В параграфе 3.2 приведена оценка глубины скин-слоя, с которой идет сигнал при исследовании динамических свойств. Было определено, что для частот при исследовании ФМР и СВР глубина порядка 220 нм, для МИ эффекта от 300 нм до 600 нм (при частотах от 400 МГц до 100 МГц).

В данной работе на основе уравнений (1) - (3) была создана программа в пакете MatLab, позволяющая определять поле перпендикулярной анизотропии ($H_n = 2K_n/M_s$) в случае “out-of-plane” конфигурации (параграф 3.5), и поле наведенной магнитной анизотропии ($H_a = 2K_u/M_s$) в случае “in-of-plane”.

В параграфе 3.3 исследовался ФМР МИ элементов в конфигурации “in-of-plane”. На рисунке 3а приведена экспериментальная (кривая “ $H_{эк}$ ”) и теоретическая зависимости резонансного поля от угла φ для длинных элементов I-11 и II-31 при частоте возбуждающего поля 1.3 ГГц в конфигурации “in-of-plane”. Магнитные характеристики с использованием, которых была проведена аппроксимация уравнениями (1) - (3): для I-11: $N_x = 0.022$, $M_{eff} = 780$ Гс, $H_a = 10$ Э; для II-21: $N_x = 0.022$, $M_{eff} = 740$ Гс, $H_a = 7$ Э, где N_x - размагничивающий фактор вдоль короткой стороны, M_{eff} - эффективная намагниченность насыщения, H_a - поле наведенной магнитной анизотропии в плоскости. В данном примере, известными параметрами считались направление и величина наведенной магнитной анизотропии. 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 анизотропии формы над наведенной магнитной анизотропией в состоянии магнитного насыщения. Эффективная намагниченность M_{eff} находится в соответствии с известным значением намагниченности насыщения $M_s = 820$ Гс для данного состава пермаллоя, что подтверждает высокую магнитную проницаемость пермаллоя при условии наноструктурирования. Короткие элементы II-2s исследовались при частоте 9.48 ГГц возбуждающего поля. Угловая зависимость имеет сложную форму, которая выражается в локальном минимуме и наблюдается при углах ($\varphi = 180^\circ \pm 30^\circ$) (Рисунок 3в). 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 3а). Наличие локальных минимумов может быть обусловлено анизотропией формы образцов, а именно краевыми эффектами, которые более существенны для коротких образцов.

В параграфе 3.6 исследовался магнитоимпедансный эффект коротких и длинных элементов (Рисунок 3в). Максимальное МИ соотношение ($\Delta Z/Z_{max}$) при разных частотах для длинных l элементов 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 длинных l элементов наблюдается в поле порядка 6 Э, однако для 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 (а,б)).

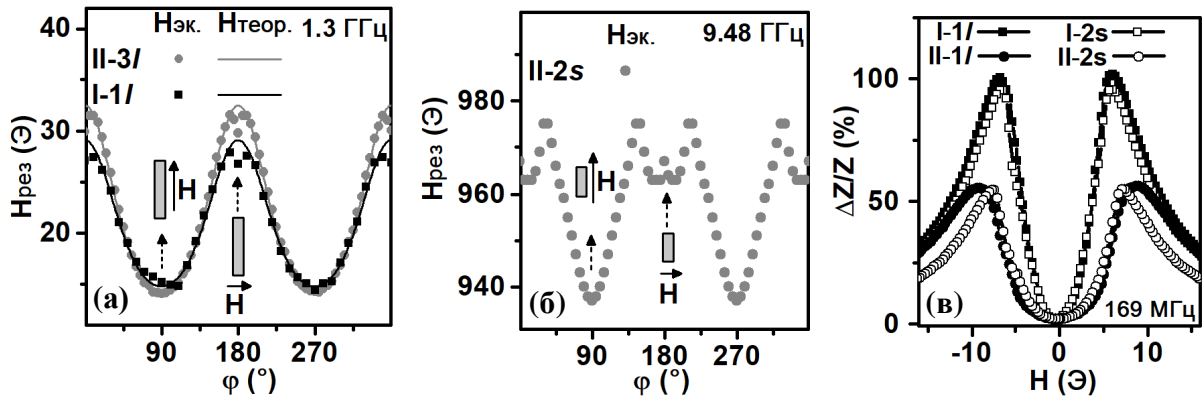


Рисунок 3 – Зависимость резонансного поля от угла в конфигурации “in-of-plane” для образцов: (а) II-3l и I-1l, частота 1.3 ГГц, (б) II-2s, частота 9.48. $H_{эк.}$ - экспериментальные значения, $H_{теор.}$ - теоретическая подгонка, соответствующие параметры в Таблице 1. (в) Полевая зависимость МИ соотношения при частоте 169 МГц для коротких s и длинных l МИ элементов.

В параграфе 3.4 исследовался спектр ФМР и СВР в конфигурации “out-of-plane” измерялся для коротких элементов II-2s на частоте 9.48 ГГц. ФМР проявляется в диапазоне углов внешнего магнитного поля от 115° до 45° , причем спектр может быть разложен на четыре функции Лоренца. Каждая из этих функций соответствует однородной прецессии намагниченности в эффективном слое, который включает в себя от одного до нескольких слоев пермаллоя и описывается своим резонансным полем (Рисунок 4а). Наличие четырех эффективных слоев также подтверждалось спектром СВР в диапазоне углов внешнего магнитного поля от 45° до 0° (Рисунок 4б). Аппроксимация зависимости резонансного поля от угла позволила определить поле перпендикулярной магнитной анизотропии H_n для каждого эффективного слоя. В однослойной пленке пермаллоя толщиной 100 нм величина поля перпендикулярной анизотропии $H_n \approx 130$ Э ниже, чем полученные значения H_n (Таблица 1). Увеличение поля перпендикулярной анизотропии в наноструктурированных элементах связано с частичным прорастванием столбчатых структур через прослойки. Таким образом, наноструктурировании пермаллоя приводит к тому, что часть слоев может находиться в “закритическом” состоянии при отсутствии перехода в такое состояние во всей многослойной структуре.

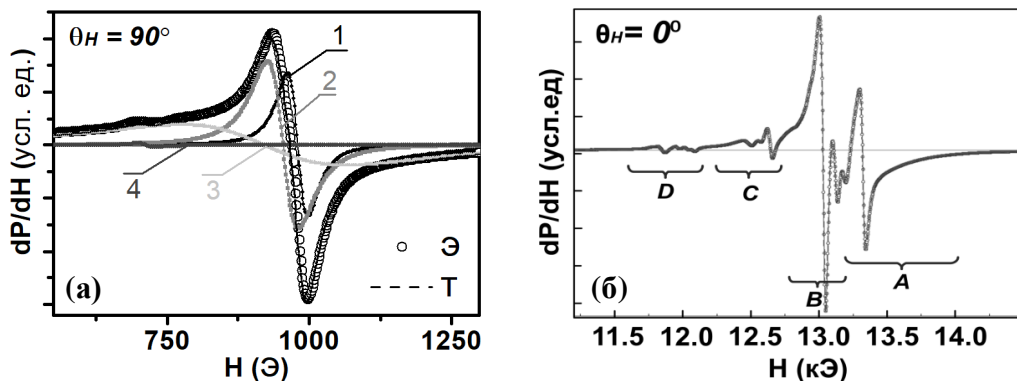


Рисунок 4 – Спектры резонансного поглощения для коротких образцов II-2s: (а) ФМР, (б) СВР. Э - эксперимент, Т - теоретическая аппроксимация. Кривые, обозначенные разными цифрами (1-4) и буквами (А, В, С, D), соответствуют разным эффективным слоям при ФМР и СВР соответственно.

Таблица 1 – Поле перпендикулярной магнитной анизотропии для каждого эффективного слоя

Номер эффективного слоя	1	2	3	4
$H_n, \text{Э}$	270±150	600±400	995±245	4750±250

В четвертой главе исследовались ансамбли однослойных и многослойных пленочных микроэлементов, которые были осаждены на стеклянные подложки через специальные маски. Образцы PF представляли собой ансамбли однослойных пленочных квадратных микроэлементов с толщиной FeNi 100 нм и разным размером: (PF1 - 50 мкм, PF2 - 70 мкм, PF3 - 300 мкм). Образцы MPF - ансамбли многослойных пленочных квадратных микроэлементов $[\text{Cu}(6 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$ с размером 70 мкм. В качестве контрольных образцов использовались сплошные пленки: F - FeNi (100 нм), MF - $[\text{Cu}(6 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$. Также исследовались профилированные пленочные элементы, полученные на основе структуры $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$. Нижние слои $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5$ и толстый слой меди Cu для образцов были осаждены сплошными слоями, 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, SqP (square patterned) - верхние слои имели вид чередующихся квадратных микроэлементов. В качестве контрольного образца NP (non-patterned) был взят МИ элемент $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$. Профилирование поверхности МИ элементов с использованием ансамблей повторяющихся микроэлементов в теории может увеличить МИ эффект [11]. Более того, профилирование поверхности пленочных элементов может увеличить их эффективную площадь более чем в 10 раз, что важно в области маркерного биодетектирования.

В параграфе 4.1 была определена оптимальная толщина пермаллоя 100 нм для использования в режиме динамического перемагничивания. Было показано, что при увеличении толщины FeNi ухудшение магнетодинамических свойств происходит раньше, чем FeNi переходит в “закритическое” состояние. Оптимальная толщина FeNi для МИ элементов составляет 100 нм.

В параграфе 4.2 исследовались ансамбли однослойных пленочных квадратных микроэлементов FeNi с разным размером: (PF1 - 50 мкм, PF2 - 70 мкм, PF3 - 300 мкм) и сплошная однослойная пленка F в качестве контроля. Использование масок позволило получить ансамбли разделенных пленочных микроэлементов. Ансамбли PF1 и PF2 и сплошная пленка F характеризуются наличием оси легкого намагничивания (ОЛН) вдоль которой перемагничивание происходит за счет смещения доменных границ (Рисунок 5б). Образец PF3 с наибольшим размером 300 мкм квадратных элементов характеризуется отсутствием наведенной магнитной анизотропии (ОЛН). Спектры ФМР для образцов PF1, PF2, PF3 и F совпадают, из чего следует, что размер микроэлементов не влияет на динамические магнитные свойства (резонансное поле и коэффициент поглощения - ширина пика на полу высоте).

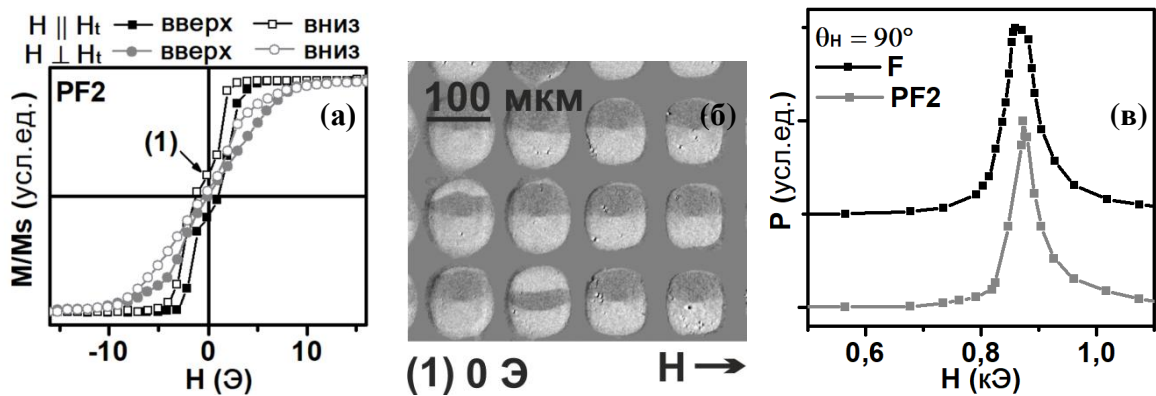


Рисунок 5 – (а) Петли магнитного гистерезиса, измеренные с помощью Керр-микроскопа для образцов PF2 при направлении внешнего поля H параллельно и перпендикулярно направлению технологического поля H_t . (б) Фотография магнитных доменов ансамбля PF2. (в) Особенности ФМР, на частоте $f = 9.95$ ГГц для пленочных образцов F и PF2 при ориентации внешнего поля в плоскости пленки.

В параграфе 4.3 исследовались ансамбли многослойных пленочных микроэлементов. Для их получения был выбран ансамбль однослойных микроэлементов PF2, поскольку он обладал наименьшей коэрцитивной силой и полем магнитной анизотропии, что необходимо для высокого магнитоимпедансного эффекта в профилированных МИ элементах. Размер отдельных элементов составляет 60-70 мкм. Периодическая структура делилась на два типа: ансамбль пространственно разделенных микроэлементов (MPFB) и ансамбль микроэлементов сливающихся друг с другом (MPFA). В том и другом случае, периодическая структура микроэлементов задает контролируруемую внешним магнитным полем упорядоченную доменную магнитную структуру (Рисунок 6в). Несмотря на то, что обе области характеризуются ОЛН параллельной направлению технологического поля H_t , 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 6 а,б).

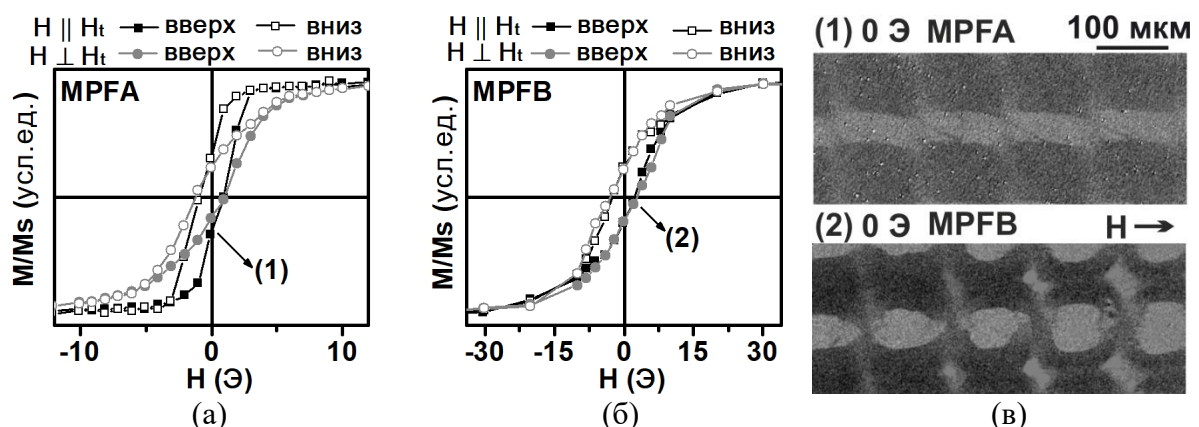


Рисунок 6 – Петли магнитного гистерезиса для многослойной периодической структуры (MPF) с областей: (а) MPFA и (б) MPFB. Фотографии магнитных доменов с этих областей (в). Цифрами указаны изображения магнитных доменов соответствующие точкам на петлях гистерезиса. H указывает направление поля на фотографиях магнитных доменов.

В параграфе 4.4 исследовались пленочные элементы $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5$: непрофилированные NP и с профилированной поверхностью в виде полосок StP и квадратиков SqP (Рисунок 7а). Формирование профилированной поверхности МИ элементов было установлено с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, а также по фотографиям магнитных доменов (Рисунок 7б). При изменении поля сначала перемагничиваются микроэлементы, а затем области, являющиеся промежутками между ними. Согласно Керр-микроскопии все МИ элементы имеют наведенную магнитную анизотропию вдоль короткой стороны, что совпадает с направлением технологического поля. Наибольшее значение максимального МИ соотношения наблюдается при частоте тока 169 МГц и составляет для NP - $\Delta Z/Z_{\text{max}} = 160 \%$, для StP и SqP - $\Delta Z/Z_{\text{max}} = 60 \%$, что порядка в три раза меньше, чем для NP. Частотные зависимости МИ соотношения для элементов с разным паттерном (StP и SqP) профилированной поверхности практически не отличаются (Рисунок 7в). Максимальная чувствительность к внешнему магнитному полю S наблюдалась при частоте тока 169 МГц и составляла для профилированных МИ элементов StP - $10 \%/Э$, SqP - $17 \%/Э$ в рабочем интервале от 1 Э до 3 Э, для непрофилированных NP - $42 \%/Э$ в рабочем интервале от 3 Э до 5 Э (Рисунок 7г).

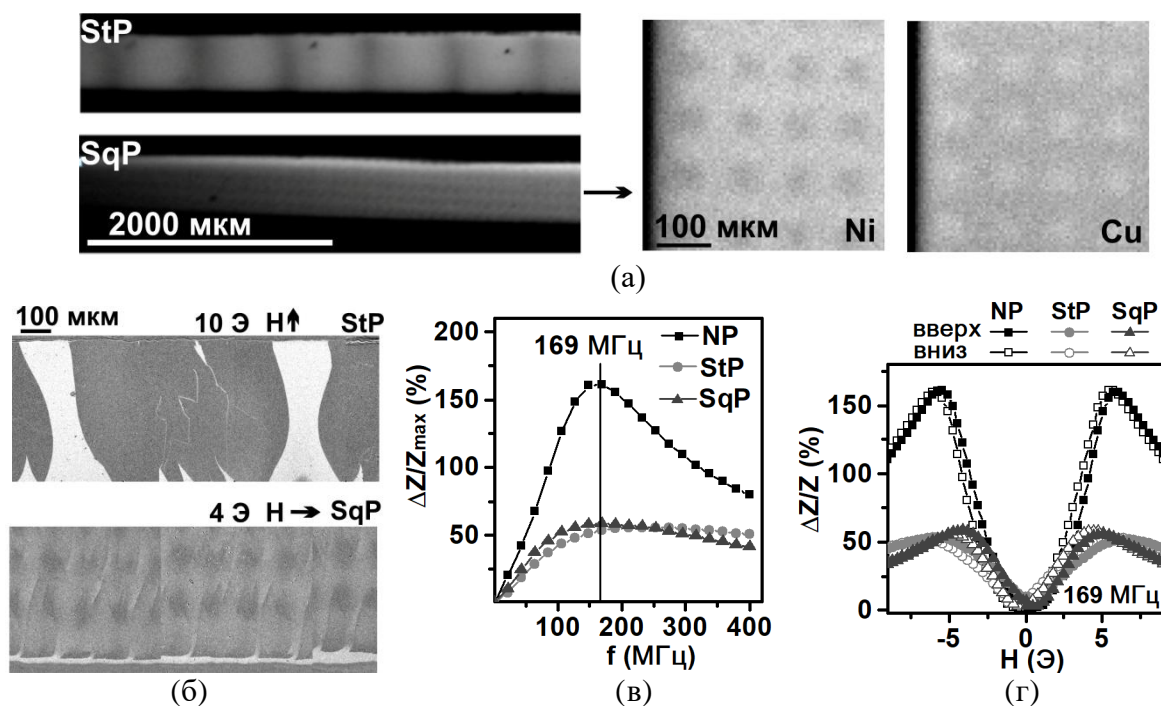


Рисунок 7 – (а) Фотографии с оптического и сканирующего электронного микроскопа в режиме энергодисперсионной спектроскопии: темные области соответствуют наблюдаемому хим. элементу. (б) Фотографии магнитных доменов МИ элементов StP и SqP. (в) Частотная зависимость максимального МИ соотношения $\Delta Z/Z_{\text{max}}$, (г) Полевая зависимость МИ соотношения $\Delta Z/Z$ при возрастании от -100 Э до 100 Э (вверх) и убывании от 100 Э до -100 Э (вниз) магнитного поля, частота тока 169 МГц.

В пятой главе проводилось магнитоимпедансное детектирование полей рассеяния эпоксидных композитов на основе магнитных микро- и нано- частиц оксида железа.

В параграфе 5.1 измерялись свойства магнитных частиц оксида железа и магнитных композитов на их основе. Было использовано три типа частиц А, С, FC. А – 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) (Рисунок 8а). На основе этих трех партий МЧ (А, С и FC) были синтезированы магнитные композиты (Рисунок 8б). Они представляли собой эпоксидную смолу с различным массовым содержанием частиц: 0, 2, 5, 10, 30, 50, 70 %. Несмотря на значительные отличия среднего размера и дисперсии разных типов частиц, магнитные характеристики эпоксикомпозитов имели близкие значения и линейную зависимость от концентрации частиц.

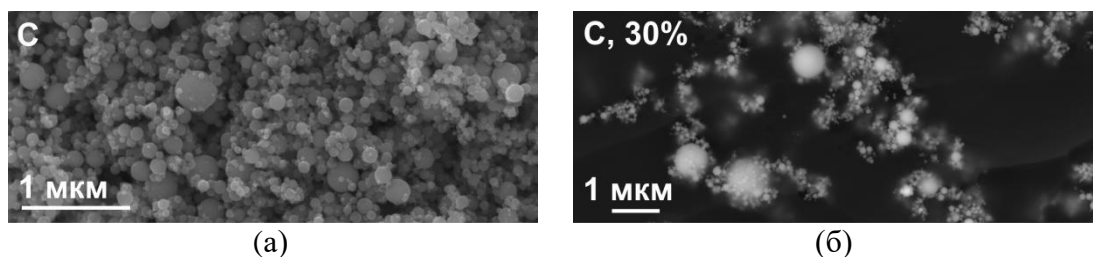


Рисунок 8 – Фотографии электронного сканирующего микроскопа: (а) частицы типа С, (б) эпоксикомпозиты с весовым содержанием 30% частиц типа С.

В параграфе 5.2.1 исследовалось поведение магнитоимпедансных характеристик МИ элементов с разной профилированной поверхностью под действием неоднородных полей рассеяния. МИ соотношение измерялось при разных положениях магнитного композита в форме цилиндра относительно центра МИ элементов NP и SqP. На графиках номера кривых соответствуют смещению композита вдоль короткой стороны МИ элемента в миллиметрах. Кривая “0” соответствует положению центра цилиндра над МИ элементом. Эпоксидной смолы без добавления магнитных частиц вблизи МИ элемента (“Контроль”) не вносит существенного вклада в изменение МИ соотношения для элемента (“NP”) (Рисунок 9а). При сближении магнитного композита с МИ элементом наблюдается смещение кривых МИ соотношения в область больших полей, а также уменьшение и уширение пика. Было установлено, что подобное поведение связано с неоднородностью компоненты H_y магнитных полей рассеяния, направленных параллельно прикладываемому внешнему магнитному полю. Если на МИ элемент действуют однородные поля рассеяния, то полевые зависимости МИ соотношения имеют сдвиг по полю. С помощью моделирования было определено распределение магнитных полей рассеяния на поверхности МИ элемента (Рисунок 9в). Разбив элемент на определенное количество частей и, исходя из распределения полей рассеяния, задав смещение полевой зависимости МИ соотношения для каждой части, можно определить полевую зависимость МИ соотношения всего элемента. Это возможно, поскольку, при последовательном подключении импеданс цепи равен сумме импеданса каждого элемента. Построенные по такому принципу модельные (“М”) и экспериментальные (“Э”) полевые зависимости МИ соотношения при положении композита 0 мм (кривые “0”) и 4 мм (кривые “4”) качественно совпадают, а количественно близки друг к другу (Рисунок 9б). Таким образом, МИ эффект в пленочных структурах можно использовать для оценки распределения магнитного поля в пространстве.

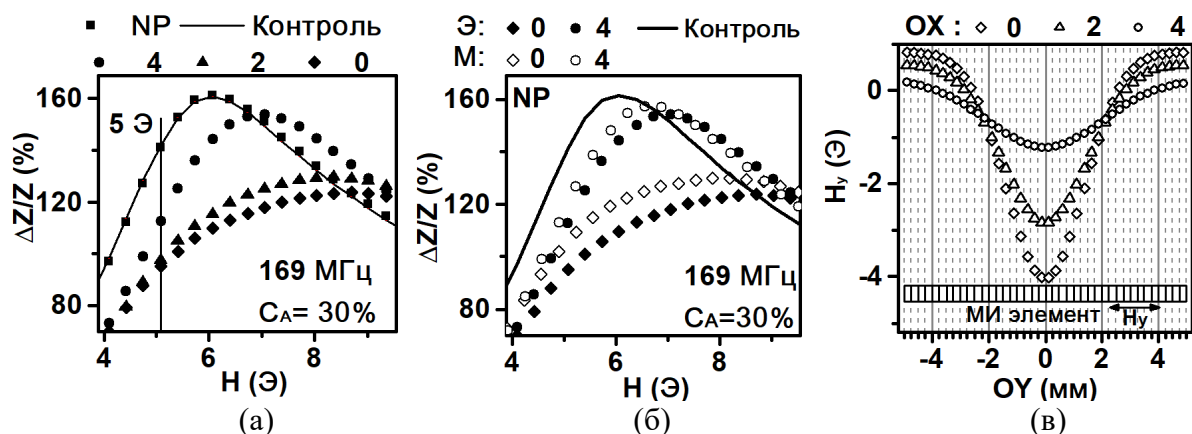


Рисунок 9 – Полевая зависимость МИ соотношения для МИ элемента NP в присутствии магнитного композита с 30% концентрацией частиц типа А при частоте тока 169 МГц: (а) эксперимент, (б) эксперимент (“Э”) + модель (“М”). Номера 0, 2, 4 указывают на смещение композита вдоль короткой стороны МИ элемента в миллиметрах. (в) Распределение H_y компоненты полей рассеяния вдоль длинной стороны МИ элемента.

В параграфе 5.2.2 проводилось детектирование положения магнитных композитов и концентрации магнитных частиц в них. Максимальная чувствительность МИ элементов к внешнему магнитному полю наблюдалась при частоте 169 МГц. МИ отклик рассчитывался в поле, где МИ соотношение элементов линейно зависит от поля и обладает максимальной чувствительностью. В качестве такого поля была выбрана верхняя граница рабочего интервала каждого МИ элемента: NP - 5 Э; SqP - 3 Э. Максимальный МИ отклик для NP и SqP наблюдался при положении композита непосредственно над МИ элементом ($OX = 0$ мм). МИ отклик на композиты с различным типом частиц совпадает в рамках одной концентрации. Полученный результат отражает тот факт, что при совпадении основных магнитных характеристик МИ отклики на магнитные композиты совпадают. В области максимальной чувствительности МИ отклик для NP на различные положения композитов с разной концентрацией частиц выше, чем для SqP. 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 имеет максимальное значение при расположении композита непосредственно над МИ элементом (Рисунок 10б). Это является преимуществом использования профилированных МИ элементов, поскольку в технических приложениях предпочтения отдают чувствительным материалам, работающим при более низких частотах тока и рабочих полях.

МИ отклик на композиты со всеми типами частиц при положении $OX = 0$ мм линейно зависит от их концентрации (Рисунок 10в). 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 была запатентована как система для настройки магнитного датчика, определяющего магнитный носитель с лекарственным средством в зоне терапии.

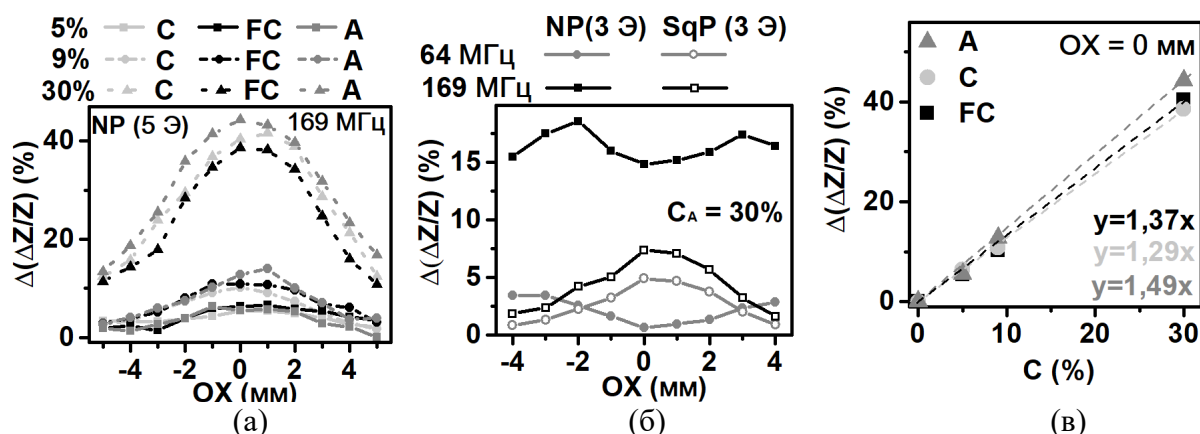


Рисунок 10 – МИ отклик при разных положениях магнитного композита в форме цилиндра: (а) элемент NP в поле 5 Э при частоте тока 169 МГц в присутствии композитов с разной концентрацией частиц типа C, FC и A. (б) элементы NP и SqP в поле 3 Э при разных частотах тока в присутствии композита с 30% концентрацией частиц типа A; (в) Зависимость МИ отклика элемента NP от концентрации частиц типа A, C, FC в композите при его положении $Ox = 0$ мм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения работы было показано:

1. В наноструктурированных пленочных МИ элементах на основе FeNi/Cu типа «симметричный сэндвич» магнитоэлектрическое взаимодействие слоев FeNi приводит к формированию магнитной структуры с замкнутым магнитным потоком и антиферромагнитным упорядочением магнитных моментов в соседних слоях. Верхний слой FeNi оказывается магнитоэлектрически связан с нижележащей многослойной структурой FeNi/Cu типа «искусственный антиферромагнетик», формируются инверсные петли магнитного гистерезиса верхнего слоя FeNi. Энергия магнитоэлектрического взаимодействия вносит важный вклад в общий баланс энергий такого искусственного магнетика и в значительной мере определяет сложный характер перемангничивания 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 10 мм до 5 мм 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 ионно-плазменного распыления через маски. Установлено, что поведение в магнитном поле периодической доменной структуры, возникающей на профилированной поверхности ансамбля, определяется особенностями 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 удастся 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

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, 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 ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Суху, Р. Тонкие магнитные пленки / Р. Суху; под ред. Р.В. Телеснина. – Москва: Мир, 1967. – 422 с.
2. Физика, технологии и техника магнитных материалов / В. О. Васьковский, Г. В. Курляндская, Н. В. Мушников [и др.] // Учебное пособие. – Екатеринбург: УрГУ, 2010. – 247 с.
3. Микроволновой гигантский магниторезистивный эффект, ферромагнитный и спин-волновой резонансы в наноструктурах (CoFe)/Cu / В.В. Устинов, А.Б. Ринкевич, И.Г. Важенина [и др.]// Журнал экспериментальной и теоретической физики. — 2020. — V. 158. — P. 139—151.
4. Domain structure and magnetization process of a giant magnetoimpedance geometry FeNi/Cu/FeNi(Cu)FeNi/Cu/FeNi sensitive element / G.V. Kurlyandskaya, L. Elbaile, F. Alves, [et al.] // J. Phys.: Condens. Matter. – 2004. – Vol. 16. – P. 6561–6568.
5. Курляндская, Г. В. Магниточувствительные преобразователи для неразрушающего контроля, работающие на основе гигантского магнитоимпедансного эффекта / Г. В. Курляндская, Д. де Кос, С.О. Волчков // Дефектоскопия. – 2009. – № 6. – С. 13-42
6. Kittel, C. On the Theory of Ferromagnetic Resonance Absorption / C. Kittel // Physical review. – 1948. – V. 73, №2. – P. 155-161.
7. Kittel, C. Excitation of Spin Waves in a Ferromagnet by a Uniform rf Field / C. Kittel // Phys. Rev. – 1958. – V. 110. – P. 1295–1297.
8. Vas'kovskij, V.O. Sandwich magnetoresistive films based on 3d-transition metal alloys / V.O. Vas'kovskij, V.N. Lepalovskij, V.G. Muhchametov // JMMM. – 1995. – Vol. 148. – P. 325–326.
9. Panina, L.V. Magneto-impedance effect in amorphous wires / L.V. Panina, K. Mohri // Appl. Phys. Lett. – 1994. – V. 65. – P. 1189.
10. High-frequency giant magneto-impedance in multilayered magnetic films / A. Antonov, S. Gadetsky, A. Granovsky [et al.] // Physica A. – 1997. – Vol. 241. – P. 414-419.
11. Бузников, Н.А. Магнитный импеданс периодических частично профилированных многослойных пленочных структур / Н.А. Бузников, Г.В. Курляндская // ФММ. – 2021. – Т. 122, №. 8. – С. 809–815
12. Спин-волновой резонанс в трехслойных пленках NiFe/ДухCo1-x/NiFe как метод регистрации неоднородностей структуры аморфных слоев ДухCo1-x / Р.С. Исхаков, В.А. Середкин, С.В. Столяр [и др.] // Письма в ЖЭТФ. – 2002. – Т.76. – С. 779–783.
13. Microwave penetration through (Fe_{0.82}Ni_{0.18})/V superlattices / A.B. Rinkevich, D.V. Perov, E.A. Kuznetsov [et al.]// JMMM. – 2020. – V.493. – p.165700
14. Advanced Characterization of FeNi-Based Films for the Development of Magnetic Field Sensors with Tailored Functional Parameters // S.V. Komogortsev, I.G. Vazhenina, S.A. Kleshnina [et al.] // Sensors. – 2022. – V.22. – p.3324

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УРФУ:

1. Melnikov, G. Yu. Magnetoimpedance Thin Film Sensor for Detecting of Stray Fields of Magnetic Particles in Blood Vessel / G.Yu. Melnikov, V.N. Lepalovskij, A.P. Safronov, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya // *Sensors*. – 2021. – Vol. 21, № 11. – 3621; 1.06 п.л./0.35 п.л. (Scopus, Web of Science).
2. Melnikov, G.Y. GMI-Detection of a magnetic composite imitating a blood vessel clot / G.Y. Melnikov, V.N. Lepalovsky, G.V. Kurlyandskaya // *Russian Physics Journal*. – 2022. – Vol. 64, №10. – P. 1880-1885; 0.38 п.л./0.13 п.л. (Scopus, Web of Science).
3. Svalov, A.V. Properties of the arrays of periodic microelements on the basis of permalloy films / 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; 0.44 п.л./0.15 п.л. (Scopus, Web of Science).
4. Мельников, Г.Ю. Планарные ансамбли многослойных пленочных микроэлементов на основе компонент Cu/FeNi / 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; 0.44 п.л./0.15 п.л.
5. Mel'nikov, G.Y. Epoxy composites with iron oxide microparticles: model materials for magnetic detection / 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; 0.56 п.л./0.19 п.л. (Scopus, Web of Science).
6. Melnikov, G.Y. Magnetic impedance of film nanostructures for stray magnetic field evaluation of microparticles in magnetic composites / G.Y. Melnikov, V.N. Lepalovskij, G.V. Kurlyandskaya // *Technical Physics*. – 2023. – Vol. 68, № Suppl 3. – P. S568-S573; 0.38 п.л./0.13 п.л. (Scopus).
7. Мельников, Г.Ю. Магнитные композиты на основе эпоксидной смолы с магнитными микро- и наночастицами оксида железа: фокус на магнитное детектирование / 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; 0.56 п.л./0.30 п.л.
8. Melnikov, G.Yu Magnetic Properties of FeNi/Cu-Based Lithographic Rectangular Multilayered Elements for Magnetoimpedance Applications / G. Yu Melnikov, I.G Vazhenina, R.S Iskhakov, N.M Bоеv, S.V Komogortsev, A.V Svalov, G.V. Kurlyandskaya // *Sensors*. – 2023. – Vol. 23, №13. – 6165; 1.44 п.л./0.48 п.л. (Scopus, Web of Science).

Патенты и программы:

9. 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 / Г.В. Курляндская, В.Н. Лепаловский, Г.Ю. Мельников, А.П. Сафронов, А.В. Свалов, А.Н. Сорокин; 0.55 п.л./0.17 п.л.
10. 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 / Г.Ю. Мельников, Г.В. Курляндская, И.Г. Вазенина, С.В. Комогорцев; 0.10 п.л./0.05 п.л.