

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*

Членова Анна Александровна

МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА И ГИГАНТСКИЙ МАГНИТНЫЙ ИМПЕДАНС  
МНОГОСЛОЙНЫХ ПЛЕНОЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ОСНОВЕ ПЕРМАЛЛОЯ

01.04.11 – Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени кандидата  
физико-математических наук

Научный руководитель:  
доктор физико-математических наук  
Курляндская Галина Владимировна

Екатеринбург – 2020

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ.....</b>	<b>5</b>
<b>ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....</b>	<b>22</b>
<b>1.1 Феноменология ГМИ эффекта .....</b>	<b>22</b>
<b>1.2 Особенности технологии получения пленочных структур с высокой магнитной проницаемостью и роль условий получения в формировании их структуры и магнитных свойств.....</b>	<b>26</b>
<b>1.3 Особенности влияния температуры на магнитоимпедансные свойства многослойных тонких пленок .....</b>	<b>32</b>
<b>1.4 Некоторые аспекты СВЧ-исследований .....</b>	<b>33</b>
<b>1.5 ГМИ пленочные структуры с модифицированной поверхностью или покрытиями .....</b>	<b>34</b>
<b>1.6 Возможности применения ГМИ пленочных наноструктур в качестве чувствительного элемента специализированных детекторов слабых магнитных полей.....</b>	<b>36</b>
<b>ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1 .....</b>	<b>38</b>
<b>ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, ОБРАЗЦЫ, ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ.....</b>	<b>42</b>
<b>2.1. Пленки на основе пермаллоя и железа.....</b>	<b>42</b>
<b>2.1.1 Магнетронное распыление .....</b>	<b>42</b>
<b>2.1.2 Методы исследования структуры тонких пленок .....</b>	<b>48</b>
<b>2.1.3 Методы исследования статических магнитных свойств.....</b>	<b>51</b>
<b>2.1.4 Магнитодинамические характеристики: измерение в высокочастотном и сверхвысокочастотном диапазоне .....</b>	<b>54</b>

2.1.5. Техническое обеспечение исследования ГМИ тонкопленочных элементов в фиксированном интервале температур.....	59
2.1.6 Описание основных параметров математического моделирования ГМИ элементов.....	60
2.2 Технология получения пленочных структур на основе FeNi для исследования низкотемпературной конденсации углерода .....	61
2.3 Наночастицы оксида железа, феррожидкости и феррогели на их основе для ГМИ приложений .....	65
<b>ГЛАВА 3. МНОГОСЛОЙНЫЕ ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ С ОСОБЕННОСТЯМИ ГЕОМЕТРИИ.....</b>	<b>68</b>
3.1 Некоторые аспекты перемагничивания многослойных пленочных элементов на основе FeNi.....	68
3.2 Исследование магнитостатических и магнитодинамических свойств многослойных пленочных элементов на основе FeNi с различной толщиной магнитных слоев.....	76
3.3 Многослойные элементы с различным количеством магнитных слоев	82
3.4 Свойства однослойных и многослойных пленочных элементов на основе FeNi на твердых и гибких подложках в сверхвысокочастотном диапазоне.....	94
3.5 Исследование магнитных свойств и магнитного импеданса FeNi тонкопленочных элементов на подложках из стекла и полимера в температурном интервале 25 – 50 °С.....	106
<b>ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3 .....</b>	<b>112</b>
<b>ГЛАВА 4. ПЛЕНОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ Fe И FeNi С УГЛЕРОДНЫМ ПОКРЫТИЕМ.....</b>	<b>114</b>

4.1 Основные структурные и магнитные характеристики, кинетика процесса низкотемпературной конденсации углерода на тонких пленках железа и пермаллоя .....	114
4.2 Роль кислорода в процессе формирования углеродного покрытия при модификации поверхности в метилбензоле .....	123
4.3 ГМИ характеристики пленочных элементов после модификации их поверхности в метилбензоле.....	132
<b>ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4 .....</b>	<b>137</b>
<b>ГЛАВА 5. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРАКТИЧЕСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ ГИГАНТСКОГО МАГНИТОИМПЕДАНСНОГО ЭФФЕКТА .....</b>	<b>138</b>
5.1 Пленочные элементы на основе сплава $Fe_{20}Ni_{80}$ на стеклянных и полимерных подложках: перспективы использования в интегрируемых детекторах малых магнитных полей .....	138
5.2 ГМИ характеристики пленочных элементов в присутствии гидрогеля или феррогеля .....	144
<b>ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5 .....</b>	<b>156</b>
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....</b>	<b>157</b>
<b>ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ.....</b>	<b>161</b>
<b>СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ ЛИТЕРАТУРЫ .....</b>	<b>162</b>

## **ВВЕДЕНИЕ**

Тонкие магнитные пленки и многослойные пленочные структуры широко используются в электронных устройствах и сенсорных системах, включая робототехнику, приборы магнитного неразрушающего контроля и автоматики, а также в сфере биомедицинских приложений. Разработка магнитных сенсорных элементов нового поколения требует развития новых физических подходов к созданию планарных наноструктур, совершенствования технологии их получения и методов всестороннего исследования [1-2]. Данное научное направление относится к группе приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации, разряду критических технологий, таких как индустрия наносистем, технологии наноустройств и микросистемной техники.

Функциональные пленочные структуры активно используются в качестве сред для сенсорных устройств [3-4]. Тонкопленочные сенсорные элементы хорошо совместимы с существующей полупроводниковой технологией электронных схем и методами интеграции. Кроме того, они наиболее полно соответствуют существующим требованиям миниатюризации в микро- и наноэлектронике.

Структура и свойства тонких магнитных пленок могут существенно отличаться от массивных аналогов соответствующего состава. Это обусловлено спецификой процесса формирования пленочных структур путем конденсации вещества на поверхности твердой или гибкой подложки. В научной литературе нет единого мнения о том, что такое «тонкая магнитная пленка». Тонкой магнитной пленкой называют слой магнитного материала толщиной от нескольких ангстрем (Å) до 1000 нм, т.е. понятие «пленка» при данном подходе связано с представлением о геометрических параметрах образца, один из размеров которого много меньше двух других, а также с наличием подложки. Также можно опираться на термин «размагничивающий фактор»: магнитные плёнки характеризуются большим размагничивающим фактором в направлении нормали к поверхности во всех точках, удалённых от края плёнки на расстояние,

равное её толщине или большее. Кроме того, существует подход, в рамках которого магнитную плёнку считают тонкой, начиная с толщины, ниже которой в ней реализуется сквозная доменная структура.

Магнитные плёнки можно классифицировать исходя из их наиболее общих свойств: по агрегатному состоянию; по типу магнитного упорядочения; по составу; по преобладающему типу анизотропии; по величине коэрцитивной силы (магнитомягкие и магнитотвердые). Особый интерес с точки зрения нанофизики и создания современных электронных устройств и сенсорных систем представляют многослойные пленочные структуры с чередованием магнитных и немагнитных слоев [5-6]. Подобные наноструктуры представляют основу для создания функциональных сред различного назначения, таких как специализированные детекторы малых полей, к которым относятся магнитные датчики давления и биодатчики [7-8].

«Функциональные материалы» — это среды, обладающие «настраиваемыми» физико-химическими и механическими свойствами, которые в совокупности обеспечивают использование этих материалов в качестве рабочего элемента в конкретном устройстве или конструкции [9]. Создание оптимального материала предполагает усиление каких-либо свойств (например, индуцирование магнитной анизотропии) в уже имеющемся материале, что требует привлечения современных и создания новых экспериментальных и теоретических подходов.

К наиболее востребованным функциональным материалам следует отнести среды для специализированных детекторов малых магнитных полей, в основе действия которых могут лежать различные эффекты: эффект Холла, эффект анизотропного магнитосопротивления, гигантский или туннельный магниторезистивные эффекты, гигантский магнитный импеданс и другие [1]. Ввиду очень высокой чувствительности по отношению к внешнему магнитному полю гигантский магнитоимпедансный эффект (ГМИ) является особенно перспективным для решения научной проблемы, связанной с увеличением чувствительности магнитных сенсоров путем разработки новых технологий

создания пленочных детекторов, адаптированных к особенностям современной полупроводниковой электроники.

Явление ГМИ заключается в изменении полного электрического сопротивления ферромагнитного проводника при протекании по нему тока высокой частоты и приложении внешнего магнитного поля. Явление ГМИ описывается на основе изменения динамической магнитной проницаемости магнитомягкого материала ( $\mu$ ) и величины скин-слоя в рамках классической электродинамики [10]. В разделе 1.1 приведены физическое обоснование эффекта и его исследование с исторической точки зрения. Этот эффект наблюдается в аморфных и нанокристаллических ферромагнетиках в форме лент, проволок, микропроводов в стеклянной оболочке и пленочных структур [11]. Высокий эффект ГМИ в достаточно низком (до 100 МГц) диапазоне частот тока возбуждения наблюдается в случае структур типа ГМИ «сэндвичей», в которых верхний и нижний магнитные слои разделены высокопроводящим слоем (Cu, Ag, Au, Al) [12, 13].

На протяжении последних лет использование слоистого наноструктурирования и получения магнитомягких пленочных структур привело к созданию ГМИ сред нового типа на основе такого магнитомягкого сплава как пермаллой ( $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ). В таких многослойные пленочных структурах верхний и нижний слои – это проводящие ферромагнетики с тонкими прослойками, которые разделены высокопроводящим неферромагнитным слоем. Особенности структуры и текстуры, процессов статического и динамического перемагничивания, включая ферромагнитный резонанс (ФМР) наноструктурированных элементов нового типа, представили особый интерес для исследований в области физики магнитных явлений, прикладной электродинамики и радиоэлектроники.

Наноструктурирование открыло широкие возможности получения функциональных элементов с заданными свойствами путем создания острой кристаллографической текстуры, одноосной магнитной анизотропии,

гарантирующей высокую магнитную проницаемость, кроме того, эффективными инструментами формирования заданных свойств стали анизотропия формы и магнитостатическое взаимодействие, регулируемые геометрией магнитных слоев и прослоек, а также количеством слоев многослойных пленочных структур. Решение фундаментальных вопросов связи магнитной анизотропии, магнитных свойств с особенностями структуры и текстуры является основой разработки высокочувствительных пленочных функциональных ГМИ-сред для электронных устройств и сенсорных систем нового поколения.

При создании сенсорных микроэлементов, а особенно химических сенсоров, работающих в условиях повышенных требований к коррозионной устойчивости материалов, важную роль играет возможность использования защитных и/или функциональных покрытий. Наноструктуры на основе углерода активно исследуются в последнее время, вызывая как фундаментальный, так и прикладной интерес [14-15]. В ряде работ делаются попытки получения и исследования графеноподобных наноструктур на основе углерода на металлических поверхностях с целью их использования в качестве функциональных покрытий. Такие покрытия могут играть защитную роль, изменять физические (например, электросопротивление, смачивание) или химические свойства поверхности твердотельного элемента. В случае биосенсорных элементов они могут улучшать условия иммобилизации маркеров либо обеспечивать меньшую степень их агрегирования.

### **Актуальность темы исследований**

Углубленное понимание процессов статического и динамического переманчивания наноструктурированных пленочных элементов востребовано как в ряде разделов фундаментальных дисциплин, так и практических приложений. Запрос на создание магнитных сенсорных систем с высокой чувствительностью по отношению к внешнему магнитному полю растет из года в год. Это связано с повышением стандартов жизни, включая распространение

биомедицинских приложений и необходимость глубокого мониторинга во время пандемий, глобальных катастроф, текущего контроля факторов окружающей среды и климата. Несмотря на то, что тонкие пленки пермаллоя, особенно сплава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  с близкой к нулю константой магнитострикции, известны на протяжении нескольких десятилетий [16-17], а работающие приложения основываются на существовании хорошо развитых технологий их получения, существует ряд нерешенных научных и практических задач в случае наноструктурированных сред с высокой динамической магнитной проницаемостью.

Понимание связи особенностей структуры и текстуры, процессов статического и динамического перемагничивания наноструктурированных ГМИ-элементов типа  $[\text{FeNi}/\text{Ti}]_n/\text{Cu}/[\text{Ti}/\text{FeNi}]_m$ , осажденных на жесткие и гибкие основы, открывает широкие возможности получения функциональных сенсорных элементов с заданными свойствами при эффективном использовании анизотропии формы и магнитостатического взаимодействия, регулируемых геометрией магнитных слоев и прослоек, а также количеством слоев многослойных пленочных структур.

Особые ожидания в отношении пленочных ГМИ-элементов связаны с разработкой магнитных биодатчиков. Детектирование магнитных маркеров основано на оценке совокупной величины полей рассеяния магнитных наночастиц, введенных в биологический объект. Одной из основополагающих характеристик такого сенсора является чувствительность по отношению к магнитному полю: чем выше чувствительность, тем более низкие концентрации магнитных маркеров можно определять.

Существует определенный опыт создания пленочных ГМИ сенсоров магнитного поля. Большая часть известных исследований и разработок связана с детектированием однородных внешних полей и полей рассеяния крупных объектов (задачи неразрушающего контроля) при отсутствии промежуточной среды. Биомедицинские приложения требуют обеспечения процесса детектирования очень слабых и, как правило, неоднородных магнитных полей в

промежуточной среде, что предъявляет повышенные требования к чувствительности сенсорных устройств. Кроме того, возрастает необходимость использования дополнительных покрытий, увеличивающих расстояние между объектом детектирования и сенсорным элементом, а значит и необходимость выбора элемента с максимальной чувствительностью.

Функциональный ГМИ-элемент нового поколения должен обладать не только высокой чувствительностью по отношению к магнитному полю, но и иметь адаптивный дизайн, то есть, в зависимости от требуемых конкретных условий, обеспечивать возможность выбора размера, температурного режима, типа основы (жесткая/гибкая) элемента. Следует отметить особую сложность проведения анализа свойств биосистем, связанную с плохой сопрягаемостью жесткого пленочного элемента и биологического образца, свойства которого быстро меняются во времени и требуют особых физических и температурных условий.

Актуальность задач настоящей работы подтверждается поддержкой исследований в рамках государственного задания Министерства образования и науки РФ, а также Российским фондом фундаментальных исследований и Российским научным фондом.

### **Степень разработанности темы исследований**

Факт зависимости полного электрического сопротивления железо-никелевых проволок при протекании по ним тока высокой частоты был установлен около 70 лет назад в работах Харрисона [18-19]. В геометрии цилиндрического однородного образца при приложении внешнего поля вдоль его оси зависимость импеданса от величины этого поля была теоретически описана Л.Д. Ландау и Е.М. Лифшицем [14] для однородной среды с постоянной проводимостью и постоянной магнитной проницаемостью, но с оговоркой, что для парамагнитных и диамагнитных тел магнитная проницаемость близка к единице. В 1991 году был создан первый датчик малых магнитных полей с чувствительным элементом в

виде аморфной ленты FeCoSiB [20] и получен патент [21]. Особый интерес к ГМИ эффекту возник в 1994 году, после опубликования работ групп А. Берковитц (A. Berkowitz), К. Мори (K. Mohri), С. Реженде (S. Rezende) и В. Рао (V. Rao) [22-25].

На данный момент исследования по ГМИ ведутся в Уральском федеральном университете, Иркутском государственном университете, Крымском федеральном университете, Научно-исследовательском институте природных газов и газовых технологий – Газпром ВНИИГАЗ, Институте физики металлов УрО РАН в России, Университете Страны Басков, Университете Овиедо, Институте материаловедения в Испании, Политехническом университете Монреаля в Канаде, Промышленном научно-исследовательском университете Нагоя в Японии, Национальном институте метрологических исследований в Италии, и многих других. Однако лишь несколько групп обладают необходимым оборудованием для получения многослойных пленочных наноструктур с высокой динамической магнитной проницаемостью, большая же часть исследователей работает с быстрозакленными лентами, проволоками или проволоками в стеклянной оболочке.

В отношении многослойных пленочных структур с высокой динамической магнитной проницаемостью существует много белых пятен в понимании связи особенностей структуры и текстуры, процессов статического и динамического перемагничивания как симметричных, так и несимметричных ГМИ-элементов типов  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$ , осажденных на жесткие и полимерные основы для разработки и получения функциональных сенсорных элементов с заданными свойствами при эффективном использовании анизотропии формы и магнитостатического взаимодействия, регулируемых геометрией буферных, магнитных слоев и прослоек, количеством слоев многослойных пленочных структур. Особенности ожидания, как в фундаментальном, так и в прикладном аспектах, связаны с разработкой основ новых технологий для создания пленочных детекторов на основе ГМИ эффекта, работающих при комнатной температуре, адаптированных

к особенностям современной полупроводниковой электроники. В настоящее время существуют ГМИ-детекторы слабых полей (до  $10^{-5}$  Э) на основе аморфных проволок, работающие при импульсном возбуждении [26]. По сравнению с датчиками гармонического возбуждения, такие детекторы обладают рядом недостатков, главные из которых – плохое сопряжение с интегральной технологией и ограниченная возможность цифровой обработки сигналов.

В Уральском федеральном университете сформирована научная школа и активно ведутся исследования свойств магнитомягких материалов с высокой динамической магнитной проницаемостью. На кафедре магнетизма и магнитных наноматериалов и в отделе магнетизма твердых тел ИЕНиМ (В. О. Васьковский, В. Н. Лепаловский, А. В. Свалов, П. А. Савин, С. О. Волчков, С. В. Щербинин, Е. А. Степанова) накоплен большой опыт работы с материалами в пленочном состоянии, включая методы их получения, исследования особенностей магнитной анизотропии, статических и динамических свойств, эффективно используются методы компьютерного моделирования, создаются физические модели для понимания наноструктурированных материалов и лабораторные прототипы специализированных детекторов малых магнитных полей.

### **Цель работы и задачи**

Цель данной работы – установление связи между особенностями структуры, статическими магнитными свойствами, особенностями магнитной анизотропии и магнитоимпедансным эффектом в многослойных пленочных элементах на основе пермаллоя.

Для достижения основной цели работы были поставлены следующие конкретные задачи:

1) Получение многослойных пленочных элементов  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  (вблизи состава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ , обладающего близкой к нулю константой магнитострикции) при осаждении на жесткие и гибкие основы с различной толщиной и количеством

магнитных слоев многослойной структуры, включая как конфигурации с одинаковым, так и с различным количеством магнитных слоев до и после центрального медного слоя. Аттестация состава, структуры и толщины слоев;

2) Установление толщинных зависимостей магнитных и магнитоимпедансных характеристик для  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  элементов;

3) Определение условий протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленочных наноструктур на основе железа и никеля в метилбензоле и выявление особенностей кинетики образования углеродного покрытия. Оценка статических и динамических свойств пленочных элементов после осаждения углеродного покрытия данного типа;

4) Установление температурной зависимости магнитных свойств и магнитоимпедансного эффекта в пленочных многослойных элементах на основе пермаллоя и выяснение ее механизма;

5) Исследование качественных и количественных особенностей магнитоимпедансного эффекта многослойных пленочных элементов на основе пермаллоя с различным количеством магнитных слоев до и после центрального слоя меди в режимах прототипов детекторов давления и биодетекторов.

### **Научная новизна работы**

Проведено систематическое исследование многослойных пленочных элементов на основе пермаллоя как с одинаковым, так и с различным количеством магнитных слоев до и после центрального слоя меди при наборе толщин магнитных слоев (25, 50, 100 и 170 нм). Установлен вклад толщины магнитных слоев и количества магнитных слоев до и после центрального слоя меди в величину магнитоимпедансного эффекта.

Установлен факт протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленочных наноструктур на основе Fe и FeNi при выдержке в метилбензоле. Исследованы особенности кинетики образования

дефектного графеноподобного покрытия на поверхности пленок 3d-металлов, проведены оценки статических и динамических свойств пленок пермаллоя и железа с этим особым типом углеродного покрытия.

Показано увеличение величины магнитоимпедансного эффекта в пленочных элементах  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_5$  в интервале температур от 25 до 50°C и предложен объясняющий его механизм.

Показано, что исследованные  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$  элементы могут быть предложены для использования в детекторах давления и биодетекторах, позволяющих определять концентрации наночастиц путем детектирования их суммарных полей рассеяния.

### **Теоретическая и практическая значимость работы**

Впервые сравнительно проанализированы магнитные свойства и магнитоимпедансный эффект в многослойных пленочных элементах с различной толщиной и количеством магнитных слоев многослойной структуры до и после центрального медного слоя,  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$ . Проведенное исследование данных структур при осаждении на жесткие и гибкие основы дополняет существующие экспериментальные и теоретические данные для сред с высокой динамической магнитной проницаемостью.

Доказана возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленочных наноструктур на основе пленок Fe и FeNi при выдержке в метилбензоле. Установлены особенности кинетики образования углеродного покрытия, позволяющие предложить данный тип воздействия в качестве эффективного метода влияния на функциональные свойства наноструктур на основе пленок 3d-металлов.

Установленная температурная зависимость статических и динамических свойств многослойных элементов на основе пермаллоя в интервале температур от 25 до 50°C важна для практических приложений специализированных датчиков слабых магнитных полей.

Для  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_n$  многослойных пленочных элементов экспериментально показана возможность детектирования полей рассеяния магнитных наночастиц в составе феррогелей. В геометрии тонких покрытий получено удовлетворительное согласие экспериментальных результатов настоящей работы с результатами предложенной и разработанной соавторами-теоретиками электродинамической аналитической модели ГМИ многослойной пленки со слоем феррогеля.

### **Методология и методы исследования**

В работе исследовались однослойные и многослойные плёнки, полученные методами ионно-плазменного распыления при осаждении на жесткие (монокристаллические кремниевые или стеклянные) и гибкие (циклоолефиновый сополимер) основы. Геометрия пленочных элементов задавалась путем использования металлических масок в процессе напыления. Внешнее технологическое магнитное поле, прикладываемое в процессе напыления, позволяло формировать индуцированную одноосную магнитную анизотропию в плоскости слоев FeNi.

Магнитные наночастицы оксида железа для их последующего использования в составе водных суспензий и полиакриламидных феррогелей были получены методом лазерного испарения мишени.

Структурные особенности и состав материалов исследовались такими апробированными методами, как профилометрия, атомная силовая микроскопия, рентгенофлуоресцентный анализ, рентгенофазовый анализ (включая малоугловой диапазон), рентгеновский фотоэлектронный анализ, оптическая, сканирующая и просвечивающая электронная микроскопии, дифференциальный термический анализ с термогравиметрией, динамическое рассеяние света, метод низкотемпературной адсорбции азота.

Магнитные свойства исследовались при помощи вибрационного магнитометра, магнитометрии с преобразователем типа СКВИД и микроскопии с

использованием магнитооптического эффекта Керра. Измерение магнитосопротивления проводилось четырехзондовым методом. Магнитодинамические характеристики исследовались при помощи установки для измерения ферромагнитного резонанса на основе спектрометра электронного парамагнитного резонанса X-диапазона Elexsys II E500 (Bruker), автоматического комплекса магнитоимпедансной спектроскопии на основе анализаторов импеданса 4294 A или e4991 (Agilent).

Экспериментальные результаты исследований прототипов магнитных биодатчиков на основе ГМИ-наноструктур  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$ , покрытых слоем феррогеля, сравнительно анализировались с данными расчета, полученными (соавторами-теоретиками в ходе совместной работы) в рамках электродинамической аналитической модели отклика ГМИ многослойной пленки со слоем феррогеля. Распределение полей в пленочном элементе в последнем случае было найдено из решения уравнений Максвелла с соответствующими условиями непрерывности полей на границе различных слоев.

### **Положения, выносимые на защиту**

1. Характеристики магнитного импеданса в наноструктурированных магнитных элементах в форме полосок типа  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  можно целенаправленно варьировать за счёт изменения толщины и количества магнитных субслоёв, в том числе в рамках несимметричной структуры ( $n \neq m$ ).

2. Для плёночных наноструктурированных элементов с разным составом магнитных субслоёв имеет место корреляция между концентрационными изменениями максимальной величины магнитного импеданса  $\Delta Z/Z_{\max}$  и величины поля ферромагнитного резонанса.

3. Причиной изменения магнитного импеданса наноструктурированных элементов при нагреве до  $50^\circ\text{C}$  является термоинициированная релаксация

неоднородный упругих напряжений и связанное с этим повышение динамической магнитной проницаемости.

4. Впервые показана возможность реализации и исследованы особенности кинетики процесса низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленок Fe и FeNi при выдержке в метилбензоле в нормальных условиях. Доказано, что наличие покрытия влияет на характеристики магнитного импеданса, в частности, расширяет область высокой МИ-чувствительности (рабочий интервал) элементов.

5. Плёночные элементы типа  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  применимы в роли биосенсоров для регистрации магнитных наночастиц в живых тканях при максимальной чувствительности  $1,3\% \Delta Z/Z_{\max}$  на массовый процент концентрации наночастиц.

### **Степень достоверности и апробация результатов**

Обсуждаемые в работе результаты были получены при помощи современных методик и оборудования, которые признаны мировым научным сообществом и широко используются ведущими научными группами. В некоторых случаях использовалось оригинальное оборудование, достоверность результатов исследований с помощью которого была подтверждена выборочными контрольными измерениями одних и тех же образцов в других лабораториях. Полученные реперные результаты находятся в согласии с данными, сообщенными ранее другими исследователями.

Материалы диссертационной работы были представлены на следующих конференциях: Moscow International Symposium on Magnetism MISM (2014, 2017, Москва), Всероссийская научная конференция студентов–физиков и молодых учёных ВНКСФ (2017, Екатеринбург), Международная молодежная научная конференция «Физика. Технологии. Инновации» ФТИ (2016, 2017, 2019, Екатеринбург), Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС (2013 – 2016, Екатеринбург),

Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии» (2014 – 2019, Екатеринбург), Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism” EASTMAG (2013 – Владивосток, 2016 – Красноярск, 2019 – Екатеринбург), Байкальская международная конференция “Магнитные материалы. Новые технологии” ВИСММ (2014, 2016, 2018, Иркутск), International Baltic conference on magnetism IBCM (2015, Светлогорск), 7-ая Международная конференция по материалам и приложениям для датчиков и преобразователей IC-MAST (2018, Братислава, Словакия), Уральская конференция «Физические методы неразрушающего контроля (Янусовские чтения)» (2014, 2015, Екатеринбург), Международная научно-практическая конференция молодых ученых и студентов «Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения» (2018, 2019, Екатеринбург), Международная конференция IEEE Summer School (2017, Сантандер), XXIII Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» (2018, Москва).

### **Личный вклад автора**

Диссертация выполнена на базе отдела магнетизма твердых тел и кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук и математики УрФУ. Выбор направления исследований, постановка цели и задач, обсуждение результатов и подготовка публикаций и отчетов по грантам выполнялась совместно с научным руководителем д. ф.-м. н. Курляндской Галиной Владимировной. Текст диссертации написан ее автором лично.

Пленочные образцы были получены к. ф.-м. н. В.Н. Лепаловским и д. ф.-м. н. А. В. Сваловым. Образцы феррогелей были получены д. ф.-м. н. А. П. Сафроновым. Автор лично готовила к конкретным измерениям все образцы и обсуждала полученные результаты с сотрудниками кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов УрФУ (с к. ф.-м. н. В. Н. Лепаловским, к. ф.-м. н. П. А. Савиным, к. ф.-м. н. С. О. Волчковым и д. ф.-м. н. А. В. Сваловым), Института электрофизики УрО РАН (О. М. Саматовым, д. ф.-м. н. А. П. Сафроновым, к.ф.-

м.н. А. М. Мурзакаевым и к. ф.-м. н. С. В. Щербининым), и НИИ природных газов и газовых технологий – Газпром ВНИИГАЗ ( д. ф.-м. н. Н. А. Бузниковым).

Лично автором были получены результаты исследований магнитных свойств с помощью вибрационной магнитометрии, магнитооптической Керр-микроскопии, измерения магнитосопротивления четырехзондовым методом. Данные профилометрии, оптической микроскопии, магнитоимпедансной спектроскопии и результаты исследования ферромагнитного резонанса получены и обработаны лично автором. Автором совместно с оператором проводились исследования на атомном силовом и сканирующем электронном микроскопе, с последующим анализом и представлением результатов. Лично автором были получены экспериментальные результаты исследований свойств пленок железа и пермаллоя и многослойных пленочных структур на основе пермаллоя в процессе модификации поверхности в ароматических сольвентах и особенности магнитного импеданса ГМИ-элементов с дефектным графеноподобным покрытием. Совместно с научным руководителем д. ф.-м. н. Г.В. Курляндской ранее предложенный д. ф.-м. н. А. П. Сафроновым (УрФУ) для наночастиц 3d металлов механизм низкотемпературной конденсации углерода автором настоящей работы был адаптирован для случая многослойных ГМИ-элементов, что позволило объяснить изменение ГМИ многослойных структур в результате модификации поверхности в метилбензоле. В качестве докладчика на всероссийских и международных конференциях автором были представлены все основные результаты настоящей работы.

Экспериментальные результаты исследований прототипов магнитных биодатчиков на основе ГМИ-наноструктур  $[\text{Cu}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_n/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$ , либо в присутствии образцов феррогеля в виде плоского цилиндра, либо покрытых слоем феррогеля были получены и представлены лично автором. Автор принимала непосредственное участие в проведении сравнительного анализа с данными расчета в рамках электродинамической аналитической модели отклика ГМИ многослойной пленки со слоем феррогеля,

полученными соавтором-теоретиком (д. ф.-м. н. Н. А. Бузниковым из НИИ природных газов и газовых технологий – Газпром ВНИИГАЗ) в ходе совместной работы. Также автор принимала участие в подготовке и лично представляла доклад по результатам данных исследований на международной конференции.

Финансирование 1-месячной стажировки в Университете Дуйсбурга-Эссена (Дуйсбург, Германия) немецко-российским сообществом междисциплинарных исследований G-RISC позволило автору лично провести исследования ферромагнитного резонанса пленочных структур. Автор получила грант на поездку и приняла участие в школе магнитного сообщества международного сообщества инженеров электроники и электротехники (IEEE) (2017, Сантандер, Испания). Для исследования температурной зависимости ГМИ на уникальном оборудовании в Иркутском государственном университете получен грант фонда М. Прохорова «Академическая мобильность-2016». Достижения автора отмечены стипендией Правительства РФ (2017 – 2020 год) и стипендией им. Б. Н. Ельцина (2017).

### **Связь работы с научными программами и темами**

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства образования и науки РФ по теме № 3.1362.2014 «Поиск, синтез и исследование атомной структуры и физических свойств новых сплавов и соединений на основе d- и f-переходных элементов перспективных для создания новых поколений магнитных материалов» (2014 – 2016 гг.), № 3.6121.2017 «Магнитные и электрические явления в магнитоупорядоченных средах с размерностью фазовых компонент от макро- до наномасштаба» (2017 – 2019 гг.), № FEUZ-2020-0051 (2020 г.), при поддержке грантов РФФИ № 15-32-50365 «Исследование особенностей низкотемпературного осаждения углеродных покрытий на поверхность пленок пермаллоя в нормальных условиях при взаимодействии с ароматическими сольвентами: фокус на биосенсорные приложения» (мол\_нр, 2015 г.), № 16-32-50064 «Создание и исследование пленочных наноструктур на

жестких и гибких полимерных основах, адаптированных к условиям магнитного биодетектирования» (мол\_нр, 2016 г.), № 18-32-00094 «Магнитные свойства и гигантский магнитный импеданс пленочных наноструктур со сложной симметрией: фокус на биоприложения» (мол\_а, 2018 – 2020 гг.) и гранта РФФИ № 18-19-00090 «Создание высокочувствительных пленочных сенсоров на основе гигантского магнитоимпедансного эффекта для магнитного детектирования в сфере биомедицинских приложений» (2018 – 2020 гг.).

### **Публикации**

По теме диссертации опубликовано 19 печатных работ, из них 15 — в изданиях, включенных в Перечень рецензируемых научных изданий, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией при Министерстве образования и науки Российской Федерации для опубликования основных научных результатов диссертаций.

### **Структура и объем диссертации**

Диссертация включает в себя введение, пять глав, заключение, список цитируемой литературы, список сокращений и условных обозначений. Общий объем работы составляет 191 страницу, включая 45 рисунков, 9 таблиц, 24 формулы и список использованных источников из 137 наименований.

# ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

## 1.1 Феноменология ГМИ эффекта

Развитие естественных наук повлекло за собой формирование специализированных областей знаний, развитие которых стимулируется как увеличивающейся теоретической базой, так и необходимостью ускорения перехода от научных разработок к практическим приложениям. Структура, процессы намагничивания, магнитотранспортные и транспортные свойства низкоразмерных и наноструктурированных систем представляют собой междисциплинарную область научного знания, которая активно формировалась в последние десятилетия на границах между физикой конденсированного состояния, физикой магнитных и электрических явлений и физикой магнитных материалов [1]. Эта наукоемкая область в первую очередь занимается созданием малоразмерных магнитных элементов, совместимых с обычной полупроводниковой электроникой и обладающих либо совершенно новыми, либо существенно расширенными функциональными характеристиками.

Одним из первых шагов, послуживших основой для создания малоразмерных магнитных элементов, стало открытие эффекта гигантского магнетосопротивления (ГМС) А. Фертом и П. Грюнбергом [27, 28]. Это открытие способствовало быстрому развитию технологии хранения информации, так как за необычайно короткий срок удалось перейти от лабораторных образцов к промышленному использованию эффекта ГМС в считывающих головках жестких дисков и высокочувствительных магнитных сенсорах. После открытия ГМС последовала серия открытий новых эффектов, таких как колоссальное магнетосопротивление, туннельное магнетосопротивление, гигантский магнитный импеданс. Именно исследованиям эффекта ГМИ и будет посвящена основная часть данной работы.

Изменение комплексного сопротивления ферромагнитного проводника  $Z(f)$  при протекании через него переменного тока высокой частоты  $f$  и при приложении внешнего постоянного магнитного поля ( $H_{en}$ ) называется явлением

магнитного импеданса. Полное сопротивление образца переменному току (импеданс) можно ввести с помощью уравнений электромагнитного поля как комплексную величину [29]:

$$Z(\omega) = R(\omega) + iX(\omega), \quad (1.1)$$

где  $R$  – это действительная,  $X$  – мнимая части полного импеданса,  $i$  – мнимая единица. Тогда:

$$|Z|^2 = |R|^2 + |X|^2. \quad (1.2)$$

При определенных условиях (при спин-переориентационных фазовых переходах [30]) эффект магнитного импеданса становится аномально велик. Для такого, аномально высокого эффекта, используется термин ГМИ. Факт существования зависимости полного импеданса от величины постоянного внешнего магнитного поля был установлен в 1935-1936 годах в работах П. Харрисона с соавторами [18-19] на железо-никелевых проволоках. Авторы верно описали наблюдаемый эффект как результат изменения величины магнитной проницаемости магнитомягкого материала, указали на связь с глубиной скин-слоя. Обнаруженное явление не вызвало специального интереса из-за несовершенства существующей технологии производства железо-никелевых проволок, получаемых волочением – не обеспечивался достаточный уровень воспроизводимости свойств получаемых материалов.

Для цилиндрического однородного образца при приложении внешнего поля вдоль его оси, зависимость импеданса от величины внешнего поля была теоретически описана Л. Д. Ландау и Е. М. Лифшицем («Курс теоретической физики. Том VIII. Электродинамика сплошных сред») [10]. Для однородной среды с постоянной проводимостью ( $\sigma$ ) и постоянной магнитной проницаемостью ( $\mu$ ), авторы рассмотрели проблему квазистационарных электромагнитных полей и предложили вывод формулы, основанный на решении уравнений Максвелла, для цилиндрического образца радиуса  $a$  и длины  $l$  без пренебрежения скин-эффектом:

$$Z = -\frac{i\omega}{c^2} L_e + \frac{1}{2} Rk \frac{J_0(ka)}{J_1(ka)}, \quad (1.3)$$

где  $c$  – это скорость света,  $L_e$  – внешняя часть самоиндукции провода,  $i$  – мнимая единица,  $R = l/\pi a^2 \sigma$ ,  $k = (1+i)/\delta$ , а  $J_0(ka)$  и  $J_1(ka)$  – функции Бесселя. В самом начале вывода данной формулы напряженность внешнего магнитного поля ( $H$ ) определена как зависящая от магнитной проницаемости  $\mu$ :

$$\Delta H = -\frac{4\pi\mu\sigma}{c^2} \frac{\partial H}{\partial t}. \quad (1.4)$$

Однако далее указывается, что для диа- и парамагнитных образцов величина магнитной проницаемости близка к единице (для ферромагнетиков с увеличением внешней частоты должна стремиться к единице при приближении к состоянию насыщения), поэтому в последующем выводе ее можно опустить. Таким образом, теоретические результаты, изложенные в работе [10], послужили теоретической основой для первых работ, экспериментально описывающих явление ГМИ [20-23].

В ходе разработок Института общей физики Академии наук СССР в Москве в 1991 году В. Е. Махоткин с соавторами создали датчик малых магнитных полей с чувствительным элементом в виде аморфной ленты FeCoSiB, который функционировал на основе изменения импеданса ленты под воздействием внешнего магнитного поля [20]. В вышеупомянутой работе термин «магнитный импеданс» введен не был, не обсуждалась и теоретическая составляющая наблюдаемого эффекта, но авторы предложили и создали работающий прототип датчика слабых магнитных полей. Следующей, в хронологическом порядке, опубликовала работу о «магнитоиндуктивном эффекте» группа К. Мори, предвосхитившая открытие ГМИ эффекта в 1994. Осознавая важность сообщаемых результатов, редакторы журналов, принадлежащих Американскому Физическому Институту (American Institute of Physics), опубликовали работы разных групп по данной теме практически одновременно [22-25].

Необходимо еще раз отметить важность существующего высокого уровня технологии получения магнитных материалов для развития научных представлений о высокочастотных электромагнитных эффектах. Эффект,

охарактеризованный как «гигантский», соответствует изменению МИ отношения на 100 % и более, хотя конкретная величина зависит от того, какое дать определение. В 1994 году выход на уровень ГМИ эффекта стал возможен благодаря тому, что к этому времени были созданы такие технологии производства проводящих ферромагнетиков с высокой магнитной проницаемостью, быстрозакаленных аморфных лент и аморфных проволок, которые обеспечивали стабильность основных характеристик материалов [31-32].

Развитие методов получения тонких пленок началось с открытия термовакuumного способа Лэнгмюра-Блоджетт в начале 20 века [33]. Этот метод далее быстро совершенствовался ввиду коммерческой востребованности, обусловленной повсеместным применением полупроводниковых приборов и транзисторов. В итоге он сформировался уже как метод молекулярно-лучевой эпитаксии (с конца 1960 г.) [34].

В данной работе пленочные образцы были получены методом ионно-плазменного распыления. Физическое распыление мишени или выбивание атомов (или кластеров) вещества с поверхности твердого тела и их переход в газовую фазу происходит из-за бомбардировки ионами рабочего газа при возникновении устойчивого разряда [34]. Одним из вариантов ионно-плазменного распыления является магнетронное распыление, при котором заряженные частицы локализованы магнитным полем вблизи мишени, в результате чего увеличивается количество выбиваемых атомов, их перенос к подложке происходит в условиях более низкого давления. На сегодняшний день уже исследованы и продолжают исследоваться такие факторы, влияющие на свойства получаемых тонких пленок, как состав мишени [35], пороговые энергии распыления [34], скорость напыления [36-37], состав инертного газа и угол распыления [38], рабочее давление, конкретные инженерные геометрии магнетронов [39].

Повышение качества вакуума в напылительной камере, а значит чистоты получаемых материалов, и повторяемость свойств образцов, а также расширение числа лабораторий, владеющих такими технологиями, стали важными факторами

в развитии не только технологии получения тонких пленок, но и физики наноразмерных систем в целом.

## **1.2 Особенности технологии получения пленочных структур с высокой магнитной проницаемостью и роль условий получения в формировании их структуры и магнитных свойств**

Явления гигантского магнитного импеданса и ферромагнитного резонанса тесным образом связаны с такими параметрами магнитных структур как магнитная анизотропия и динамическая магнитная проницаемость. Условием получения высоких значений ГМИ является одноосная магнитная анизотропия в плоскости пленочной структуры при низкой дисперсии локальных осей магнитной анизотропии. В качестве материала, позволяющего получать высокие значения  $\mu$  и хорошо выраженную одноосную анизотропию, широко применяется такой магнитомягкий материал как сплав железа и никеля ( $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  или пермаллой), обладающий близкой к нулю константой магнитострикции. Для пленок сплава железа и никеля  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  толщиной порядка 1 мкм характерно нанокристаллическое состояние с размером зерна порядка 20 нм [31]. В нанокристаллическом состоянии благодаря малому размеру зерна происходит усреднение локальной магнитокристаллической анизотропии [40].

Решение задачи по увеличению динамической магнитной проницаемости пленок пермаллоя и многослойных пленочных структур ключевым образом связано с особенностями магнитной анизотропии [41]. Ввиду выбора состава (сплав железа и никеля  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  обладающий близкой к нулю константой магнитострикции) и нанокристаллического структурного состояния наиболее существенную роль в случае рассматриваемых тонких пленок играет наведенная в ходе получения пленочных структур магнитная анизотропия в плоскости пленки. Одним из наиболее вероятных механизмов ее реализации считается направленное упорядочение пар атомов, впервые описанное Л. Неелем [42]: пары соседних

атомов ориентируются в образце вдоль направления, задаваемого внешним магнитным полем. Приложение магнитного поля в ходе формирования пленочного образца или последующая термомагнитная обработка позволяют сформировать одноосную магнитную анизотропию с заданным направлением оси легкого намагничивания при узком распределении локальных осей эффективной магнитной анизотропии [31].

Исследованию этого вопроса посвящено много фундаментальных и прикладных исследований [43-44]. Поскольку магнитная анизотропия является структурно-чувствительным фактором, через выяснение ее особенностей можно получить дополнительные сведения об особенностях структуры материала. В практических целях можно использовать следующие полезные оценки для величины начальной магнитной проницаемости  $\mu^*$  и коэрцитивной силы  $H_c$  [31]:

$$\mu^* \approx \frac{M_S^2}{K} \quad (1.5)$$

$$H_c \approx \frac{K}{M_S}, \quad (1.6)$$

где  $K$  – константа одноосной магнитной анизотропии. В случае одноосной магнитной анизотропии энергию магнитной анизотропии ( $E_m$ ) в зависимости от угла между вектором спонтанной намагниченности и осью легкого намагничивания ( $\varphi$ ), а также величину поля анизотропии  $H_a$  [31] можно записать:

$$E_m = -K \cos^2 \varphi, \quad (1.7)$$

$$H_a \approx \frac{2K}{M_S}. \quad (1.8)$$

В материалах с высоким эффектом ГМИ константа магнитострикции мала, однако для оценки внутренних или внешних напряжений используют следующее соотношение для величины константы магнитоупругой анизотропии [31]:

$$K = \lambda_s \sigma, \quad (1.9)$$

где  $\lambda_s$  – это магнитострикция насыщения и  $\sigma$  – механические напряжения.

Обсуждаемый в данной работе магнитоимпедансный эффект – это явление классической электродинамики, обусловленное существованием скин-эффекта,

т.е. неоднородным по сечению проводника распределением протекающего высокочастотного тока: импеданс ферромагнитного образца связан с величиной скин-слоя  $Z = Z(\delta)$ ; величина скин-слоя связана с величиной магнитной проницаемости  $\delta = \delta(\mu)$ ; при приложении внешнего магнитного поля изменяется величина магнитной проницаемости  $\mu = \mu(H)$  и, таким образом, в цепочке  $Z = Z(\delta(\mu(H)))$  становится очевидной связь  $Z = Z(H)$  – приложение внешнего магнитного поля вызывает изменение высокочастотного импеданса. Точное решение задачи нахождения зависимости величины импеданса от величины внешнего магнитного поля требует совместного решения системы уравнений Максвелла и уравнения Ландау-Лифшица для динамики намагниченности [29]. В общем случае система нелинейных дифференциальных уравнений аналитически не решается, но ее можно линеаризовать для малых отклонений вектора спонтанной намагниченности ( $M$ ) от положения равновесия [10].

С точки зрения приложений, помимо чувствительности эффекта ГМИ к внешнему магнитному полю, особо важное значение имеет и частота тока возбуждения, величина которой входит в выражение для скин-слоя (см. выражение 1.3). Для выполнения условия сильного скин-эффекта полутолщина однослойного пленочного образца должна быть сравнима с глубиной скин-слоя. Обычно при оценке высокочастотных эффектов условно выделяют три основных интервала частот: область низких частот, где в основном реализуется магнитоиндуктивный эффект:  $f < 100$  кГц; область высоких частот, где скин-эффект играет важную роль:  $100 \text{ кГц} \leq f < 100 \text{ МГц}$ ; область очень высоких частот, где присутствие доменных границ не играет заметной роли, но преобладает вклад от резонансных явлений:  $100 \text{ МГц} \leq f \leq 100 \text{ ГГц}$ . В интервале низких частот величины скин-слоя составляют порядка сотен микрон для всех типов материалов. Для высоких частот характерны величины скин-слоя порядка десятка микрон, а для сверхвысоких частот речь идет о глубине проникновения от нескольких микрон до нескольких десятков микрон.

Если отталкиваться от частот до 100 МГц, наиболее удобных для современной полупроводниковой электроники, то оптимальной будет толщина функционального пленочного элемента порядка 1 мкм [45]. Однако было установлено, что получение пленок пермаллоя такой толщины сильно осложняется существованием перехода в «закритическое» состояние [46-47], которое характеризуется формированием доменов типа «страйп» [48], наличием перпендикулярной компоненты магнитной анизотропии и высокой коэрцитивной силой. С последним фактором связана потеря высоких магнитомягких свойств и критическое снижение динамической магнитной проницаемости.

Для решения данной проблемы был предложен метод слоистого наноструктурирования [5] или замена толстого магнитного слоя на многослойную структуру, состоящую из магнитных слоев толщины меньшей, чем толщина перехода в «закритическое» состояние, разделенных тонкими магнитными [5] или немагнитными [49, 13] прослойками. В качестве примера экспериментального изучения свойств магнитных слоев, осажденных методом магнетронного распыления с тонкими немагнитными прослойками, можно привести работу [12]. Было установлено, что функциональные свойства пермаллоя, осажденного на слои Ti, Ta или Si выше, чем при напылении на слои MgO или Cu.

Однако окончательное решение вопроса о выборе прослоек находится в стадии исследования, так как кроме «макроскопического» вклада, отражающегося на кристаллографической структуре пленок [13], необходимо учитывать и более тонкие эффекты, такие как, например, влияние структуры интерфейсов или эффект магнитостатического взаимодействия (эффект «апельсиновой кожуры») [42, 50]. Толщина прослойки должна быть такова, чтобы обеспечивать отсутствие прямого обменного взаимодействия между магнитными слоями [51-52]. Заметим, что толщина прослойки зависит как от выбранного материала прослойки, так и от целого набора технических параметров установки, не всегда легко контролируемых, на которой многослойные структуры были получены. Минимальные толщины, при которых достигается сплошность прослойки,

составляют около 2 – 6 нм для таких элементов как медь, тантал и титан. Поэтому в каждом конкретном случае необходим поиск оптимальных толщин.

Само по себе введение тонких прослоек сопряжено с увеличением общей поверхности границ раздела, на которых взаимная диффузия может приводить, например, к уменьшению магнитного момента или переносу заряда. В работе [52] было теоретически и экспериментально установлено, что при степени смешения на границе раздела между пермаллоем и прослойкой меди или тантала в 12 %, магнитный момент никеля снижался до нуля. Кроме того, смешанные интерфейсы могут обладать повышенной шероховатостью, приводя к возникновению дополнительных вкладов в поверхностную энергию.

Оптимальная толщина магнитного элемента типа «сэндвич» с высоким магнитоимпедансным эффектом, как и сама конфигурация элемента, ранее довольно подробно исследовались в литературе как теоретически, так и экспериментально. А именно, конфигурация из двух магнитных слоев, разделенных проводящим тоководом, при толщине каждого из трех слоев порядка 500 нм приводила к достаточно высоким результатам [53, 5, 54]. Также обсуждались возможности использования ГМИ-элементов двух основных геометрий – с закрытым и с открытым [55] магнитным потоком (см. Рисунок 1). Несмотря на то, что теоретически гораздо более высокие значения магнитоимпедансного эффекта были предсказаны для «ГМИ-сэндвичей» с закрытым магнитным потоком, технологически реализовать это преимущество на практике оказалось довольно непросто. Связано это с существенным вкладом упругих напряжений и усиленной взаимодиффузией слоев вблизи тройных стыков, где пространственно совмещаются два магнитных слоя и проводящий центральный токовод. Поэтому на практике часто используется технологически более просто реализуемая геометрия с открытым магнитным потоком.

Толщина каждого отдельного магнитного слоя, даже если она не превосходит критическую толщину перехода в «закритическое» состояние, также является значимым параметром ввиду существующих толщинных зависимостей

особенностей границ магнитных доменов в однослойных пленках FeNi. В работе [48] проводился сравнительный анализ магнитостатических и магнитоимпедансных свойств для трех структур на основе сплава Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>: [FeNi/Ta]<sub>3</sub>/FeNi, [FeNi/Ta]<sub>7</sub>/FeNi, [FeNi/Ta]<sub>15</sub>/FeNi с толщиной каждого из магнитных слоев 100, 50 и 25 нм, соответственно. Следует отметить, что рассматриваемые структуры не имели центрального проводящего слоя, то есть не являлись классическими ГМИ структурами типа «сэндвич». Для рассмотренных структур было установлено, что максимальными ГМИ характеристиками обладает структура с толщиной магнитных слоев около 50 нм, и именно для этой толщины доменные границы представляли собой границы типа Нееля с «перетяжками» [56].

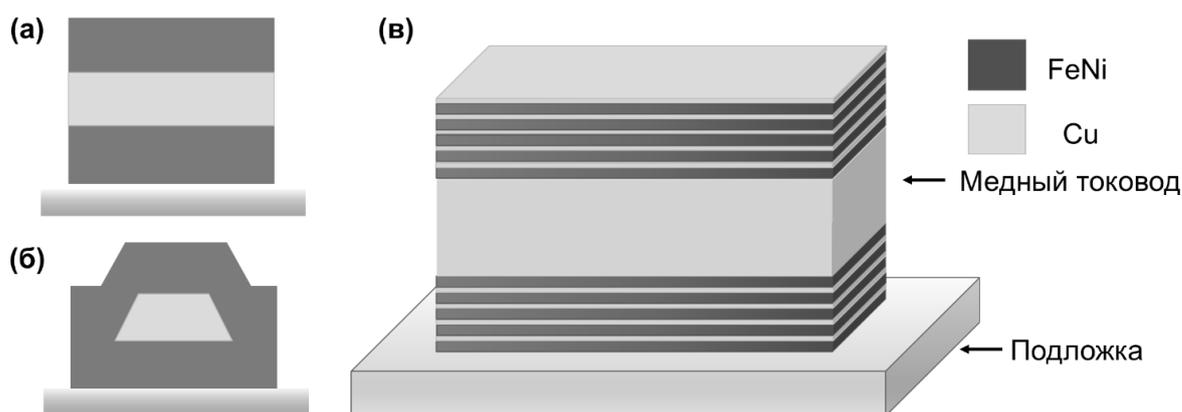


Рисунок 1 – Два основных вида пленочных ГМИ-структур: с открытым магнитным потоком (а), с замкнутым магнитным потоком (б). Пример ГМИ-многослойной структуры с открытым магнитным потоком (в).

В качестве подложек, на которые магнетронным распылением осаждают магнитные пленки, обычно используются такие материалы как стекло (например, Corning glass [57]) и монокристаллические полированные подложки кремния с оксидным покрытием и без него. Как уже ранее упоминалось, особенности структуры и текстуры пленок пермаллоя существенным образом влияют на статические и динамические свойства пленочных материалов. Одним из способов

влияния на процесс текстурообразования и структуру является использование буферных слоев. Для пленок пермаллоя толщиной около 500 нм ранее использовали буферные слои тантала, обеспечивающие хорошие структурные и магнитостатические характеристики пленок [58].

В современной электронике широко востребованы различные типы подложек, включая гибкие полимерные основы, которые особенно важны для разработки радиоэлектронных устройств с пониженной массой и биомедицинских устройств адаптивной геометрии. В работе [59] исследовалась зависимость структуры, электросопротивления и коэрцитивной силы пленок пермаллоя толщиной 13 – 190 нм от типа подложки – стекла, каптона, монокристаллического кремния различной кристаллографической ориентации (100) и (111). В результате было установлено, что в пленках, осажденных на каптон или кремний (111) формируется кристаллографическая текстура (111), хотя рост среднего размера зерна наблюдался только в случае напыления на каптон (в сравнении с размером зерна при напылении на стеклянные подложки). Подложки из каптона в данном случае выступают в качестве перспективного материала, обладающего необходимой гибкостью. Возможность отклонения формы сенсорного элемента от плоской для некоторых применений является конструкционным преимуществом, как и уменьшенная масса ввиду меньшей плотности полимерной основы в сравнении со стеклянными или кремниевыми подложками, но исследования многослойных тонких магнитных пленок, осажденных на полимерные основы, все еще ограничено представлены в научной литературе [60-61].

### **1.3 Особенности влияния температуры на магнитоимпедансные свойства многослойных тонких пленок**

Известно, что действенным способом изменения эффективной магнитной анизотропии является термическая обработка, различные виды которой широко используются для формирования функциональных свойств ферромагнетиков [44,

62]. Хотя вышесказанное, прежде всего, относится к достаточно высоким температурам, приводящим к термоактивации ряда физических процессов и изменениям структуры, хорошо известно, что и низкотемпературные термические обработки аморфных и нанокристаллических материалов могут оказывать заметное воздействие на особенности эффективной магнитной анизотропии [62].

Повышение и/или понижение температуры являются неотъемлемыми факторами окружающей среды, требованием условий эксплуатации компонент электроники и важным параметром, определяющим условия работы технических устройств, в том числе и конкретных детекторов магнитных полей. Если отрывочные данные о температурной зависимости ГМИ проволок, аморфных и нанокристаллических лент еще встречаются в литературе [5], то для случая многослойных пленочных ГМИ структур, за очень редким исключением [12], они практически отсутствуют. Следует дополнительно отметить, что большинство ранних исследований температурной зависимости ГМИ были сформулированы в терминах температурной стабильности эффекта, а для пленочных ГМИ-элементов исследования проводились лишь на простейших структурах типа FeNi/Cu/FeNi с замкнутым магнитным потоком.

#### **1.4 Некоторые аспекты СВЧ-исследований**

Пермаллой  $Fe_{20}Ni_{80}$  широко исследуется с середины прошлого века [16-17, 63]. Это – один из наиболее востребованных магнетиков с магнитомягкими свойствами, подвергающимися оптимизации в широких интервалах, востребованными для многочисленных приложений в пленочных индукторах, детекторах напряжений и слабых магнитных полей [64, 45, 60]. Как сплав с высокой магнитной проницаемостью, пермаллой исследуется в качестве материала для чувствительных элементов магнитоимпедансных детекторов. Динамическая магнитная проницаемость играет ключевую роль в формировании величины ГМИ эффекта. Ее особенности могут быть исследованы и с помощью такого явления как ферромагнитный резонанс (ФМР) [65, 66, 67]. Это особенно

важно при изучении материалов в виде тонких пленок. Использование ФМР для исследования динамических характеристик ГМИ пленочных структур может значительно облегчить разработку ГМИ-элементов ввиду того, что ФМР измерения в резонаторе осуществляются неконтактным методом.

Ранее в литературе в основном исследовались ФМР спектры однослойных пленок пермаллоя в интервале толщин до 100 нм [61, 66]. При этом большинство ранних работ было ориентировано на состав  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  с близкой к нулю константой магнитострикции. В последние годы возник интерес к пленкам  $\text{FeNi}$  различной толщины с незначительным отклонением от состава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  ввиду их возможных приложений в области пленочных ГМИ детекторов давления в микросистемных многофункциональных элементах [60, 68].

Исследование высокочастотных свойств тонких пленок и многослойных пленочных структур на гибких (полимерных) подложках является более сложной задачей и пока результаты носят скорее качественный характер. В работах [61, 69] рассматривались пленки железа. В работе [69] толщина пленки составляла 10 мкм и напыление проводилось на подложку из майлара. Майлар – это термопластик, наиболее распространённый представитель класса полиэфиров. Обсуждение было сфокусировано на проблеме влияния на свойства ферромагнитной пленки особенностей подложки, а степени добавок азота в атмосфере аргона в ходе напыления. В другом случае [61] толщины варьировались от 100 до 2000 нм, подложки также представляли собой майлар. Авторы зафиксировали дополнительные резонансы в полях ниже и выше резонансного поля при намагничивании пленки по нормали к поверхности и определили их как следствие интерференции пиков поглощения, связанных с магнетостатическими волнами.

### **1.5 ГМИ пленочные структуры с модифицированной поверхностью или покрытиями**

При создании сенсорных элементов, а особенно химических сенсоров, работающих в условиях повышенных требований к коррозионной устойчивости

материалов, важную роль играет возможность использования функциональных (в т. ч. защитных) покрытий. Интересным развитием данного направления стало исследование процесса низкотемпературной, т.е. протекающей при нормальных условиях, конденсации углерода на неpassивированных поверхностях наночастиц железа, никеля, пленок железа и пермаллоя при взаимодействии с рядом сольвентов, в том числе и метилбензолом [70-71]. Несмотря на то, что уже в первых работах был предложен возможный механизм создания дефектного графеноподобного покрытия в форме полициклических ароматических углеводородов, формирующихся по механизму катионной полимеризации, как вопрос о кинетике протекания процесса полимеризации, так и возможность протекания данного процесса на поверхности наноструктур другого типа (аморфных лент, тонких магнитных пленок и многослойных структур) оставался открытым [71].

В первых работах по вышеупомянутой проблеме использовались достаточно длительные времена модификации поверхности наночастиц (до 9 мес.), которые были мало совместимы с возможными технологическими приложениями функциональных покрытий. В этом контексте вопрос о возможности протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода с малым временем модификации поверхности 3d-металлов приобретает особую практическую значимость. Явление низкотемпературной конденсации углерода на поверхностях пленок 3d-металлов представляет особый интерес в свете возможности его использования для создания функциональных покрытий с новыми свойствами. Среди наиболее широко исследованных и применяемых пленочных магнитомягких материалов в первую очередь следует отметить пермаллой с близкой к нулю величиной константы магнитострикции [64, 17]. Углеродные покрытия могут быть особенно перспективны в устройствах, связанных с магнитным биодетектированием: как для расширения свойств магнитных маркеров, так и в качестве функционального покрытия сенсорных элементов [15].

## **1.6 Возможности применения ГМИ пленочных наноструктур в качестве чувствительного элемента специализированных детекторов слабых магнитных полей**

Магнитное биодетектирование для биомедицинских приложений и контроля параметров окружающей среды является быстро развивающейся областью междисциплинарных исследований, направленных на разработку новых методов оценки свойств биологических объектов, адресной доставки лекарств, локализации магнитных маркеров или вводимых имплантов. В этом контексте магнитные свойства биологических объектов привлекают особое внимание [72, 73, 74]. Биодатчик – это компактное аналитическое устройство, включающее чувствительный элемент, совмещенный с физико-химическим преобразователем для анализа биологических компонент [1]. Магнитный биодатчик – это компактное аналитическое устройство, в котором используются магнитные материалы и магнитное поле, играющее роль преобразователя. Три основных типа биодатчиков позволяют: а) проводить анализ электрических и магнитных свойств живых систем, тесно связанных с их функциональностью; б) проводить анализ специфических свойств биоаналитов; в) проводить анализ биосистем с магнитными маркерами.

Наноматериалы и магнитные наночастицы широко изучаются в свете их возможных биомедицинских приложений [75-76]. Современные измерительные приборы позволяют количественно оценить небольшие изменения магнитной восприимчивости, эффективной магнитной анизотропии в живой системе и значения магнитного поля, создаваемого внеклеточными электрическими токами. Тем не менее существует необходимость в улучшении их чувствительности, специфичности и в дальнейшей разработке многофункциональных детекторов на основе наноматериалов в форме миниатюрных аналитических систем [76-77].

Ранее было показано, что работа магнитных биодетекторов может быть организована на основе различных физических явлений как в режиме детектирования без магнитных маркеров [3-4, 78], так и с использованием

магнитных маркеров [7, 79-80]. Под магнитными маркерами понимаются магнитные наночастицы, химически связанные с детектируемыми биологическими объектами таким образом, что одной наночастице соответствует один объект. Важнейшим параметром, обеспечивающим успешную работу магнитного биодетектора, является чувствительность физического элемента к изменениям внешнего магнитного поля. В случае обнаружения магнитных маркеров датчик магнитного поля оценивает возмущения внешнего магнитного поля, вносимые совокупностью полей рассеяния магнитных маркеров, присутствующих в исследуемом биообразце [73, 81]. Для измерения концентрации магнитных наночастиц (МНЧ) в микрогидродинамической системе, после их внутриклеточного поглощения, или наночастиц, распределенных в тканях, необходимо иметь очень высокую чувствительность физического элемента по отношению к внешнему магнитному полю. Это требование связано с необходимостью учитывать магнитное поле, которое создается сферической суперпарамагнитной частицей, величина которого обратно пропорциональна кубу расстояния между центром этой частицы, как магнитного диполя, и точкой измерения [14].

В простейшем магнитном биодетекторе все рабочие расстояния между магнитными маркерами и поверхностью магниточувствительного элемента одинаковы и очень малы (порядка 1 нм) [82], и их интерпретация проста. В более сложных случаях, когда необходимо определять концентрацию МНЧ, встроенных в живые ткани, расстояния между МНЧ и поверхностью чувствительного элемента различаются, что требует проведения дополнительного моделирования и обработки сигналов. В этом случае чувствительность магнитного элемента по отношению к внешнему магнитному полю становится критическим параметром.

Исследования биологических объектов широко востребованы как в области мультидисциплинарных исследований, так и с практической точки зрения. В биофизических работах часто разрабатывают математические и физические модели, которые воспроизводят конкретные функции живой системы. Например,

синтетические гидрогели могут быть использованы в качестве модели структурной организации клеток и тканей [83-84]. Использование синтетических образцов позволяет улучшить статистику эксперимента и провести сравнение экспериментальных данных и модельных расчетов для случая детектирования суммарных полей рассеяния магнитных наночастиц внутри живых тканей.

Ранее [83, 84] было показано, что вместо биологических образцов могут быть использованы синтетические феррогели, т.е. шитые гидрогели с включенными в их матрицу магнитными наночастицами. При этом моделирование результатов первых экспериментов было существенно затруднено значительными размерами гелевых/феррогелевых образцов, что требовало повышенных компьютерных вычислительных ресурсов. В экспериментах, описанных в работе [83] гели и феррогели имели массу около 0,7 г и форму полуцилиндров. В экспериментах, описанных в работе [84], гели и феррогели помещали в полимерную капсулу, они имели небольшую массу (около 0,1 г) и форму близкую к цилиндрической, но зона детектирования занимала менее 30% всей площади ГМИ элемента в виде аморфной ленты. Поэтому в настоящей работе были использованы образцы гелей/феррогелей либо в форме тонких дисков, либо в форме полосок, что существенно снижало объем материала или упрощало проведение модельных расчетов, позволяя рассматривать образцы гелей/феррогелей как дополнительные покрытия. Исследование гелевого образца во всех случаях принципиально, т. к. при использовании высокочастотных эффектов во внимание принимается и магнитную и диэлектрическую проницаемости.

## **ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 1**

Гигантский магнитоимпедансный эффект привлекает внимание научного сообщества как метод исследования динамических магнитных свойств материалов, так и ввиду перспектив его применения в высокочувствительных элементах детекторов малых магнитных полей. Совершенствование технологии получения многослойных пленочных структур сделало возможным достижение

бóльшей чувствительности эффекта в том числе благодаря исследованиям в области физики магнитных явлений, прикладной электродинамики и радиоэлектроники. При этом материалы в тонкопленочном состоянии хорошо совместимы с существующей технологией получения электронных схем. Предложенная технология наноструктурирования пленочных элементов с магнитоимпедансным эффектом позволила существенно приблизить экспериментально получаемые значения эффекта к теоретически рассчитанным ввиду того, что существенно увеличивалась общая толщина магнитомягких пленочных элементов. При рассмотрении наноструктурированных пленочных материалов необходимо учитывать большое количество факторов, включая элементный состав, тип буферных слоев и подложки, параметры термомагнитной обработки, геометрию элемента, температуру рабочей среды, которые влияют на характеристики этих объектов, поэтому для установления взаимосвязи структурных и магнитных свойств необходимы обширные исследования.

Уже в первых исследованиях по ГМИ в конце XX века было предложено использовать эффект для детектирования малых магнитных полей, в том числе для определения концентрации биообъектов. Синтетические гидрогели и гели с включениями магнитных наночастиц, как альтернатива биологическим тканям, начинают активно использоваться в комплексных исследованиях ГМИ-элементами, как прототипами биодетекторов. При создании сенсорных элементов, работающих с коррозионно агрессивными средами, важную роль играют защитные и/или функциональные покрытия, в качестве которых могут выступать наноструктуры на основе углерода. Ранее был обнаружен процесс низкотемпературной конденсации углерода на поверхности наночастиц железа и никеля в метилбензоле, однако установление возможности протекания процесса и его особенностей для тонких пленок 3d-металлов, как двумерных объектов, позволило бы полнее описать данный процесс.

В данной работе была поставлена цель установить связи между особенностями структуры, статическими магнитными свойствами, особенностями

магнитной анизотропии и магнитоимпедансным эффектом в прямоугольных многослойных пленочных элементах на основе пермаллоя и получить среды с высоким ГМИ эффектом и высокой его чувствительностью к магнитному полю.

Для достижения цели работы были поставлены следующие конкретные задачи:

1) Исследовать многослойные пленочные элементы  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  (вблизи состава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ , обладающего близкой к нулю константой магнитострикции) при осаждении на жесткие и гибкие основы с различной толщиной и количеством магнитных слоев многослойной структуры, включая конфигурации с одинаковым и различным количеством магнитных слоев до и после центрального медного слоя;

2) Установить зависимости магнитных и магнитоимпедансных характеристик для  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  прямоугольных элементов с открытым магнитным потоком от толщины и количества магнитных слоев;

3) Определить условия протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленочных наноструктур на основе железа и никеля в метилбензоле и выявить особенности кинетики образования углеродного покрытия. Оценить статические и динамические свойства пленочных элементов после осаждения углеродного покрытия данного типа;

4) Установить зависимости магнитных свойств и магнитоимпедансного эффекта в пленочных многослойных элементах на основе пермаллоя от температуры и сделать выводы о механизме ее влияния;

5) Показать возможность магнитного детектирования с помощью магнитоимпедансных пленочных элементов на основе пермаллоя для практических приложений на примере прототипов датчиков давления и магнитных биодатчиков с использованием гидрогелей и феррогелей с различной концентрацией магнитных наночастиц.



## ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, ОБРАЗЦЫ, ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ

### 2.1. Пленки на основе пермаллоя и железа

#### 2.1.1 Магнетронное распыление

В качестве метода получения тонких пленок в данной работе был выбран метод ионно-плазменного распыления [31]. Напыление проводилось в атмосфере аргона чистотой 99,987 % на модернизированной отечественной установке вакуумного напыления УРЗМ.279.13. Давление остаточных газов составляло  $2 \times 10^{-6}$  мм рт. ст., рабочее давление аргона в камере –  $10^{-3}$  мм рт. ст., напряжение на мишени 1,5 кВ. В качестве подложек, на которые проводилось напыление пленочных структур, использовались стекло Corning glass, монокристаллические кремниевые пластины или пластины из циклоолефинового сополимера марки Zeonor [85], которые перед использованием подвергались ионной очистке. Все напыления производились на неохлаждаемые подложки. Многослойные структуры с составом, отличным от  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ , были получены на установке магнетронного распыления Orion 8 (AJA International Inc., США) в радиочастотном режиме. Рабочее давление аргона в камере составило  $10^{-3}$  мм рт. ст., давление остаточных газов после напыления  $4 \times 10^{-7}$  мм рт. ст., напряжение на мишени 350 В, мощность на мишени 150 Вт. Перед созданием серии пленок проводилась аттестация пробного образца, на котором по известным толщине, определенной при помощи контактного профилометра, и времени распыления с мишени данного состава определялась скорость напыления. Систематическая и случайная погрешности в определении скоростей осаждения составляли не более 5%. Для всех многослойных образцов и большинства одно- и двуслойных образцов в процессе напыления использовалось технологическое магнитное поле напряженностью 250 Э, однородное в зоне подложки и прикладываемое в плоскости пленочной структуры, перпендикулярно длинной стороне элемента. Технологическое поле создавалось с помощью магнитной системы, основу которой составляли магниты на основе фазы  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ . Для каждого из

направлений исследований была получена отдельная серия пленочных образцов, особенности каждой из которых позволяли решать конкретные поставленные задачи.

Первая серия исследованных образцов – это многослойные пленочные структуры с толщиной магнитных слоев равной либо 50, либо 100 нм. При этом количество магнитных субслоев над центральным слоем меди могло быть как равным, так и неравным количеству магнитных субслоев под центральным слоем меди (Таблица 2.1). Выбор толщин магнитных слоев, материалов прослоек (меди и титана) и их толщин при получении многослойной ферромагнитной структуры был сделан на основе литературных данных. Прежде всего отметим, что ранее наиболее высокий ГМИ эффект наблюдался при равных толщинах верхнего и нижнего ферромагнитных слоев и центрального неферромагнитного проводника [66], для последнего, как правило, выбирают медь, т. к. и золото, и серебро с точки зрения цены малоконкурентны для широких практических приложений.

Электропроводность тонких слоев меди или титана близка, а их введение предотвращает сквозной рост столбчатой структуры через слои пермаллоя, т.к. при хорошо подобранной толщине меди (около 3 нм) [86, 5] или титана (около 6 нм) [13], особенности их кристаллографии обеспечивают начало независимого формирования каждого магнитного субслоя, осаждаемого на каждую прослойку. При толщине прослойки титана в 6 нм и прослойки меди в 3 нм возможность прямого обменного взаимодействия между магнитными слоями исключается, но так называемый эффект «апельсиновой кожуры» приводит к слабой магнитостатической связи между соседними магнитными слоями и замыкания магнитного потока между слоями [49, 51]. Титан более предпочтителен по сравнению с медью с точки зрения формирования острой кристаллографической текстуры пермаллоя с малой дисперсией осей легкого намагничивания [37], но использование дополнительного материала в одной многослойной структуре имеет и свои недостатки. Использование в процессе напыления пермаллоя, титана и меди требует работы с тремя мишенями в вакуумной камере. Кроме того,

многократные переключения с материала на материал повышают вероятность сбоя напылительной системы и увеличивают разброс индивидуальных параметров каждого из осаждаемых слоев. Хотя современные системы ионно-плазменного распыления позволяют решать подобные задачи, работа с меньшим количеством мишеней является положительным технологическим фактором.

Таблица 2.1 – Образцы серии пленочных структур для исследования магнитоимпедансных свойств. Для серии Т толщина слоев: FeNi 100 нм, центрального слоя меди 500 нм, тонких прослоек титана 6 нм. Для серии S: FeNi 50 нм, центрального слоя меди 500 нм, толщина тонких прослоек меди 3 нм

Обозначение	Тип образца
S1	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>9</sub>
S2	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>7</sub>
S3	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>4</sub>
S4	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>2</sub>
S5	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>1</sub>
S6	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>12</sub>
S7	[FeNi/Cu] <sub>9</sub> /FeNi/Cu/FeNi/[Cu/FeNi] <sub>11</sub>
T1	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti] <sub>5</sub>
T2	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti] <sub>4</sub>
T3	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti] <sub>3</sub>
T4	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti] <sub>2</sub>
T5	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti]
T6	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti/Cu/Ti
T7	[Ti/FeNi] <sub>5</sub> /Ti

Для исследования магнитоимпедансных свойств образцов была приготовлена серия многослойных пленочных структур пермаллоя с прослойками меди или

титана. Образцы получали напылением через металлические маски в виде полосок геометрических размеров 1 мм × 15 мм. Использовались сплавная мишень состава Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>, мишени Ti и Cu, напыление проводилось на стеклянные и полимерные подложки. В многослойных структурах варьировалось число магнитных слоев.

Вторая серия образцов – это пленочные структуры с незначительно варьируемым составом сплава FeNi (Таблица 2.2).

Таблица 2.2 – Обозначение (№) и состав многослойных структур с варьируемым составом в сплаве Fe<sub>x</sub>Ni<sub>100-x</sub>. В скобках указана толщина слоев в нанометрах

№	Тип образцов
F1	[Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (50)/Cu(3)] <sub>9</sub> /Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (50)/Cu(500)/[Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (50)/Cu(3)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (50)] <sub>9</sub>
F2	Ta(5)/[Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)] <sub>9</sub> /Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(5)/Cu(500)/ Ta(5)/[Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)] <sub>9</sub> /Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)
F3	Ta(5)/[Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)/Ta(3)] <sub>9</sub> /Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)/Ta(5)/Cu(500) /Ta(5)/[Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)/Ta(3)] <sub>9</sub> /Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)
F4	Ta(5)/[Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)] <sub>2</sub> /[Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)/Ta(3)] <sub>6</sub> / Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)/Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(5)/Cu(500)/Ta(5)/[Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)] <sub>2</sub> / [Fe <sub>11</sub> Ni <sub>89</sub> (50)/Ta(3)] <sub>6</sub> /Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)/Ta(3)/Fe <sub>13</sub> Ni <sub>87</sub> (50)

Сравнительный анализ проводился для многослойной структуры на основе сплава Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>, традиционного состава (с близкой к нулю константой магнитострикции), полученной при помощи мишени соответствующего состава, и структур, получение которых проводилось при совместном распылении мишени Fe<sub>13</sub>Ni<sub>87</sub> и мишени чистого железа. Остальные параметры были идентичны указанным в начале раздела для установки Orion 8. Указанный состав образцов был определен при помощи рентгеновского флуоресцентного спектрометра на полном отражении Nanohunter (Rigaku Corporation, Япония).

Третья серия образцов – это пленочные структуры на основе пермаллоя для исследования ферромагнитного резонанса (Таблица 2.3). Образцы были приготовлены без применения масок, так как получение ФМР спектров проводилось в резонаторе, с оптимальным для образца размером 2 мм × 2 мм. В качестве варьируемых параметров выступали толщина магнитных слоев (50, 100 и 500 нм) и состав магнитного слоя  $Fe_xNi_{100-x}$  ( $x = 20, 17, 15, 12 \%$ ) (Таблица 2.3). Сравнительный анализ ФМР спектров проводился для многослойных структур с тремя и пятью магнитными слоями, разделенными немагнитными прослойками, которые были напылены на стеклянные подложки или на подложки из циклоолефинового сополимера.

Таблица 2.3 – Образцы пленочных структур, которые исследовались методом ферромагнитного резонанса. Тип подложки, на который напылялись структуры, обозначен как: С – стеклянные, П – подложки из циклоолефинового сополимера

Обозначение	Структуры, в скобках толщина слоев в нанометрах	Обозначение	Структуры, в скобках толщина слоев в нанометрах
A1	C/Ta(5)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (50)	B1	C/Ta(5)/Fe <sub>17</sub> Ni <sub>83</sub> (50)
A2	C/Ta(5)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (100)	B2	C/Ta(5)/Fe <sub>17</sub> Ni <sub>83</sub> (100)
A3	C/Ta(5)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (500)	B3	C/Ta(5)/Fe <sub>17</sub> Ni <sub>83</sub> (500)
C1	C/Ta(5)/Fe <sub>15</sub> Ni <sub>85</sub> (50)	D2	C/Ta(5)/Fe <sub>12</sub> Ni <sub>88</sub> (100)
C2	C/Ta(5)/Fe <sub>15</sub> Ni <sub>85</sub> (100)		
C3	C/Ta(5)/Fe <sub>15</sub> Ni <sub>85</sub> (500)		
M1	C/[Cu(3)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (100)] <sub>3</sub> /Cu(3)	M3	П/[Cu(3)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (100)] <sub>3</sub> /Cu(3)
M2	C/[Cu(3)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (100)] <sub>5</sub> /Cu(3)	M4	П/[Cu(3)/Fe <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub> (100)] <sub>5</sub> /Cu(3)

Четвертая серия – это образцы пленок пермаллоя и железа для исследования процесса низкотемпературной конденсации дефектного графеноподобного покрытия. Условия получения образцов данной серии несколько отличались от условий получения остальных серий ввиду необходимости выяснения роли атмосферного кислорода, контакт с которым был неизбежен для пленок железа или пермаллоя, полученных по стандартному протоколу. Для исследования процесса низкотемпературной конденсации дефектного графеноподобного покрытия был отработан специальный протокол, особенности которого представлены ниже (раздел 2.2 и глава 3). После напыления образцы нарезались на прямоугольники  $1\text{ см} \times 2\text{ см}$ , один из которых оставался на воздухе, как контрольный, а второй помещался в ароматический сольвент (метилбензол). Для пленок железа толщиной 100 нм и 300 нм время выдержки составило 1 год, для пленок пермаллоя толщиной 100 нм и 300 нм время выдержки составило 6 месяцев. Для установления влияния атмосферного кислорода на процесс низкотемпературной (при комнатной температуре и атмосферном давлении воздуха) конденсации углерода были подготовлены пленки железа. Образцы помещались в метилбензол сразу после окончания процесса напыления по специально разработанному протоколу, позволяющему избежать прямого контакта с атмосферным кислородом (детали протокола подробно описаны в разделе 2.2.).

Определение кинетики осаждения углерода в процессе его низкотемпературной конденсации с образованием дефектного графеноподобного покрытия проводилось на серии пленочных структур, напыленных с использованием сплавной мишени состава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  с осаждением на кремниевые подложки. Напыление проводилось во внешнем магнитном поле 100 Э. Размеры получаемых пленочных образцов по пространственным измерениям ширина  $\times$  длина  $\times$  толщина составляли  $10\text{ мм} \times 18\text{ мм} \times 170\text{ нм}$ . Предварительный вакуум составлял  $3,0 \times 10^{-7}$  мбар, рабочее давление аргона  $3,8 \times 10^{-3}$  мбар. В качестве контролируемых параметров были выбраны: время выдержки в метилбензоле и

время «задержки», т.е. время, прошедшее после напыления пленки до помещения в метилбензол при условии хранения образцов в прямом контакте с атмосферным кислородом. В последнем случае использовали два времени «задержки»: 2 недели или 1 месяц. Также были образцы, помещенные в метилбензол сразу после окончания процесса напыления. Количество недель, которое образец находился в метилбензоле, варьировалось от 2 до 11 недель. В качестве контрольного использовался образец (Zero), не погружавшийся в метилбензол, то есть хранившийся при атмосферных условиях содержания кислорода.

Для исследования магнитоимпедансных свойств были отобраны многослойные структуры из серии 1, контрольный образец не помещался в метилбензол, другие исследуемые структуры исследовались с использованием автоматизированного комплекса по измерению магнитного импеданса до помещения в ароматический сольвент метилбензол и после выдержки в нем в течение 14, 25 и 53 дней.

### **2.1.2 Методы исследования структуры тонких пленок**

Поскольку номинальная толщина образца может несколько отличаться от реальной, на контактном профилометре Dektak 150 (Veeco, США) проводились дополнительные исследования толщины и шероховатости поверхности пленочных образцов. На данной модели профилометра может быть получен двумерный профиль поверхности образца с точностью 0,1 %. Для большинства проведенных сканирований были установлены следующие параметры: длина сканируемого участка 300 мкм, длительность сканирования 20 с, прикладываемая стилусом сила 3 мг, радиус закругления стилуса 12,5 мкм. В качестве величины шероховатости поверхности в данной работе принималось среднее арифметическое отклонение профиля  $R_a$ , которое было рассчитано в программном обеспечении Dektak 150, как:

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i|, \quad (2.1)$$

где  $n$  – количество рассматриваемых профилей,  $y_i$  – отклонение величины профиля в данной точке от средней линии рассматриваемого профиля.

Шероховатость и особенности профиля структур до и после модификации в метилбензоле были исследованы при помощи сканирующего зондового микроскопа SmartSPM (Aist-NT, Россия) [87]. Работа проводилась в полуконтактной моде, то есть при сканировании поверхности кантилевером с радиусом закругления острия 10 нм при частоте колебания балки 236 кГц. В нижнем полупериоде колебаний кантилевер касался поверхности образца, что приводило к сдвигу амплитудно-частотной и фазово-частотной характеристик зонда силой, действующей со стороны поверхности. Основным элементом регистрирующей системы выступал инфракрасный лазер с длиной волны 1300 нм.

Для определения фазового состава и структуры тонкопленочных структур использовался рентгеноструктурный анализ (РСА). Общий принцип работы рентгеновских дифрактометров заключается в определении структуры посредством детектирования распределения в пространстве и интенсивности рентгеновского излучения, рассеянного на анализируемом объекте. Рентгенодифракционный спектр был представлен как система дифракционных максимумов, полученных под определенным углом падения излучения к плоскости образца, называемым углом отражения  $\theta$ . Эти характеристики сопоставлялись с доступными базами рентгенометрических данных для определения фазового состава объекта. В ходе обработки измерений были получены значения межплоскостных расстояний и параметры элементарной ячейки материала.

Состав и структура тонкопленочных образцов с разным типом буферного слоя исследовался с помощью дифрактометра D8 DISCOVER (Bruker, США). На оборудовании был установлен детектор 1-D LynxEye (активная длина в  $2\theta$   $2,7^\circ$ ) для получения рентгеновских дифрактограмм высокого разрешения (при длине излучения Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$  нм)), а также зеркало Гёбеля, 2-х и 4-кратные Ge монохроматоры для получения строго монохроматического пучка с углом

расходимости не выше  $0,007^\circ$ . Образец был установлен в четырехкружном гониометре с автоматически управляемой ступенью вращения как образца, так и источника излучения. Данные были собраны для отражений  $2\theta$  в плоскостях (110), (200) и (211) при  $45,2^\circ$ ,  $65,2^\circ$  и  $82,8^\circ$ , соответственно, с использованием фиксированного режима и времени на ориентацию 20 с. Для построения полюсных фигур данные получали в стандартном режиме с шагом  $5^\circ$  в каждом из трех пространственных измерений (3456 общих ориентаций).

Распределение состава пленок пермаллоя по глубине (в разрушающем режиме измерения) после длительной модификации в метилбензоле было определено при помощи рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФС) на установке Phoibos 150 (SPECS Surface Nano Analysis, Германия) с детектором 1D-DLD с монохроматическим источником излучения Al-K $\alpha$  (1486,6 эВ). Данные получали при углах  $35^\circ$ ,  $60^\circ$  и  $90^\circ$ , при передаваемой на трубку энергии 20 эВ, с шагом 0,1 эВ и временем задержки 0,1с.

Значительный объем представленных в работе рентгеноструктурных данных был получен на автоматизированном дифрактометре X'PERT PRO (PANalytical, Нидерланды) при параметрах 40 кВ и 40 мА в диапазоне углов  $2\theta$ , в качестве источника использовался вторичный монохроматор на Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 0,154$  нм) и твердотельный детектор PIXcel (активная длина в  $2\theta$   $3,347^\circ$ ). Анализ пиков проводился при помощи программы WinPLOTR без дополнительного построения структурной модели.

В случае некоторых образцов в сериях многослойных пленочных структур их состав определяли с помощью рентгеновского малоуглового флуоресцентного спектрометра Nanohunter (Rigaku Corporation, Япония). Данный спектрометр позволяет анализировать элементы от Al до U и имеет предел обнаружения на уровне 1012 атомов в  $\text{см}^2$ . К достоинствам данного прибора относилась простота подготовки образцов и небольшая длительность анализа – не более 30 минут для одного образца. Исследования проводились как при помощи молибденовой, так и медной рентгеновских трубок.

Определение состава и особенностей морфологии поверхности пленочных образцов проводилось на растровых электронных микроскопах (РЭМ) моделей JSM-6390LV и JSM-6490 LV (JEOL, Япония) с приставками энергодисперсионной спектроскопии (EDX) моделей X-Act 51-ADD0098 и Inca Energy 350 (Oxford Instruments, Великобритания), соответственно. Растровая электронная микроскопия относится к классу методик, при использовании которых в качестве кантилевера выступает электронный пучок, фокусируемый электронными линзами. Ускоряющее напряжение в исследованиях, проводимых в рамках настоящей работы, варьировалось в интервале 10–20 эВ. При помощи дополнительных анализирующих приставок типа энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии измерялись энергии эмиссии рентгеновского спектра с разрешением 133 эВ.

Определение состава и массы сформировавшегося графеноподобного углеродного покрытия проводилось методом дифференциального термического анализа с термогравиметрией на установке STA-409 (Netzsch, Германия), которая состояла из термоанализатора STA 409 PC и масс-спектрометра QMS 403 C. Исследуемый образец нагревался с заданной скоростью, для получения временной зависимости разницы температур между этим образцом и эталоном – термически инертным веществом [88]. По характерным для фазовых превращений изменениям массы устанавливались протекающие в камере химические реакции и, соответственно, элементы, для которых эти реакции характерны. Для получения образцов в виде таблеток с размером, равным диаметру алундовых тиглей, пленки измельчались с помощью стальной матрицы. Измерения проводились при продуве воздухом 60 мл/мин, температура повышалась с шагом 10 °С/мин.

### **2.1.3 Методы исследования статических магнитных свойств**

Исследование магнитных свойств тонких пленок в данной работе проводилось с использованием следующих методик: вибрационный магнитометр

7407 VSM (Lake Shore Cryotronics Inc., США), магнитооптический Керр-микроскоп (Evico magnetics, Германия), и магнитооптический микроскоп на основе осциллографа C1-83, магнитоизмерительный комплекс MPMS XL7 (Quantum Design Inc., США) с первичным преобразователем на основе СКВИД, установка для измерения магнитосопротивления четырехзондовым методом.

Гистерезисные свойства исследовались в интервале полей от -150 Э до 150 Э при помощи вибрационного магнитометра. Измерения проводились при расположении образца на держателе таким образом, чтобы внешнее магнитное поле было направлено в плоскости пленки (либо вдоль оси легкого намагничивания (ОЛН), либо перпендикулярно ОЛН), а также перпендикулярно плоскости пленки. Для одной из многослойных структур (при измерениях с помощью СКВИД-магнитометра) было использовано два режима изменения напряженности магнитного поля: с обратной связью («point by point») и без таковой («scan»), а также варьировалось время усреднения измеряемого сигнала при фиксированном значении магнитного поля (с усреднением в течении 0,5 и 10 секунд на измерение одного значения). Для каждой структуры определялись такие физические величины, как намагниченность насыщения  $M_S$  и коэрцитивная сила  $H_c$  (Рисунок 2.1).

Магнитооптические исследования проводились в режиме меридионального эффекта Керра [89]. Анализировалась компонента намагниченности, параллельная вектору распространения световой волны. Основой измерительной системы являлся поляризационный микроскоп (Carl Zeiss, Германия) высокого разрешения, линейные размеры области наблюдения 0,1-5 мм, который включал фотокамеру с разрешением 1344 x 1024 пкс. Источниками света являлись светодиоды ( $\lambda \sim 450$  нм) с высокой интенсивностью излучения.

Измерение дисперсии осей локальной магнитной анизотропии было проведено на универсальной магнитооптической установке [90] в режиме меридионального эффекта Керра. Методика численного определения дисперсии осей магнитной анизотропии заключалась в сравнении площадей

антипараллельных доменов, на которые разбивался образец при снятии насыщающего поля, перпендикулярного ОЛН. При повороте намагничивающей системы из положения с максимальной амплитудой сигнала (при  $\vec{H}$  вдоль ОЛН) на некоторый угол нарушалось равенство площадей локальных зон, перемагничивающихся по и против часовой стрелке, и наблюдаемая амплитуда была пропорциональна разности площадей. В данной работе проводилось измерение угла  $\alpha_{90}$  между полем и осью, перпендикулярной ОЛН, когда 90% локальных зон перемагничивались по часовой стрелке и наблюдаемая амплитуда сигнала составляла 90% от максимальной.

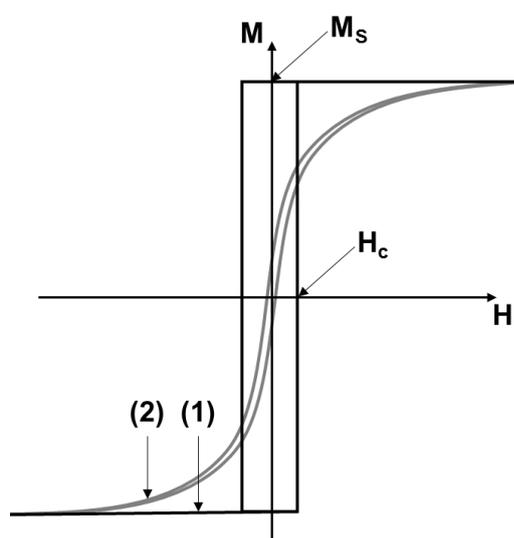


Рисунок 2.1 – Схематичное изображение петли гистерезиса, как зависимости намагниченности  $M$  от величины внешнего поля для тонкой пленки с наведенной одноосной магнитной анизотропией с указанием намагниченности насыщения  $M_s$  и коэрцитивной силы  $H_c$ , (1) – при приложении внешнего магнитного поля вдоль оси легкого намагничивания, (2) – при приложении внешнего магнитного поля перпендикулярно оси легкого намагничивания.

Измерение магнетосопротивления проводилось при помощи четырехзондовой методики. На плоской поверхности пленочного образца вдоль прямой линии размещали четыре металлических зонда с малым радиусом,

который был много меньше расстояния между зондами. Через внешние зонды пропускался электрический ток, а на внутренних зондах измерялась разность потенциалов. Измерение проводилось при приложении внешнего магнитного поля  $\vec{H}$ , создаваемого катушками Гельмгольца, параллельно и перпендикулярно ОЛН.

Измерения гистерезисных свойств проводились на магнитоизмерительном комплексе MPMS XL7 (Quantum Design Inc., США) с первичным преобразователем на основе СКВИД (СКВИД-магнитометр). Применялось два режима установления внешнего магнитного поля: «No Overshoot» и «Hysteresis mode». Измерение в режиме «No Overshoot» позволяло исключить влияние шумов от источника питания. Измерения на СКВИД-магнитометре проводились с использованием RSO-транспорта (RSO - reciprocating sample option), более чувствительного по сравнению с DC-транспортом. Образец совершал колебания с частотой 1 Гц через градиентометр второго порядка. Длина перемещения образца составляла 4 см через измерительные витки градиентометра. Для каждой точки проводилось усреднение по 20 измерениям.

#### **2.1.4 Магнитодинамические характеристики: измерение в высокочастотном и сверхвысокочастотном диапазоне**

Магнитодинамические характеристики тонких пленок и многослойных пленочных структур на основе пермаллоя исследовались как в области высоких частот (1 – 400 МГц), так и в области сверхвысоких частот (9,4 ГГц).

В области высоких частот анализ импеданса проводился на измерительном комплексе, который включал анализатор импеданса e4991A (Agilent, США) с вынесенными гибким коаксиальным кабелем, нагрузкой 50  $\Omega$  и держателем для образца типа микрополосковая линия передачи (МПЛ), а также источник питания НР и катушки Гельмгольца или соленоид. Все компоненты управлялись с персонального компьютера при помощи программного обеспечения LabView (National Instruments Corporation, США).

Ключевой элемент при исследованиях с помощью анализатора импеданса — это электрическая цепь или линия, которая включала в себя изучаемый объект. При измерении в высокочастотном интервале, то есть в режиме, когда длина цепи сравнима с длиной электромагнитной волны, линия рассматривалась как линейная в соответствии с ранее предложенной в работе [91] для цепи с распределенными параметрами. Для расчета импеданса  $Z$  использовался коэффициент отражения  $\Gamma$  [91]:

$$\Gamma = \frac{Z - Z_c}{Z + Z_c}, \quad (2.2)$$

где  $Z_c$  — характеристический импеданс волновода. Для извлечения значения импеданса исследуемого объекта необходимо учесть, что приведенный выше коэффициент отражения включает в себя также коэффициенты отражения каждого участка электрической цепи (а именно разъемов SMA-N, SMA и заземленного основания МПЛ) и зависит от константы волновода. Для определения этого коэффициента проводилась процедура калибровки в нескольких режимах: 1) режим холостого хода, то есть когда величина нагрузки стремилась к бесконечности (реализуется в открытой схеме) и определялся коэффициент отражения для участка цепи «до» МПЛ; 2) режим короткого замыкания, для определения распределения токов в цепи «до» МПЛ; 3) режим нагрузки, когда величина нагрузки в точности равнялась характеристическому импедансу волновода [92]. Учет подключенного характеристического импеданса и коэффициента отражения в плоскости измерений позволял установить коэффициент отражения  $\Gamma_m$ , связанный только с образцом, а значит и величину импеданса, соответствующую вкладу самого образца:

$$Z_m = \frac{1 + \Gamma_m}{1 - \Gamma_m}. \quad (2.3)$$

С одной стороны, в МПЛ электромагнитное поле концентрировалось между микрополоской и заземленным основанием (Рисунок 2.2), за счет чего уменьшались потери на излучение [93]. С другой стороны, в данной конфигурации присутствовали продольные компоненты напряженностей

электрического и магнитного полей, что усложняло получение численных решений для такой линии. Для проведения исследований в диапазоне сверхвысоких частот обычно используются держатели типа копланарной линии передачи, в которых расчеты сводятся к решению электростатической задачи. В данной работе МПЛ располагалась на достаточно широкой диэлектрической подложке (текстолит). Фиксация образца на держателе осуществлялась при помощи серебряного проводящего клея, наносимого как на образец, так и на контактные площадки, к которым, в свою очередь, были припаяны разъемы типа SMA S-P2152 («SubMiniature version A»).

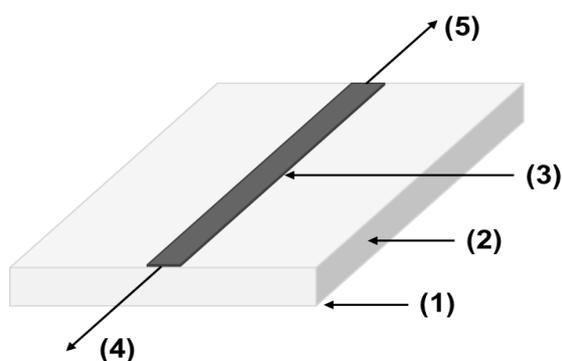


Рисунок 2.2 – Держатель для образца типа «микрополосковая линия». (1) – заземленное основание, (2) – диэлектрик, (3) – микрополосковый проводник, (4) – SMA разъем, который соединен с генератором, (5) – SMA разъем, который соединен с нагрузкой.

Исследование тонкопленочных образцов проводилось в конфигурации продольного магнитоимпедансного эффекта, т.е. в геометрии, когда внешнее магнитное поле, создаваемое катушками Гельмгольца, и направление протекания переменного тока через образец были сонаправлены. В ходе исследования проводились как калибровка измерительного комплекса e4991A (разъем SMA-N) при помощи стандартных образцов в режимах «разомкнутая цепь», «короткое замыкание» и «нагрузка» без гибкого соединительного кабеля, так и калибровка в тех же режимах при подключении гибкого кабеля. Внешнее магнитное поле  $H$

варьировалось от – 110 Э до 110 Э, амплитуда управляющего переменного тока равнялась 10 мА, частота управляющего переменного тока  $f$  варьировалась от 0,3 до 400 МГц. Погрешность в определении составляющих импеданса находилась в пределах 2 % [94].

В качестве выходных параметров выступали два трехмерных массива зависимости действительной компоненты импеданса  $R(f, H)$  и мнимой компоненты  $X(f, H)$ . В данной работе, исключительно для удобства сравнения с данными других исследователей, результаты измерений магнитоимпедансного эффекта представлены преимущественно в виде относительного изменения полного импеданса, его действительной и мнимой компонент (магнитоимпедансного отношения импеданса  $Z$  и его компонент  $R$  и  $X$ ):

$$\Delta Z/Z = 100\% \times [ |Z(H)| / |Z(H_{max})| - 1 ] / |Z(H_{max})|, \quad (2.4)$$

$$\Delta R/R = 100\% \times [ |R(H)| / |R(H_{max})| - 1 ] / |R(H_{max})|, \quad (2.5)$$

$$\Delta X/X = 100\% \times [ |X(H)| / |X(H_{max})| - 1 ] / |X(H_{max})|. \quad (2.6)$$

Участок линейной зависимости  $\Delta Z/Z(H)$ , или  $\Delta R/R(H)$ , или  $\Delta X/X(H)$  в области магнитных полей 1-10 Э, где наиболее значительно изменяется магнитоимпедансное отношение, рассчитанное для импеданса и его компонент, называется рабочим интервалом (РИ), а его центр называется рабочей точкой. Чувствительность исследуемого тонкопленочного элемента по отношению к внешнему магнитному полю определялась как величина изменения ГМИ отношения на единицу магнитного поля:

$$S(\Delta Z/Z) = \Delta Z/Z/\Delta H, \quad S(\Delta R/R) = \Delta R/R/\Delta H, \quad (2.7)$$

где  $\Delta H = 0,1$  Э.

Исследования ферромагнитного резонанса в области сверхвысоких частот были проведены по стандартной методике на спектрометре электронного парамагнитного резонанса X-диапазона Elexsys II E500 (Bruker BioSpin Corporation, США) в резонаторе при частоте  $f \approx 9,4$  ГГц (в университете Дуйсбург-Эссен, Германия). Программное обеспечение позволяло проводить обработку спектров ФМР, то есть исследовать зависимость поглощающейся в

резонаторе мощности от величины внешнего постоянного магнитного поля. Для каждого образца, упомянутого в Таблице 2.3, были получены спектры ФМР при различной ориентации внешнего подмагничивающего поля  $\vec{H}$ , ориентированного относительно вектора нормали к поверхности пленки  $\vec{n}$ , от положения  $\vec{H} \perp \vec{n}$  до  $\vec{H} \parallel \vec{n}$  (Рисунки 2.3(а) и 2.3(б), соответственно). Далее будут обсуждаться две наиболее важных величины резонансного поля:  $H_{res} = H''$  для конфигурации (1) внешнего поля относительно пленочной структуры и  $H_{res} = H^\perp$  для конфигурации (2) внешнего поля относительно пленочной структуры. Ширина линии ФМР (ширина пика поглощения) микроволнового излучения  $\Delta H_{pp}$  [95-96] в ФМР спектре была определена как  $\Delta H''$  для конфигурации (1). Угловая зависимость для конфигурации (1) (Рисунок 2.3(а)) была получена при вращении образца в резонаторе на угол  $\theta = 0 - 180^\circ$ , где  $\theta = 0^\circ$  ( $\vec{H} \parallel \text{ОЛН}$ ) и  $\theta = 90^\circ$  ( $\vec{H} \perp \text{ОЛН}$ ).

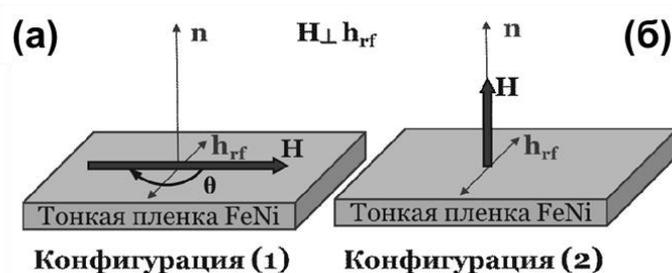


Рисунок 2.3 – Положение пленочной структуры при измерении спектров ферромагнитного резонанса относительно приложенного внешнего подмагничивающего поля: в конфигурации (1) – (а) и в конфигурации (2) – (б).

Амплитуда ФМР сигналов была нормализована, поскольку этот параметр зависит от настроек резонатора и геометрии эксперимента. Кроме того, в любом случае, данная техника позволяет проводить лишь относительные изменения. Для измерений использовались пленочные образцы в виде квадратов с площадью поверхности  $2 \text{ мм} \times 2 \text{ мм}$ .

Для расчета значений эффективной намагниченности  $4\pi M_{eff}$  использовались уравнения [97, 29]:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = H_{\parallel}(H_{\parallel} + 4\pi M_{eff}), \quad (2.8)$$

$$\frac{\omega}{\gamma} = H_{\perp} - 4\pi M_{eff}, \quad (2.9)$$

где  $\omega = 2\pi f$ ,  $\omega$  – круговая частота и  $f$  – частота микроволнового поля, а  $\gamma = 1,8 \times 10^7$  – гиромагнитное отношение. Для оценки вклада анизотропии формы и возможного вклада перпендикулярной магнитной анизотропии ( $2K_p/M_s$ ) использовалось следующее соотношение [97]:

$$4\pi M_{eff} = 4\pi M_s - \frac{2K_p}{M_s}. \quad (2.10)$$

### **2.1.5. Техническое обеспечение исследования ГМИ тонкопленочных элементов в фиксированном интервале температур**

Частотные и магнитополевые зависимости модуля импеданса и его компонент в температурном диапазоне 25 – 60 °С были получены на автоматизированном комплексе магнитоимпедансной спектроскопии на основе анализатора импеданса 4294А (Agilent, США), созданном в Педагогическом институте Иркутского государственного университета (г. Иркутск, Россия). Погрешность измерения импеданса и его компонент в зависимости от измеряемой величины частоты переменного тока составляла от 0,1 до 3 %. Подробнее устройство установки описано в работе [98]. Внешнее квазистатическое магнитное поле создавалось откалиброванными катушками Гельмгольца, система из трех дополнительных пар катушек Гельмгольца, расположенных ортогонально, использовалась для компенсации геомагнитного и техногенного магнитных полей.

Для исследования тонкопленочных структур в интервале температур от 25 до 60°С была сконструирована измерительная ячейка. Ячейка представляла собой основание из микалекса с закрепленными измерительными контактами из латуни с посеребрением, которые были соединены с разъемом анализатора многожильным медным проводом. Механическая фиксация и электрическое

соединение между контактами и тонкопленочным образцом осуществлялись посредством проводящего клея. Как и в случае измерения МИ при комнатной температуре, перед проведением магнитоимпедансных измерений проводилась процедура автоматической компенсации собственного импеданса измерительной ячейки, а также соединительных проводов, паразитный эффект которых значительно возрастает с ростом частоты переменного тока.

Нагрев образцов производился потоком воздуха при помощи термоблока, включающего в себя нагнетатель воздуха, нагревательный элемент, теплоизолированный воздуховод и два термоэлектрических преобразователя ТХК типа (термопреобразователь хромель-копель) для измерения и контроля температуры потока. При исследовании образцов на гибкой подложке для исключения их деформации потоком воздуха в основании измерительной ячейки было выполнено углубление, в котором располагались образцы.

### **2.1.6 Описание основных параметров математического моделирования ГМИ элементов**

Для описания экспериментальных результатов, полученных в настоящей работе, по ГМИ пленочных наноструктур различного типа (как без покрытия, так и в присутствии гелевого/феррогелевого покрытия) соавтором работы [99] д. ф.-м. н. Н. А. Бузниковым была предложена аналитическая модель отклика ГМИ многослойной пленочной структуры. Для обеспечения возможности расчета в экспериментальной части были выполнены специальные требования к геометрии образцов.

Так как длина и ширина ГМИ-элемента существенно больше его толщины, считалось, что электромагнитные поля зависят только от одной координаты, а краевые эффекты пренебрежимо малы. Для проведения расчетов было сделано несколько предположений. Первое предположение заключалось в том, что значения магнитной проницаемости определяются только процессом вращения намагниченности ввиду малости вклада процессов смещения доменных границ в

величину магнитной проницаемости. Согласно второму предположению, импеданс пленочной структуры определялся только величиной поперечной магнитной проницаемости, то есть тензор магнитной проницаемости для магнитной среды имел квазидиагональную форму.

Распределение динамических электромагнитных полей в тонкопленочной многослойной структуре было найдено из решения уравнений Максвелла с соответствующими условиями непрерывности полей на границах слоев пермаллоя и меди. Выражение для магнитной проницаемости принималось в форме решения уравнения Ландау-Лифшица, равновесный угол намагниченности был найден при помощи минимизации свободной энергии, включающей энергию анизотропии и энергию Зеемана во внешнем поле. Импеданс структуры  $Z$  был выражен через значения поверхностного импеданса [99]:

$$Z = \frac{\pi d}{cw} \times \left[ \frac{e_2^{(m+n+2)}(z_2)}{h_2^{(m+n+2)}(z_2)} - \frac{e_2^{(1)}(z_1)}{h_2^{(1)}(z_1)} \right], \quad (2.11)$$

где  $e_2$  - амплитуды электрического поля в магнитомягких слоях,  $z_1$  - импеданс самого нижнего слоя многослойной структуры (ближайшего к подложке),  $z_2$  - импеданс самого верхнего слоя многослойной структуры,  $m$  и  $n$  - номера слоев в многослойной структуре,  $w$  - циклическая частота.

## **2.2 Технология получения пленочных структур на основе FeNi для исследования низкотемпературной конденсации углерода**

После анализа первых результатов, которые касались формирования углеродного покрытия на поверхности наночастиц железа при нормальных условиях в метилбензоле [70], со-авторами работы [71], было выдвинуто предположение о том, что подобная химическая реакция может протекать и на поверхности таких объектов, как тонкие пленки железа или никеля или многослойные пленочные элементы на основе сплава пермаллой.

Ключевым вопросом в решении поставленной задачи было выяснение особенностей формирования данного покрытия и роли атмосферного кислорода.

Приготовленные методом ионно-плазменного распыления образцы помещались в плотно закрытые стеклянные контейнеры, заполненные метилбензолом. Время выдержки в нормальных условиях (при комнатной температуре и атмосферном давлении) фиксировалось в ходе исследований. Для выяснения особенностей формирования углеродного покрытия было поставлено несколько типов экспериментов и создано несколько серий пленочных структур.

Стоит определить два аспекта, которые повлияли на постановку эксперимента для случая пленочных структур. Во-первых, в ранее поставленных экспериментах, в которых была описана низкотемпературная конденсация углерода на поверхности наночастиц, эти частицы получали методом электрического взрыва проволоки, изначально содержащей небольшое количество углерода [70], поэтому встал вопрос, является ли наличие углерода в исходном составе проволок критическим параметром при протекании низкотемпературной конденсации углерода на поверхности наночастиц и других структур? Для того чтобы ответить на этот вопрос образцы тонких пленок пермаллоя и железа получали распылением аттестованных мишеней высокой чистоты, т.е. мишеней, не содержащих углерод.

Второй аспект связан с получением образцов. Описанные в предыдущих работах наночастицы, полученные методом электрического взрыва проволоки, сразу после получения без контакта с атмосферным кислородом помещались в метилбензол [70]. Согласно обычному протоколу получения тонких пленок, после осаждения они выносятся на воздух и, таким образом, могут быть помещены в какой-либо химический реагент только после кратковременного контакта с атмосферным кислородом. Для того, чтобы установить роль кислорода в формировании дефектного графеноподобного покрытия, было поставлено два типа сравнительных экспериментов по исследованию характеристик тонких пленок. В первом случае сразу после осаждения пленочные образцы на подложках помещались в метилбензол в шлюзовой камере, соединённой с камерой напылительной установки, т.е. образцы попадали в метилбензол

практически без пассивирования поверхности атмосферным кислородом. Во втором случае приготовленные тонкие пленки намеренно выдерживались вне напылительной камеры и помещались в метилбензол после определенного времени пребывания на воздухе до помещения в метилбензол.

Рассмотрим подробнее схему эксперимента первого типа. В этом случае исследовали образцы железа и пермаллоя ( $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ), которые помещали в метилбензол без предварительного пассивирования поверхности. Пленки чистого железа напылялись в RF-режиме, без приложения магнитного поля во время напыления на установке магнетронного напыления Orion 8, снабженной дополнительной шлюзовой камерой. Напыления производились на неохлаждаемые подложки. Предварительный вакуум в рабочей камере напылительной установки составлял  $3 \times 10^{-7}$  мм рт. ст. Рабочее давление аргона во время напылений в камере составляло  $10^{-3}$  мм рт. ст. при напряжении на мишени 350 В и мощности, подаваемой на мишень - 150 Вт.

На Рисунке 2.4 показаны основные блоки установки магнетронного распыления со шлюзом. Зона I состоит из камеры (1), в которой находятся магнетроны (2), и держатель подложки (3а), установленный таким образом, что оператор может механически переместить его в шлюзовую камеру (зону II), конструкция которой позволяет изолировать шлюз от напылительной камеры и произвести заполнение аргоном.

Зона II, или шлюз, состоит из основной камеры, верхняя часть которой может быть открыта при равенстве внешнего атмосферного давления и давления внутри камеры (4). После того как внешняя часть шлюза, в которой заранее размещались контейнеры с метилбензолом, была аккуратно открыта, на короткое время создавалась ситуация, при которой более тяжелый по сравнению с воздухом аргон скапливался в нижней части камеры и позволял избежать прямого контакта между поверхностью полученных образцов и атмосферным кислородом. Сразу после того, как шлюз был открыт, пленки механически помещались в контейнеры (5а) с метилбензолом, были запечатаны и вынесены за пределы шлюза (5б).

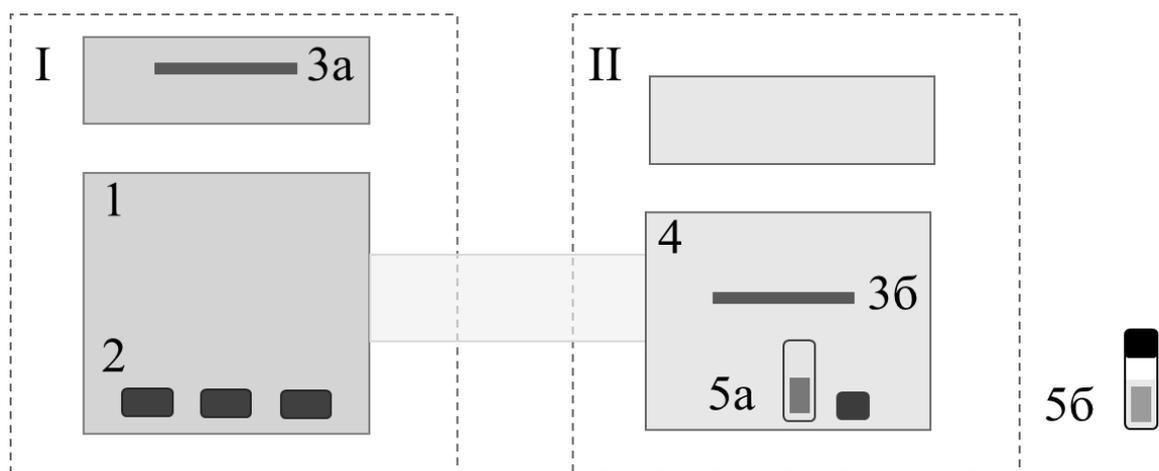


Рисунок 2.4 – Схема экспериментальных блоков, для получения и перемещения пленочного образца без контакта с кислородом через шлюз: зона I - получение пленочных образцов методом магнетронного распыления, зона II - шлюз (более детальное описание процесса дано в основном тексте на стр. 66).

Для пленок пермаллоя была использована обычная схема напыления без использования шлюзовой камеры и процедуры помещения в метилбензол в инертной атмосфере аргона, так как большое содержание никеля в сплаве делает такие образцы более инертными по отношению к процессам окисления. Пленки пермаллоя были получены методом ионного распыления с использованием вакуумной камеры системы Classic 500 (Pfeiffer Vacuum, Германия) и сразу после открытия вакуумной камеры были помещены в емкости с метилбензолом и запечатаны. По ранее установленным параметрам напыления было выбрано рабочее давление аргона  $3,8 \times 10^{-3}$  мм рт. ст. [100]. Остаточное давление имело уровень  $10^{-7}$  мм рт. ст. Особенности камеры позволяли использовать дисковые мишени  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ , диаметр которых составлял 50 мм.

Полученные по описанным выше методикам образцы тонких пленок железа и пермаллоя имели толщину 100 и 300 нм, напылялись в трех экземплярах – один на подложке из кремния, один на подложке из стекла и один на подложке из стекла, помещавшийся в метилбензол при минимальном контакте с кислородом.

Пленка железа выдерживалась в метилбензоле 6 месяцев, пленка пермаллоя – 6 месяцев и 1 год.

### **2.3 Наночастицы оксида железа, феррожидкости и феррогели на их основе для ГМИ приложений**

В данной работе исследование свойств магнитоимпедансных чувствительных элементов проводилось как в отсутствии, так и в присутствии магнитных наночастиц оксида железа (МНЧ), полученных методом лазерного испарения мишени. МНЧ были использованы для получения стерически стабилизированной водной суспензии (феррожидкости), а также феррогелей, синтезированных на основе этой феррожидкости. Далее подробнее будут даны описания каждого из этапов.

Магнитные наночастицы оксида железа были синтезированы и первично аттестованы в Институте электрофизики УрО РАН в рамках выполнения совместных проектов. Метод лазерного испарения мишени (LTE) заключается в высокотемпературном физическом испарении твердой мишени лазерным пучком с последующей конденсацией паров из газовой фазы [101]. В данном случае применялся иттербиевый лазер с длиной волны  $\lambda$  1,07 мкм, частотой пульсации 4,85 кГц, длительностью импульса 60 мкс, средней выходной мощностью 262 Вт. Рабочий газ (смесь  $N_2$  и  $O_2$  в объемном соотношении 0,79:0,21) продувался в камеру испарения. Пары оксида конденсировались в сферические наночастицы, которые рабочий газ переносил в циклон и фильтр тонкой очистки, где собирался порошок. Полученные частицы имели состав, близкий к составу маггемита  $\gamma$ - $Fe_2O_3$ . Данное заключение было сделано на основании сравнительного анализа данных рентгеноструктурного анализа и химического титрования. Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии, частицы имели сферическую форму и узкое распределение по размерам, которое хорошо описывалось логнормальным типом (средний размер составлял 15,9 нм). Величина удельной

поверхности, определенная экспериментально по методике сорбции азота, согласно расчету, из уравнения Браунауэра-Эметта-Теллера, составила 78,1 м<sup>2</sup>/г.

Получение феррожидкости, гелей и феррогелей проводилось в химическом департаменте Института естественных наук и математики УрФУ профессором А. П. Сафроновым. Феррожидкость представляла собой раствор 5 мМоль цитрата натрия в дистиллированной воде и 6 массовых процентов оксида железа, который подвергался обработке ультразвуком с постоянным охлаждением и далее центрифугировался. Конечная концентрация МНЧ составляла 5,1 массовых %.

Синтез гидрогелей (с нулевой концентрацией наночастиц) и феррогелей (гидрогелей, содержащих заданное количество МНЧ) проводился методом радикальной полимеризации, т.е. процесса последовательного присоединения молекул мономера к активному центру растущей цепи без образования побочных продуктов [102]. Полимеризация акриламида проводилась в водном растворе метилendiакриламида (количество вещества 2,7 Моль). В качестве сшивающего агента был выбран раствор персульфата аммония, количество вещества 3 мМоля. Для синтеза феррогелей с разной концентрацией МНЧ различные объемы суспензии феррожидкости добавлялись к раствору полимера, которые после соединяли с раствором сшивающего агента. Реакционная смесь выдерживалась при 80 °С в течение 2 часов. После окончания полимеризации гидрогели и феррогели периодически промывались в дистиллированной воде на протяжении двух недель. Максимальная концентрация МНЧ исследованных феррогелей составила 1,9 массовых % (Рисунок 2.5).

Статические магнитные свойства МНЧ, гелей и феррогелей измерялись с помощью вибромагнитометра. Для проведения измерений образцы помещались в полимерные капсулы. Масса образцов наночастиц составляла примерно 3 мг, а гелей и феррогелей примерно 80 мг.

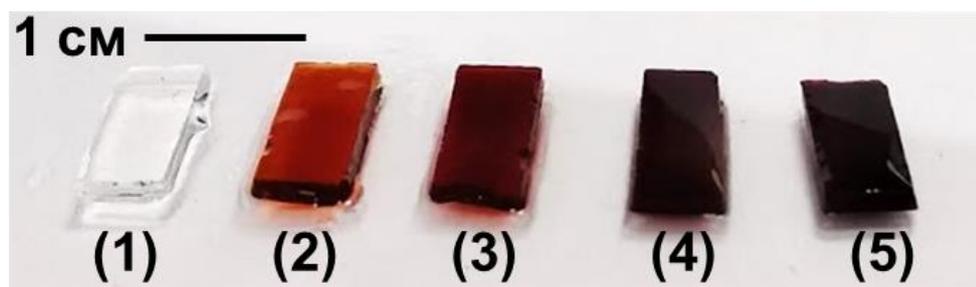


Рисунок 2.5 – Фотография образцов синтезированных покрытий из геля и феррогелей с разной концентрацией наночастиц для измерений с использованием ГМИ-элемента: (1) – гидрогель, концентрация оксида железа 0 массовых %; (2) концентрация оксида железа 0,43 масс. %; (3) - концентрация оксида железа 0,94 масс. %; (4) - концентрация оксида железа 1,45 масс. %; (5) - концентрация оксида железа 1,90 масс. %.

Для исследования в качестве покрытий ГМИ-элементов феррогели вырезались в форме параллелепипедов или цилиндров (средний объем  $32 \text{ мм}^3$ ) равной массы (средняя масса 350 мг) и помещались на тонкопленочный элемент таким образом, что центр ГМИ-элемента находился точно под центром цилиндра или параллелепипеда. Длинная сторона параллелепипеда из геля/феррогеля ориентировалась вдоль длинной стороны прямоугольного пленочного ГМИ-элемента.

## ГЛАВА 3. МНОГОСЛОЙНЫЕ ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ С ОСОБЕННОСТЯМИ ГЕОМЕТРИИ

### 3.1 Некоторые аспекты перемагничивания многослойных пленочных элементов на основе FeNi

Выяснение особенностей эффективной магнитной анизотропии и процессов намагничивания при квазистатическом режиме перемагничивания многослойных пленочных структур важно для понимания особенностей их динамического перемагничивания. Существует несколько методик для измерения петель магнитного гистерезиса пленочных образцов. При правильном их сочетании и сравнительном анализе результатов можно получить наиболее полное представление о свойствах исследуемого магнитного образца.

В данном разделе представлен сравнительный анализ петель магнитного гистерезиса, измеренных на СКВИД-магнитометре, вибрационном магнитометре и магнитооптическом Керр-микроскопе для многослойной пленочной структуры Cu(3 нм)/[FeNi (50 нм)/Cu(3 нм)]<sub>10</sub> (аналог одного наноструктурированного магнитного слоя структуры S1) в форме полоски. В процессе напыления внешним магнитным полем 100 Э в образце была индуцирована одноосная (поперечная) магнитная анизотропия. Идентичная методика применяется для многослойных структур с высоким МИ эффектом.

Внешнее магнитное поле в данной серии измерений прикладывалось в плоскости и вдоль длинной стороны прямоугольного образца 1 мм × 10 мм. Подробно рассмотрены процессы перемагничивания в интервале полей от -10 до 10 Э, где магнитоимпедансный эффект максимален. Петли магнитного гистерезиса были измерены на одном и том же пленочном образце с использованием различных методик. Следует отметить принципиальную особенность магнитооптического эффекта Керра, которая заключалась в том, что полезный сигнал формировался только в приповерхностной части образца, ограниченной глубиной проникновения света в металл (не более 20 нм, т. к. оптическая длина связана с двойным прохождением света: туда и обратно). Ввиду

того, что наибольший МИ эффект наблюдается в случае образцов с малой коэрцитивной силой и высокой магнитной проницаемостью, особое значение приобретает возможность наиболее точного измерения магнитных характеристик в малых полях при малом шаге по полю.

Результаты измерений на СКВИД-магнитометре, полученные в режиме «No Overshoot», с различным шагом изменения магнитного поля  $\Delta H$  представлены на Рисунке 3.1. Видно, что при уменьшении шага по полю от 2,0 до 0,2 Э некоторые особенности петли магнитного гистерезиса меняются, она приобретает все более выраженный ступенчатый характер с наличием нескольких ступенек или «скачков» намагниченности. Общая форма петли гистерезиса хорошо согласуется с предположением о формировании индуцированной магнитной анизотропии с ОЛН расположенной параллельно короткой стороне образца в виде прямоугольника). При шаге  $\Delta H = 0,2$  Э количество «ступенек» достигло максимального значения.

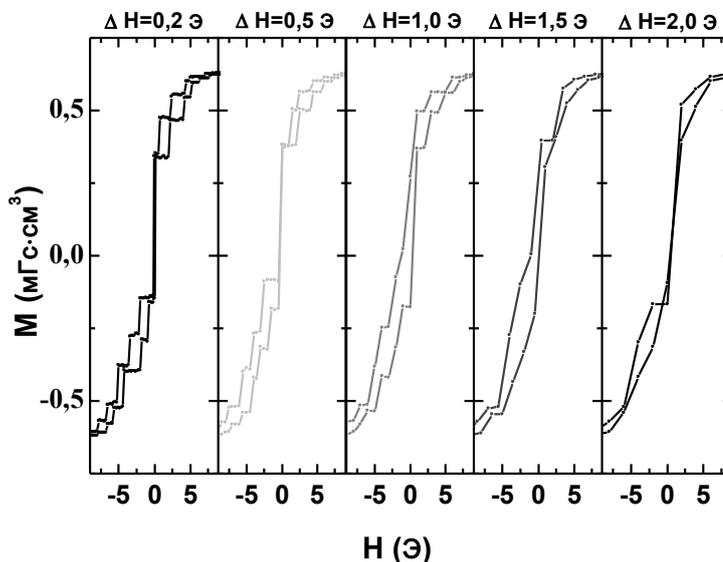


Рисунок 3.1 – Петли магнитного гистерезиса многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{нм})/[\text{FeNi}(50\text{нм})/\text{Cu}(3\text{нм})]_{10}$  в форме полоски, измеренные на СКВИД-магнитометре в режиме «No Overshoot» с различным шагом ( $\Delta H$ ) изменения напряженности магнитного поля.

На нисходящей ветви петле гистерезиса первые «скачки» наблюдались еще в области положительных внешних полей. Амплитуда «скачков» монотонно увеличивалась при уменьшении магнитного поля от 10 до 0 Э, а затем начинала снова уменьшаться. На основании полученных результатов было сделано предположение, что наблюдаемый эффект может быть связан со скачкообразным изменением магнитного момента образца и описывает не процессы перемагничивания целых слоев пермаллоя, а скорее, их отдельных областей. Другое предположение заключалось в том, что наличие «ступенек» является инструментальным артефактом, отражающим дискретность работы намагничивающей системы, связанным с погрешностью установки поля в соленоиде.

Петли гистерезиса, полученные на СКВИД-магнитометре в режиме «Hysteresis mode» с различным шагом изменения магнитного поля, не имели скачкообразного характера перемагничивания. Небольшое уменьшение магнитного гистерезиса могло быть следствием шума источника питания, постоянно подключенного к соленоиду, который инициировал своеобразную «магнитную тряску». В режиме «No Overshoot» этого не происходило, поскольку при проведении измерений источник питания отключался от соленоида.

Для уточнения особенностей процесса намагничивания измерение на СКВИД-магнитометре было проведено при разных температурах (Рисунок 3.2). В случае режима «No Overshoot» (Рисунок 3.3 (а-в)) был выбран шаг изменения магнитного поля равный 0,2 Э, а в случае «Hysteresis mode» (Рисунок 3.2 (г-е)) равный 1,5 Э. Как видно из рисунка, при уменьшении температуры с 300 до 100 К форма петель гистерезиса качественно не изменялась, но в режиме «No Overshoot» область полей, в которой наблюдались «скачки», увеличивалась от  $\pm 10$  Э до  $\pm 20$  Э, и их количество, при сохранении значения  $H_c = 0$  Э: при уменьшении температуры точность установки намагничивающего поля падала. Однако, если пренебречь наличием отдельных ступенек, то хорошо видно, что общий вид петли гистерезиса вполне согласуется с предположением о

существовании наведенной магнитной анизотропии с ОЛН, ориентированной вдоль короткой стороны образца.

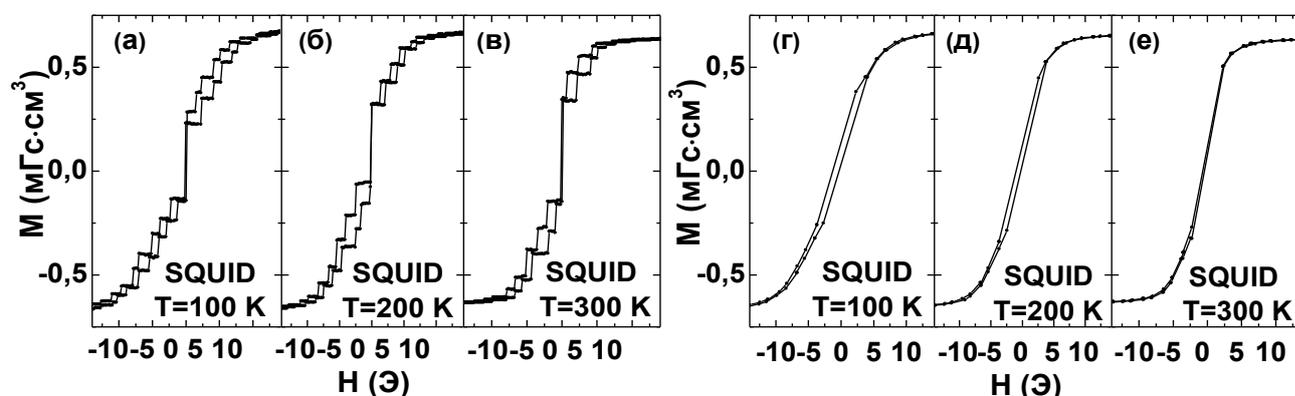


Рисунок 3.2 – Петли магнитного гистерезиса многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{nm})/[\text{FeNi}(50\text{nm})/\text{Cu}(3\text{nm})]_{10}$  в форме полоски, полученные на СКВИД-магнитометре при различных температурах в режимах изменения магнитного поля «No Overshoot» (а-в) и «Hysteresis mode» (г-е).

Рассмотрим результаты исследования многослойной пленочной структуры с помощью вибромагнитометра. На Рисунке 3.3 представлены петли магнитного гистерезиса, измеренные в различных режимах: с шагом  $\Delta H = 0,2$  Э при использовании обратной связи и без нее, а также при различных временах усреднения. Хорошо видно, что ни один из используемых режимов не выявлял ступенчатого характера перемагничивания. Коэрцитивная сила во всех случаях была низкой (около  $0,7$  Э), что хорошо согласуется с литературными данными по  $H_c$  пленочных наноструктур пермаллоя данного состава [31].

Третьей методикой для изучения особенностей перемагничивания той же самой многослойной пленочной структуры была Керр-микроскопия (шаг  $\Delta H$  от  $0,25$  до  $1,0$  Э). При измерениях с наименьшим шагом по полю на петле гистерезиса наблюдались две симметричные области (Рисунок 3.4), где, как в области положительных, так и в области отрицательных полей появлялись признаки ступенчатообразного перемагничивания. Однако наблюдаемые

особенности существенно менее значительны, чем «скачки» намагниченности, выявленные при использовании СКВИД-магнитометрии.

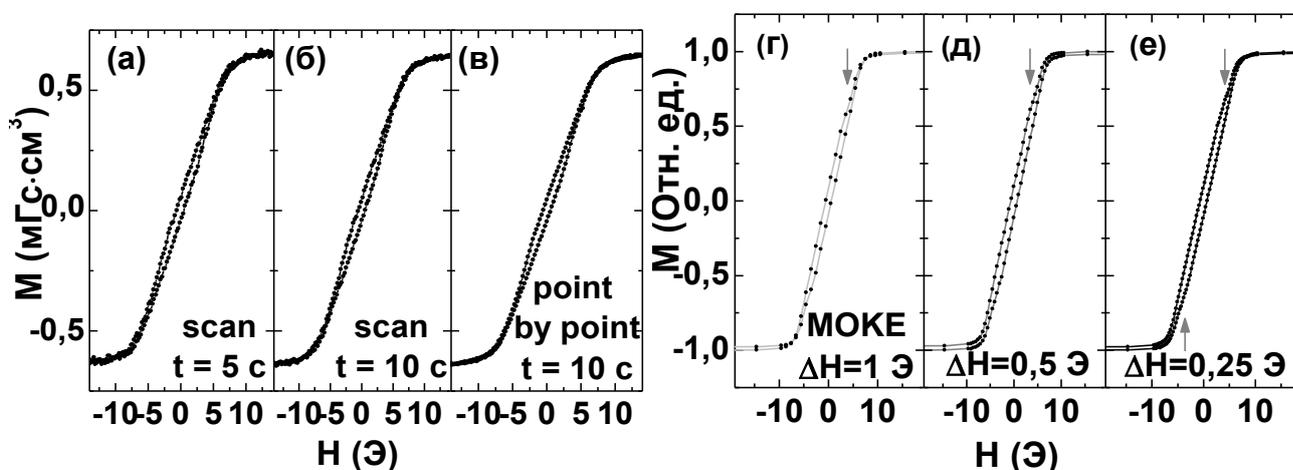


Рисунок 3.3 – Петли магнитного гистерезиса многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{нм})/[\text{FeNi}(50\text{нм})/\text{Cu}(3\text{нм})]_{10}$  в форме полоски, измеренные на вибрационном магнитометре при различных способах изменения магнитного поля ( $\Delta H=0,2$  Э): изменение напряженности магнитного поля без обратной связи с усреднением 5 секунд на точку (а) и 10 секунд на точку (б), и с обратной связью (в). МОКЕ-петли магнитного гистерезиса, измеренные при приложении внешнего магнитного поля вдоль оси трудного намагничивания (вдоль длинной стороны прямоугольного образца) и изменении его с  $\Delta H = 1,0$  (г);  $0,5$  (д) и  $0,25$  Э (е).

В первом случае намагничивающая система была представлена сверхпроводящим соленоидом, что позволяло проводить измерения в магнитном поле с высокой стабильностью. При этом в формировании полезного сигнала участвовал весь образец. В случае МОКЕ-микроскопии стабильность магнитного поля сильно зависела от добротности источника питания электромагнита. Особенно важно отметить, что в случае МОКЕ-измерений многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{нм})/[\text{FeNi}(50\text{нм})/\text{Cu}(3\text{нм})]_{10}$  (аналога одного наноструктурированного магнитного слоя структуры S1) при глубине проникновения света в 20 нм в формировании сигнала принимает участие лишь

самый верхний слой пермаллоя. Интенсивность получаемого сигнала была пропорциональна намагниченности  $M$  образца, которая представлена в условных единицах (Рисунок 3.4). Ограничивающим фактором при проведении исследований также была непосредственно исследуемая площадь образца, которая составляла  $400 \times 300$  (мкм<sup>2</sup>).

Наблюдение с помощью МОКЕ магнитной доменной структуры в совокупности с магнитооптической петлей гистерезиса позволило провести дополнительный анализ особенностей перемагничивания пленочного образца. На Рисунке 3.4 в качестве примера представлены некоторые детали процесса перемагничивания при приложении внешнего магнитного поля вдоль длинной стороны пленочного ГМИ-элемента. Общая форма петли гистерезиса близка к форме типичной петли гистерезиса при перемагничивании вдоль оси трудного намагничивания путем процесса вращения векторов спонтанной намагниченности. Важно отметить постепенную смену контраста при изменении напряженности магнитного поля, соответствующую вращению вектора спонтанной намагниченности (Рисунок 3.4 (в), (д)).

При этом наличие «раскрытия» петли в малых магнитных полях, и ненулевая коэрцитивная сила указывают на существование более сложных особенностей процессов перемагничивания. Последовательные фотографии магнитной доменной структуры при уменьшении внешнего магнитного поля из состояния магнитного насыщения подтверждают, что в областях возможного ступенчатого перемагничивания пленочного элемента, имеет место быстрое прохождение доменных границ, т.е. реализуется процесс перемагничивания путем смещения доменных границ. Вне указанных областей ступенчатого перемагничивания смена контраста отражает существование только процесса вращения вектора спонтанной намагниченности (Рисунок 3.4 (б), (г) и (е), соответственно). Важно подчеркнуть, что в общих чертах, форма петли гистерезиса со СКВИД-магнитометра, представленной на Рисунке 3.2, повторяет форму петель

гистерезиса, полученных с помощью вибрационного магнитометра или МОКЕ-микроскопии (Рисунки 3.3 и 3.4).

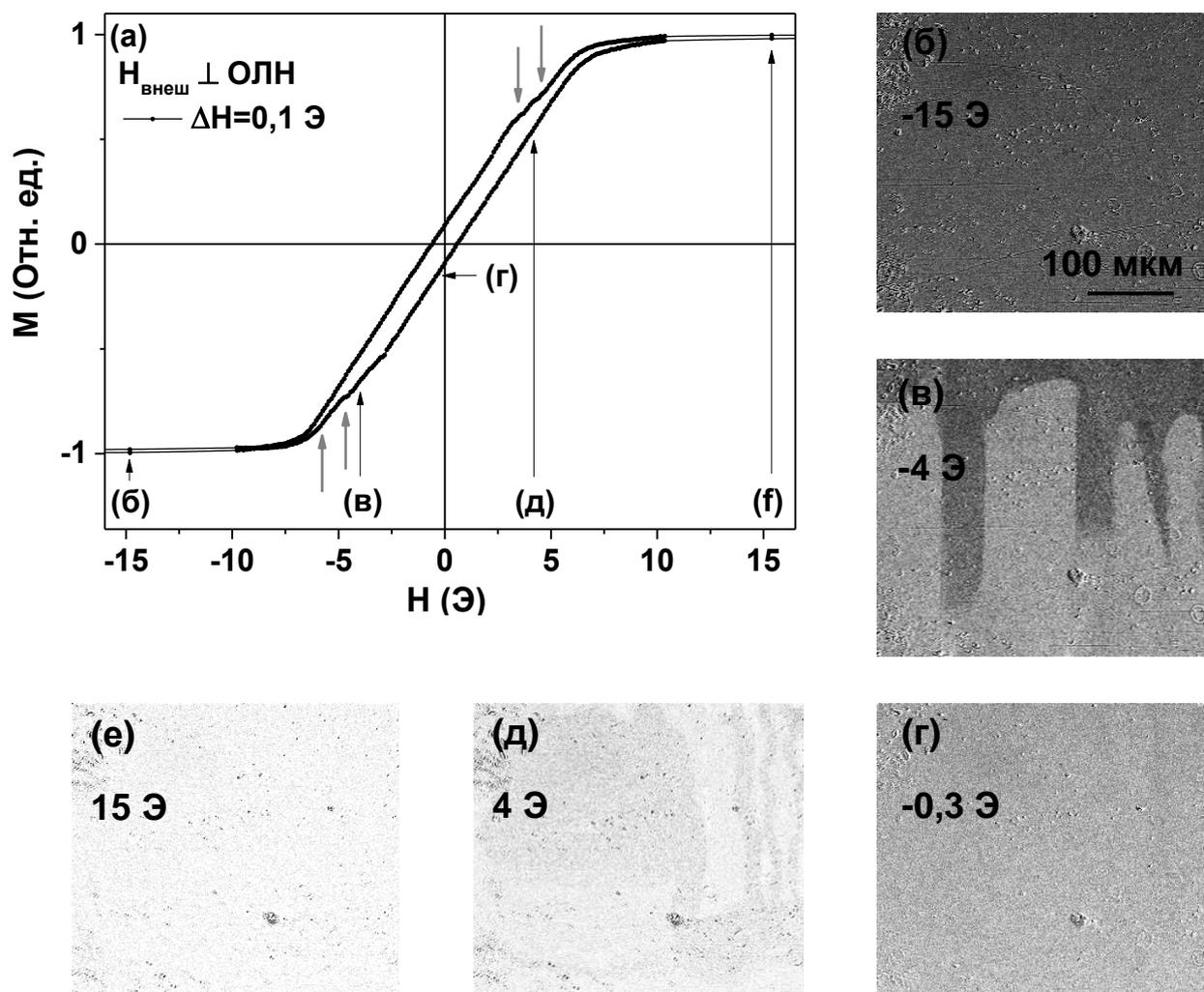


Рисунок 3.4 – МОКЕ-петля магнитного гистерезиса многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{нм})/[\text{FeNi}(50\text{нм})/\text{Cu}(3\text{нм})]_{10}$  в форме полоски, измеренная при  $\Delta H = 0,1$  Э перпендикулярно ОЛН. Особенности магнитной доменной структуры в полях: -15 (б); -4 (в); -0,3 (г); 4 (д); 15 (е) Э. Внешнее магнитное поле ориентировано «в плоскости» листа и горизонтально, длинная сторона элемента также ориентирована горизонтально.

Поскольку как при измерении в «Hysteresis mode», так и на вибрационном магнитометре «скачки» намагниченности при измерении петель гистерезиса отсутствовали, ранее высказанное предположение о их появлении ввиду аппаратурных эффектов кажется еще более обоснованным, указывая на методические преимущества вибрационного магнитометра или МОКЕ-микроскопии в случае ГМИ-элементов с очень низкой коэрцитивностью.

Отметим, что сочетание методики, которая позволяет оценивать процессы намагничивания всего объема материала, с методикой, позволяющей оценивать особенности процессов намагничивания поверхностного слоя, позволило уточнить тонкие особенности процессов перемагничивания пленочного ГМИ-элемента. Из литературных источников [10, 103] известно о существовании расхождения (на несколько порядков величины) между теоретическими и экспериментально получаемыми значениями ГМИ эффекта в подобных пленочных структурах. Хотя высокий эффект ГМИ наблюдается в структурах с хорошо выраженной одноосной магнитной анизотропией (либо продольной, либо поперечной) и даже есть экспериментальные работы, в которых результаты исследований сравниваются для подобных ГМИ-элементов, полученных в близких условиях [104] совершенно ясно, что анизотропия реальных пленочных образцов зачастую более сложна. При этом, во всех предложенных ранее моделях [54, 105-106] предполагалось, что перемагничивание происходит путем однородного вращения вектора спонтанной намагниченности. Проведенное сравнительное исследование особенностей магнитной анизотропии многослойной пленочной структуры  $\text{Cu}(3\text{нм})/[\text{FeNi}(50\text{нм})/\text{Cu}(3\text{нм})]_{10}$  в форме полоски показало, что даже при доминировании одноосной магнитной анизотропии подобные структуры могут иметь дополнительные вклады, возможно, связанные с особенностями анизотропии верхнего слоя. Тонкие особенности эффективной анизотропии могут быть установлены при использовании сравнительного анализа петель магнитного гистерезиса, измеренных различными методами.

### **3.2 Исследование магнитоэлектрических и магнитодинамических свойств многослойных пленочных элементов на основе FeNi с различной толщиной магнитных слоев**

В обзоре литературных источников было отмечено, что в более ранних теоретических и экспериментальных работах был определен тип МИ структур с наиболее высокими магнитоимпедансными характеристиками: структуры типа магнитного «сэндвича», состоящие из двух магнитных слоев, разделенных центральным немагнитным слоем с высокой электропроводностью [54] при равной толщине каждого из упомянутых слоев. Если в первых работах по МИ пленочных структур использовались сплошные магнитные слои, то позднее была предложена концепция наноструктурирования, т.е. предлагалось заменить сплошной магнитный слой многослойной структурой, не теряющей своей магнитной мягкости даже при больших суммарных толщинах [5, 7, 107]. При рассмотрении многослойной структуры будем принимать во внимание такие параметры, как толщину каждого магнитного слоя многослойной структуры, толщину немагнитных прослоек, разделяющих магнитные индивидуальные слои, количество таких индивидуальных слоев многослойной структуры (субслоев), расположенных как над центральным токопроводящим слоем (медным тоководом), так и под ним, толщину центрального токовода и макроскопическую геометрию прямоугольного пленочного элемента (длину и ширину). В данной работе рассматриваются только пленочные структуры с открытым магнитным потоком (Рисунок 1).

На основе анализа петель гистерезиса было установлено наличие в плоскости плёнок одноосной магнитной анизотропии с низкой дисперсией осей легкого намагничивания (Таблица 3.1). Импеданс измерялся в линии «микрострайп» на анализаторе импеданса Agilent e4991A, амплитуда тока возбуждения составляла 10 мА, исследуемый диапазон частот от 1 до 400 МГц. Внешнее квазистатическое магнитное поле  $H$  напряженностью от -100 Э до +100 Э прикладывалось вдоль длинной стороны пленочных образцов, т.е. исследования проводились в режиме

продольного магнитного импеданса. Измерения проводились, начиная с состояния магнитного насыщения в максимальном положительном поле до состояния магнитного насыщения в максимальном отрицательном поле от 100 до -100 Э («вниз») и обратно от -100 до 100 Э («вверх»).

Таблица 3.1 – Структуры типа  $[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_Y/\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_Y/\text{FeNi}(A)$  с различной толщиной магнитных слоев  $A$ , количеством магнитных слоев  $Y$ ;  $H_c$  – коэрцитивная сила,  $H_a$  – поле анизотропии,  $\Delta Z/Z_{max}$  – максимальное значение  $\Delta Z/Z$  при фиксированной частоте  $f$  ( $S(\Delta Z/Z_{max})$ ),  $S(\Delta Z/Z_{max})$  – чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю при той же частоте при значении внешнего поля  $H$  ( $S(\Delta Z/Z_{max})$ )

Тип	$A$ , нм	$Y$ , шт	$H_c$ , Э	$H_a$ , Э	$\Delta Z/Z_{max}$ , %	$S(\Delta Z/Z_{max})$ , %/Э	$f(S(\Delta Z/Z_{max}))$ , МГц	$H(S(\Delta Z/Z_{max}))$ , Э
N1	170	2	0,6	7,9	103	31	169	8,3
N2	100	4	0,4	7,8	209	56	400	4,7
N3	50	9	0,5	5,6	143	33	400	4,8
N4	25	19	0,2	5,9	105	37	106	3,3

Максимальная толщина магнитных слоев в данной серии составила 170 нм (для образца N1). Данный параметр был экспериментально определен предварительно путем напыления однослойных пленок разной толщины и анализа их петель гистерезиса. Исследования однослойных пленок позволили определить толщину перехода в «закритическое» состояние (порядка 200 нм) для пленок, получаемых на данной установке магнетронного распыления. Поэтому, для обеспечения высоких магнитомягких свойств каждого из субслоев

многослойной структуры верхним пределом было принято считать толщину 170 нм отдельного магнитного слоя. Согласно Таблице 3.1 для образца с максимальной толщиной субслоев наблюдалась максимальная коэрцитивная сила  $H_c$  и максимальная величина рабочей точки, т.е. внешнего магнитного поля, в котором для этой структуры наблюдалась максимальная чувствительность  $S_{\Delta Z/Z}(H)$  (на линейном участке зависимости  $\Delta Z/Z(H)$ ).

Высокие значения  $H_c$  для достаточно толстых субслоев вполне объяснимы. При приближении толщины субслоев к толщине перехода в «закритическое» состояние сказывается вклад столбчатой структуры, растет количество дефектов структуры и увеличивается дисперсия локальных осей анизотропии. Как следствие, значение магнитоимпедансного отношения полного импеданса для данной структуры было сравнительно низким  $\Delta Z/Z_{max} = 103 \%$ . При этом, раз количество прослоек для образца N1 было наименьшим в серии, дефекты, связанные с интерфейсами для N1, играли меньшую роль.

Ранее вопрос о влиянии толщины магнитных слоев на магнитные свойства и МИ рассматривался для случая пленочных структур  $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_3/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_3$ ,  $[\text{FeNi}(50 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_7/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(50 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_7$  и  $[\text{FeNi}(25 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_{15}/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(25 \text{ нм})/\text{Ti}(6 \text{ нм})]_{15}$  [48] с прослойками титана, но большие толщины индивидуальных магнитных слоев детально не анализировались. Хотя во всех случаях авторы отмечали формирование поперечной одноосной магнитной анизотропии и низкой коэрцитивности менее 0,5 Э, авторы обратили внимание на заметные отличия в особенностях магнитной доменной структуры однослойных тонких пленок пермаллоя соответствующих толщин. Например, в случае 100 нм пленки были обнаружены доменные стенки двух типов: 180-градусные стенки Нееля с перевязками и асимметричные стенки Блоха без полей рассеяния [48]. Они сосуществовали в одном и том же образце, более того, были участками одной и той же доменной стенки, разделяющей два магнитных домена с противоположными ориентациями вектора спонтанной намагниченности внутри

самих доменов (при ориентации в плоскости пленки). В пленочных образцах толщиной 50 нм и 25 нм соседние магнитные домены (с противоположной ориентацией вектора намагниченности в плоскости пленки) были разделены неелевскими стенками с перевязками, но имеющими некоторые особенности [48]. Например, отмечалось наличие более высокой плотности перевязок в образце с большей толщиной (50 нм). При этом, в самых тонких образцах (толщиной 25 нм) появлялись перевязки очень сложной формы, структура которых, по-видимому, отлична от стандартной. Поскольку визуализация поверхностной магнитной доменной структуры осуществлялась с помощью метода Акулова-Биттера [29, 56], авторы работы [48] не дали точного описания магнитной структуры данного типа, но сделали предположение, что полученные ими однослойные тонкие пленки пермаллоя с одноосной анизотропией все еще содержат небольшие части симметричных «чистых» неелевских стенок, разделенных переходными зонами. По предположению, соседние от переходной зоны сегменты отличались друг от друга направлением вращения вектора спонтанной намагниченности внутри доменной стенки.

Вернемся к рассмотрению МИ эффекта. Абсолютный максимум МИ отношения полного импеданса для структур данного типа  $\Delta Z/Z \approx 210\%$  наблюдался в случае структуры N2 с толщиной магнитных слоев 100 нм. Пример полевой зависимости МИ отношения для полного импеданса  $\Delta Z/Z$ , измеренной при комнатной температуре, приведен на Рисунке 3.5. Два пика МИ-кривых наблюдаются в полях (один в области положительных и другой в области отрицательных полей), вблизи значений поля наведенной в процессе напылений в технологическом поле индуцированной магнитной анизотропии, определенных из измерений с помощью вибрационного магнитометра. Положение пиков  $\Delta Z/Z(H)$  кривой вблизи значений поля анизотропии хорошо согласуется с данными других авторов [83, 91, 108]. Данные, представленные в Таблице 3.1, позволяют сделать заключение о немонотонном характере зависимости  $\Delta Z/Z_{max}(A)$

максимальной величины МИ отношения от толщины  $A$  индивидуальных магнитных слоев.

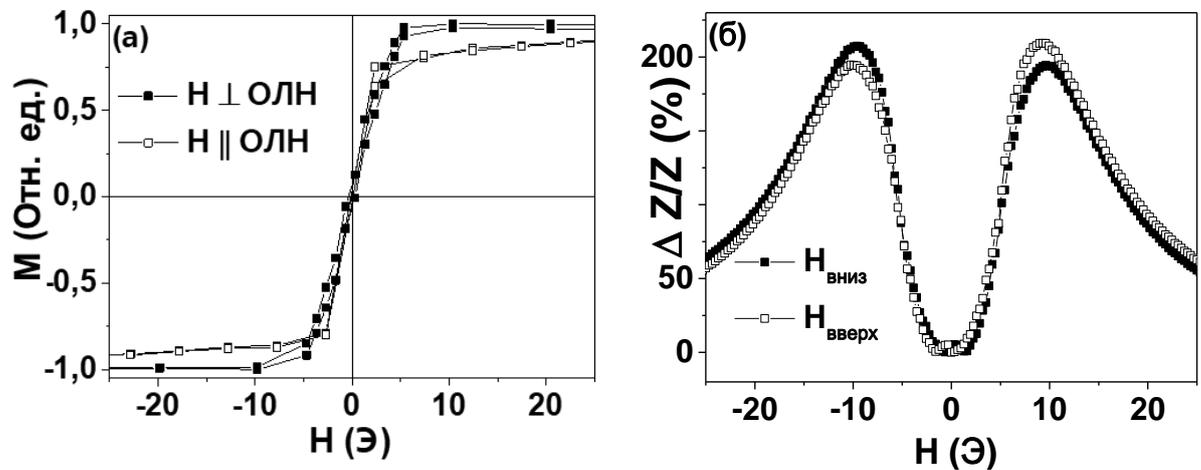


Рисунок 3.5 – Квазистатическая петля магнитного гистерезиса многослойной пленочной структуры N2 [FeNi(100)/Cu(3)]<sub>3</sub>/FeNi(100)/Cu(500)/[FeNi(100)/Cu(3)]<sub>3</sub>/FeNi(100) в форме полоски (толщины слоев указаны в нм) (а); полевая зависимость магнитоимпедансного отношения полного импеданса той же пленочной структуры при частоте тока 400 МГц.

Для образца N4 с минимальной толщиной магнитных субслоев равной 25 нм, несмотря на заметно более низкое значение коэрцитивной силы (0,2 Э) значение  $\Delta Z/Z_{max}$  также было невелико (105 %). Количество интерфейсов магнитный слой – немагнитная прослойка для образца N4 было заметно больше, чем для образца N1, что, конечно, могло играть роль отрицательного фактора с точки зрения общего количества дефектов структуры. В то же самое время низкое значение  $H_c$  на заметную роль дефектов такого типа не указывает.

В работе [48] ГМИ многослойных структур той же длины и ширины полоски, исследовался не в комбинации ГМИ «сэндвича», а только как нижняя многослойная структура до токоведущего центрального проводника. Именно поэтому абсолютные величины ГМИ отношения, полученные в настоящей работе, заметно выше для конфигурации «сэндвича». Хотя количественно предложенные

эффекты в многослойных пленках на основе наноструктуры FeNi/Ti (6 нм) могут отличаться от эффектов в многослойных пленках на основе наноструктуры FeNi/Cu (3 нм), мы предполагаем, что качественно процессы перемагничивания схожи. Сравнение магнитоимпедансных свойств структур из работы [48] и полученных в рамках диссертации представлено на Рисунке 3.6. Хорошо видно, что качественно они близки – зависимость оказывается немонотонной с пиком в области средних толщин, при большем по толщинам интервале в случае многослойной структуры на основе FeNi/Cu(3 нм).

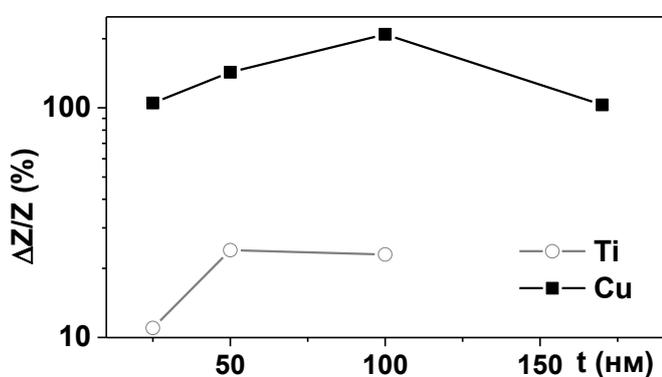


Рисунок 3.6 – Зависимости максимального эффекта ГМИ для многослойных пленочных структур [FeNi(100 нм)/Ti(6 нм)]<sub>3</sub>/FeNi(100 нм), [FeNi(50 нм)/Ti(6 нм)]<sub>7</sub>/FeNi(50 нм), [FeNi(25 нм)/Ti(6 нм)]<sub>15</sub>/FeNi(25 нм) и [FeNi(150 нм)/Cu(3 нм)]<sub>3</sub>/FeNi(100 нм)/FeNi(150 нм) в форме полосок (данные адаптированы для сравнения из источника [48]) и для структур серии N1-N4 настоящей работы, где t – это толщина магнитного субслоя.

Как уже было упомянуто выше, магнитная доменная структура 100 нм пленки пермаллоя содержит сосуществующие доменные стенки двух типов [56]: 180-градусные стенки Нееля с перевязками и асимметричные стенки Блоха без полей рассеяния, являющиеся участками одной и той же доменной стенки, разделяющей два магнитных домена с противоположными ориентациями вектора спонтанной намагниченности. Скорее всего, такая структура доменных границ

обеспечивает наиболее благоприятные условия магнитостатического взаимодействия между слоями.

В пленочных образцах с толщиной пермаллоя 50 нм и 25 нм соседние магнитные домены разделены типичными неелевскими стенками с перевязками. При этом, в образцах толщиной 25 нм появлялись перевязки очень сложной формы, соединяющие небольшие части симметричных «чистых» неелевских стенок [56], и отличающиеся друг от друга направлением вращения вектора спонтанной намагниченности внутри доменной стенки. Возможно, при перемагничивании в динамическом режиме, наличие таких сложных перевязок затрудняет процесс перемагничивания и приводит к снижению динамической магнитной проницаемости.

Таким образом, в данной части диссертационной работы были получены результаты анализа магнитоимпедансных свойств многослойных пленок типа магнитного «сэндвича» с суммарной толщиной 1,5 – 1,6 мкм при варьировании толщины магнитных слоев. В широком интервале исследованных толщин отдельного субслоя пермаллоя  $A$  показано существование немонотонной зависимости максимального эффекта МИ отношения в случае структуры типа  $[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_Y/\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_Y/\text{FeNi}(A)$  (N1-N4) с открытым магнитным потоком. Максимальная величина МИ отношения для полного импеданса составила  $\Delta Z/Z_{max} \approx 210$  %. Подобное поведение можно объяснить особенностями магнитной структуры доменных границ каждого субслоя и существованию оптимального магнитостатического взаимодействия между отдельными слоями.

### **3.3 Многослойные элементы с различным количеством магнитных слоев**

В данной главе исследованы МИ пленочные структуры в хорошо известной конфигурации «сэндвича» при наличии центрального толстого слоя проводника (в данном случае меди). В исследовании, представленном ниже, количество субслоев в многослойной структуре над проводящим слоем меди и под ним

варьировалось, и могло быть неодинаковым, т.е. анализировались асимметричные ГМИ элементы типа «сэндвич» с открытым магнитным потоком с проводящими прослойками или меди, или титана.

Асимметричные ГМИ структуры формировались путем вариации количества верхних слоев  $[\text{FeNi}(50 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_9/\text{FeNi}(50 \text{ нм})/\text{Cu}(500 \text{ нм})/\text{FeNi}(50 \text{ нм})/[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(50 \text{ нм})]_m$ , где  $m = 9, 7, 4, 2, 1, 12, 11$ , названных соответственно S1 – S7 (Таблица 2.2). Структура с  $m = 9$  является симметричной. По данным измерений с помощью вибрационного магнитометра петель магнитного гистерезиса во всех образцах была обнаружена одноосная магнитная анизотропия в плоскости элементов перпендикулярно их длинной стороне. Несмотря на совпадение ориентации оси легкого намагничивания с ориентацией технологического магнитного поля, приложенного во время напылений (вдоль короткой стороны прямоугольного образца), следует отметить, что наблюдаемая эффективная магнитная анизотропия является результатом конкуренции анизотропии формы, в соответствии с которой ОЛН ориентируется вдоль длинной стороны и оси индуцированной анизотропии, ориентированной вдоль короткой стороны прямоугольного элемента. Для всех образцов наблюдались низкие значения коэрцитивной силы до 1 Э и довольно близкие величины поля анизотропии около 6 Э (Таблица 3.2). Для образцов S2-S5 общая толщина магнитной структуры над тоководом была ниже толщины магнитной структуры под тоководом, а для образцов S6-S7 общая толщина магнитной структуры над тоководом была выше общей толщины магнитной структуры под тоководом.

Проанализируем зависимость относительного изменения полного импеданса симметричных и асимметричных ГМИ-элементов от величины внешнего магнитного поля для частоты 58 МГц (Рисунок 3.7 (а)) и оценим максимальные чувствительности  $S(\Delta Z/Z)$  ГМИ отношения. Наибольшей чувствительностью по отношению к внешнему полю обладали элементы с симметричной структурой S1 и с асимметричной структурой S2. Максимальные значения чувствительности  $S(\Delta Z/Z)$  составили 35 %/Э в центре рабочего интервала ( $H = 4,2$  Э) для S1 и 32 %/Э

в центре рабочего интервала ( $H = 3,5$  Э) для S2. Несмотря на более высокую чувствительность образца с симметричной структурой, нужно отметить, для приложений этот параметр является важным, но не единственным. Например, положение рабочей точки в меньших полях (3,5 Э), наблюдаемое в случае S2 элемента [109], более предпочтительно для сенсорных приложений.

Таблица 3.2 – Данные магнитостатических измерений для серии образцов с одинаковым или с различным количеством магнитных слоев до и после центрального медного слоя: с прослойками меди:  $H_c$  – коэрцитивная сила,  $H_a$  – поле анизотропии.  $[\text{FeNi/Cu}]_9/\text{FeNi}$  или  $\text{FeNi}/[\text{Cu/FeNi}]$  обозначим как M

	S1 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>9</sub>	S2 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>7</sub>	S3 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>4</sub>	S4 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>2</sub>	S5 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>1</sub>	S6 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>12</sub>	S7 M <sub>9</sub> /Cu/ M <sub>11</sub>
$H_c$ , Э	0,4	0,5	0,4	0,5	0,4	1,0	0,3
$H_a$ , Э	5,6	5,8	5,9	5,9	6,3	5,8	6,4

Анализ частотной зависимости полного импеданса в широком интервале частот - один из необходимых шагов исследования пленочных наноструктур (Рисунок 3.7 (б)). Для структур S6 и S7, в которых суммарная толщина магнитных субслоев верхнего магнитного слоя (над медным тоководом) превышает суммарную толщину нижних слоев (под медным тоководом), и для структур S4 и S5, в которых суммарная толщина субслоев верхнего магнитного слоя существенно меньше суммарной толщины нижних субслоев, значения МИ отношения оказались ниже, чем значения МИ для симметричной структуры. С теоретической точки зрения, самый высокий эффект ГМИ наблюдается в тех случаях, когда толщины магнитных слоев над и под центральным проводящим слоем одинаковы и равны толщине центрального проводящего слоя [54, 110].

Кроме того, учет магнитостатического взаимодействия между слоями приводит к уменьшению ГМИ при уменьшении числа слоев [110].

Дополнительным фактором, влияющим на величину ГМИ в случае многослойных элементов, может быть изменение угла отклонения оси эффективной анизотропии от положения вдоль короткой стороны элемента (оси наведенной магнитной анизотропии). Однако последний фактор во многом определяется особенностями магнитостатического взаимодействия между отдельными слоями.

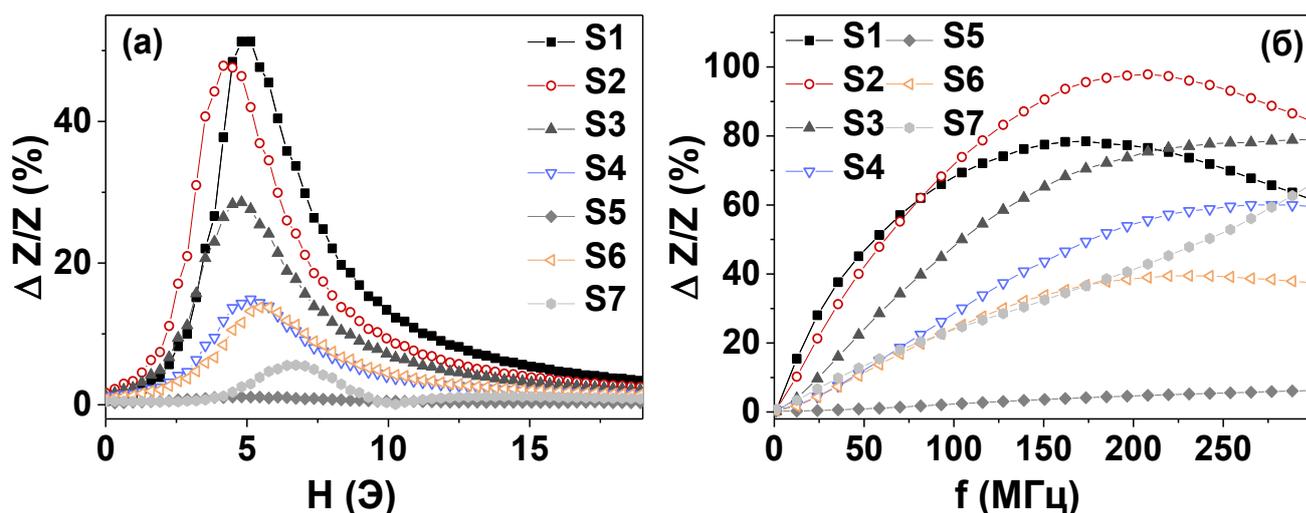


Рисунок 3.7 – Полевая зависимость пленочных элементов с одинаковым или с различным количеством магнитных слоев до и после центрального медного слоя на частоте 58 МГц, для удобства показаны части кривых в нисходящих полях (магнитное поле изменялось от +100 до 0 Э) (а). Частотная зависимость максимальной величины ГМИ отношения импеданса данных элементов (б).

Важно отметить, что на некоторых частотах МИ отношения образцов с промежуточным количеством магнитных слоев превышали величину магнитоимпедансного отношения для симметричной структуры [110]. С одной стороны, этот результат может быть принят во внимание при разработке детекторов слабых магнитных полей, с другой – этот результат интересен и с фундаментальной точки зрения для более полного понимания особенностей динамических магнитных свойств наноструктурированных магнетиков с высокой динамической магнитной проницаемостью. При этом, несмотря на активное

смещение используемого в потребительских устройствах частотного диапазона в область более высоких частот, реализация схемы с более низкой частотой возбуждающего тока во многих случаях является предпочтительной, т. к. она дешевле, менее энергоемка и проще с точки зрения управления микроэлектроникой.

Выше было проведено сравнение полевой зависимости МИ отношения полного импеданса на относительно низкой частоте 58 МГц, где максимум  $\Delta Z/Z_{max}$  наблюдался для симметричной структуры S1. При сравнении МИ эффекта для частот выше 80 МГц оказывается, что в случае асимметричной структуры достигается бóльшая величина эффекта. Различия особенно велики для частот выше 150 МГц. Например, на частоте 200 МГц это различие составляет около 25%. В определенном смысле, более высокий ГМИ эффект для симметричной структуры в диапазоне низких частот предсказуем с теоретической точки зрения - для магнитной структуры меньшей суммарной толщины (в данном случае сравниваются  $[\text{FeNi/Cu}]_9/\text{FeNi}$  и  $\text{FeNi}/[\text{FeNi/Cu}]_7$ ) состояния сильного скин-эффекта, необходимого для наблюдения заметных вариаций ГМИ, можно достичь только при бóльших частотах. Для фиксированного значения магнитной проницаемости глубина скин-слоя (согласно выражению в [29]), а значит и «эффективной» с точки зрения получения сигнала толщины МИ элемента, на частоте 200 МГц будет на 37 % меньше, чем на частоте 80 МГц.

Отдельно отметим область частот тока возбуждения 60 – 90 МГц, в которой значение максимального МИ отношения для полного импеданса близко в случае симметричной структуры S1 и асимметричной S2. Рабочую гипотезу относительно эффективности симметричной структуры можно сформулировать так. Симметричные пленочные МИ элементы хорошо зарекомендовали себя для измерения однородных слабых магнитных полей. Однако, в ряде случаев необходимо детектировать неоднородные поля рассеяния. Например, в биодетектировании с использованием магнитных меток, измеряются совокупные поля рассеяния отдельных магнитных маркеров. Вполне возможно предсказать

существование гипотетической ситуации, при которой ГМИ-элемент с нанесенным на поверхность биоаналитом или покрытием в виде феррогеля может быть рассмотрен как симметричный. Возможно, что в определенных условиях данный дополнительный слой будет эквивалентен еще одному магнитному слою, (приводить к эффективной симметризации комплексной многослойной структуры), т.е. несимметричные пленочные структуры могут более чувствительны к детектированию магнитных полей рассеяния, вызванных присутствием магнитных маркеров в биообразце.

Второй тип пленочных наноструктур со сложной геометрией – это многослойные структуры на основе компоненты  $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5/\text{Ti}(6 \text{ нм})$ . Как и ранее для случая пленочных наноструктур на основе меди, толщина титана была выбрана равной 6 нм на основе анализа литературных данных [13]. Однако, было проведено дополнительное исследование о влиянии различных буферных слоев (Ti, Ta, Cr и Cu) на особенности текстурообразования пленок FeNi. Хотя данная проблема и широко обсуждалась в литературе [49, 111], в настоящей работе было проведено сравнение структуры и магнитных свойств однослойных пленок пермаллоя, осажденных при разных рабочих давлениях аргона (10, 18 и 28 нм/мин) на различные буферные слои (Рисунок 3.8 (а)). Для напылений многослойных структур была использована скорость напыления 28 нм/мин и использовался буферный слой титана, напыляемый на стеклянную подложку [37].

Рентгеновские дифрактограммы для пленок FeNi, осажденных непосредственно на стеклянные подложки, выявили интенсивный (111) дифракционный пик и малоинтенсивный и широкий пик (200), указывающие на соответствие гранцентрированной кубической структуре. Размер кристаллитов оказался одинаковым для всех исследованных образцов (~ 10 нм). Сходство кристаллического состояния образцов косвенно подтверждается сходством величины их магнитосопротивления.

На рисунке 3.8 (б) представлены рентгеновские спектры тонких пленок FeNi, напыленные на различные буферные слои. Острота кристаллографической

текстуры слоев FeNi практически одинакова для буферных слоев Cu и Cr. Однако в случае буферных слоев Ta или Ti интенсивность пика FeNi (111) была в несколько раз выше по сравнению с соответствующей интенсивностью при прямом осаждении на подложку. По сравнению с интенсивным пиком FeNi (111), пик FeNi (200) в этом случае был едва заметен, что указывает на существование очень острой текстуры пленок пермаллоя. Для всех буферных слоев средний размер зерен пленок FeNi был увеличен. Для Cu и Cr это увеличение не очень заметно, но для Ta и Ti размер зерна увеличивается в 2-3 раза. Таким образом, пленки FeNi, нанесенные на буферные слои Ta и Ti обладают как хорошей кристалличностью, так и высокой степенью текстуры. Хотя магнитные свойства однослойных пленок пермаллоя, осажденных на буферный слой тантала, не уступали свойствам однослойных пленок пермаллоя, осажденных на буферный слой титана, технологически более оправдано использовать как можно меньше мишеней в процессе напыления. Поэтому было принято решение использовать титан и для буферного, и для разделительных слоев.

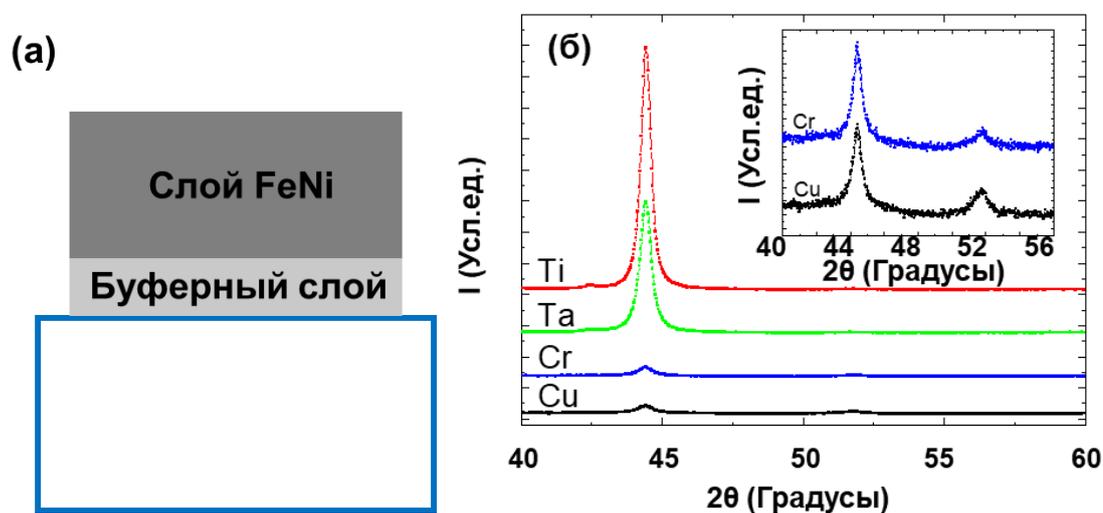


Рисунок 3.8 – Структура пленочных образцов для исследования влияния скорости осаждения и роли буферного слоя (а). Рентгеновские спектры пленок FeNi, напыленных на различные буферные слои: Cu, Cr, Ta и Ti. Вставка показывает часть тех же графиков в меньшем интервале углов.

Вернемся к обсуждению многослойных ГМИ элементов с прослойками титана T1-T7 (Таблица 2.1). Магнитные свойства образцов данной серии первоначально исследовались с помощью меридионального магнитооптического эффекта Керра как со стороны пленочной структуры, так и с противоположной стороны – со стороны прозрачной в оптическом диапазоне стеклянной подложки (Рисунок 3.9 (а) и Рисунок 3.10).

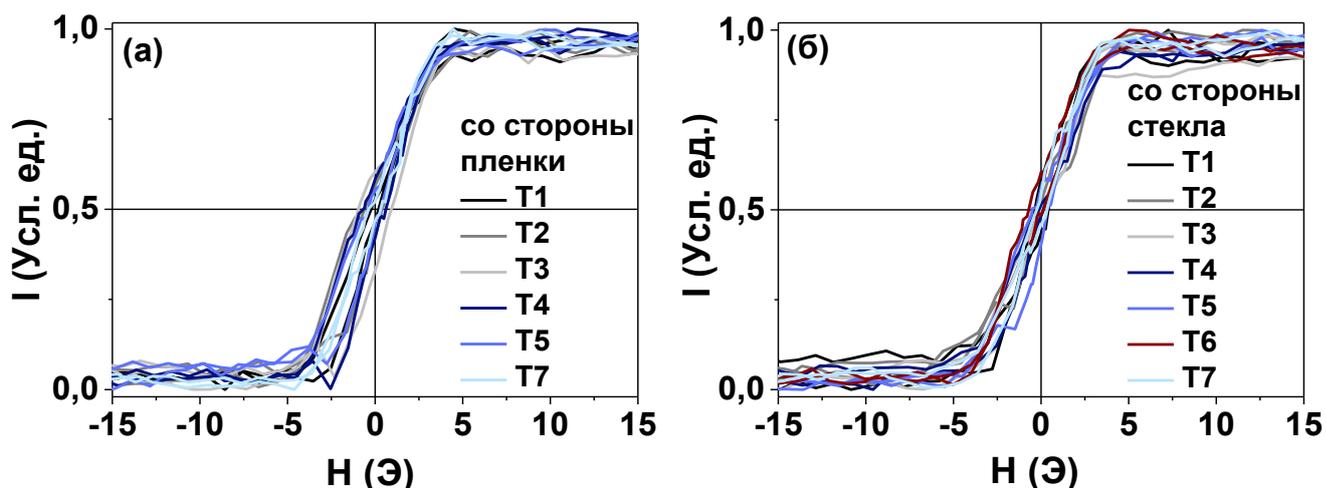


Рисунок 3.9 – МОКЕ петли магнитного гистерезиса, измеренные вдоль ОН, для пленочных элементов  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)/[\text{FeNi}(100)]/\text{Ti}(6)]_m$ , полученные как со стороны верхнего слоя FeNi (100 нм) многослойной структуры над центральным тоководом (а), так и со стороны нижнего слоя FeNi(100 нм), примыкающего к буферному слою (б).

Предполагалось оценить возможные различия между свойствами верхнего слоя FeNi (100 нм) многослойной структуры над проводящим центральным тоководом и нижнего слоя FeNi (100 нм), примыкающего к буферному слою титана (оптическая информационная глубина для пленок пермаллоя не превышает 20 нм). Все рассмотренные пленочные структуры обладали наведенной одноосной магнитной анизотропией с осью легкого намагничивания, параллельной короткой стороне прямоугольного элемента и являлись магнитомягкими, со средним

значением коэрцитивной силы  $0,5 \pm 0,2$  Э и величиной поля магнитной анизотропии  $3,5 \pm 0,4$  Э.

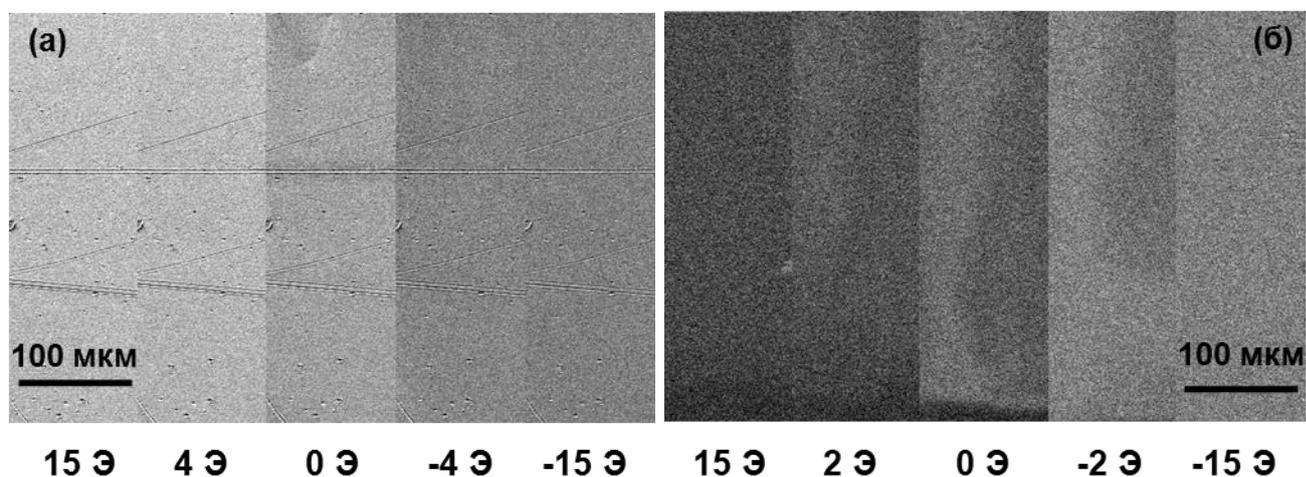


Рисунок 3.10 – Примеры МОКЕ контраста в различных магнитных полях для пленочного элемента  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)/([\text{FeNi}(100)]/\text{Ti}(6))_5$  (Т1), как со стороны верхнего слоя FeNi(100 нм) многослойной структуры над проводящим центральным тоководом (а) так и со стороны стеклянной подложки (б). Внешнее поле ориентировано «в плоскости» пленки и горизонтально, длинная сторона элемента ориентирована горизонтально (ОЛН ориентирована вертикально).

Для всех элементов, исследованных со стороны стекла, наблюдались близкие особенности процессов намагничивания, а именно, хотя основной вклад вносили процессы перемагничивания путем вращения вектора спонтанной намагниченности, наблюдалось и появление магнитных доменов с ориентацией намагниченности в плоскости пленки и перемагничивание путем смещения доменных границ (Рисунок 3.10 (б)). Для элементов с меньшим количеством магнитных слоев (Т5, Т4) перемагничивание со стороны пленочной структуры происходило преимущественно путем вращения вектора спонтанной намагниченности (Рисунок 3.10 (а)), тогда как для структур с большим количеством магнитных слоев (Т1, Т2) перемагничивание крайних слоев иногда

происходило путем зарождения и смещения доменных границ (как на Рисунке 3.10 (б) или Рисунке 3.4).

Рассмотрим особенности ГМИ эффекта. На Рисунке 3.11 (а) представлена полевая зависимость ГМИ отношения для элемента  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)/([\text{FeNi}(100)]/\text{Ti}(6))_4$  (Т2). Общая форма кривой с двумя пиками, расположенными вблизи поля анизотропии (4 Э) подтверждает существование поперечной (параллельно короткой стороне прямоугольного элемента) магнитной анизотропии с магнитной анизотропии с узким распределением локальных осей анизотропии. Отдельно отметим отсутствие ГМИ гистерезиса – магнитоимпедансные кривые в восходящем и нисходящем полях отличаются незначительно. С одной стороны, это мало согласуется с тем, что для структур с большим количеством магнитных слоев перемагничивание крайних слоев иногда происходило путем зарождения и смещения доменных границ, всегда сопровождающихся ГМИ-гистерезисом. С другой стороны, объяснение такого наблюдения может быть дано на основе предположения о том, что смещением доменных границ может перемагничиваться только крайний слой (или даже его небольшая часть до 20 нм), вносящий небольшой вклад в общее поведение магнитных пленочных структур с большим количеством магнитных слоев.

На Рисунке 3.11 (б) представлен график зависимости величины МИ отношения полного импеданса от числа слоев для серии пленок с особенностями геометрии  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_5/\text{Ti}/\text{Cu}/\text{Ti}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$  ( $m = 5 - 0$ , Т1 – Т7). Наблюдалась монотонно убывающая и почти линейная зависимость максимальной величины МИ отношения при уменьшении числа магнитных слоев над центральным слоем меди. Данный результат согласуется с теоретическим расчетом по оптимальному отношению толщины центрального проводящего и магнитных слоев [110].

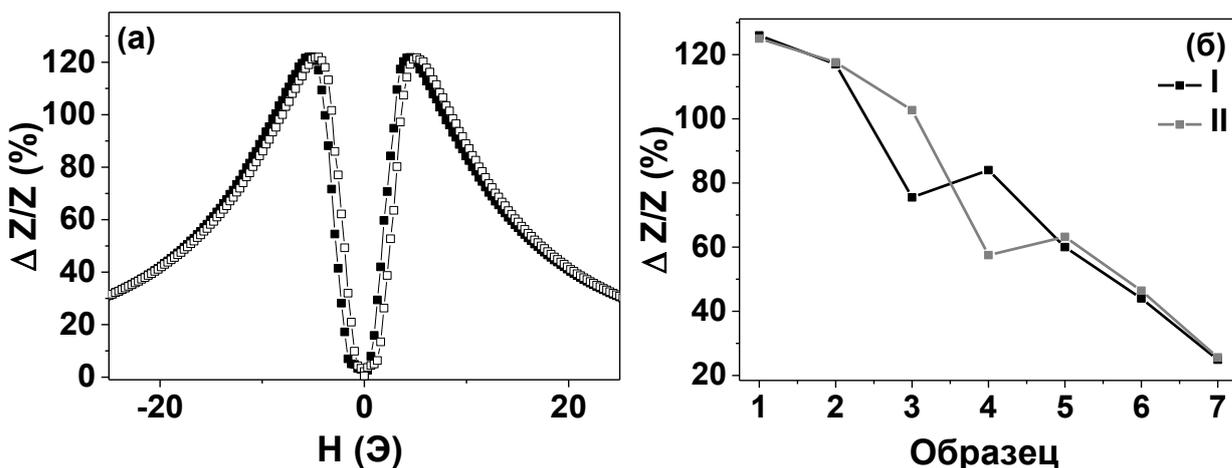


Рисунок 3.11 – Полевая зависимость ГМИ отношения полного импеданса ( $f = 190$  МГц) для образца T2: открытые символы – в нисходящих полях, закрытые символы – в восходящих полях (а). Зависимость величины максимального МИ отношения полного импеданса от количества слоев многослойной структуры (б): 1 - T1, 2 – T2, 3 – T3, 4 – T4, 5 – T5, 6 – T6, 7 – T7.

Несмотря на то, что абсолютные максимумы МИ отношения составили для полного импеданса  $\Delta Z/Z = 126\%$  и для его действительной части  $\Delta R/R = 270\%$  и наблюдались для структуры T1, структура T2 также демонстрирует высокое МИ отношение  $\Delta Z/Z = 121\%$  и  $\Delta R/R = 160\%$  в меньших полях, хотя и на больших частотах (Рисунок 3.12). Такое поведение хорошо коррелирует с результатами теоретического расчета, рассмотренными в предыдущем разделе и [110]. Кроме того, максимальная чувствительность  $S(\Delta Z/Z)$  асимметричной структуры  $24\%/Э$  была выше, чем  $S(\Delta Z/Z) = 20\%/Э$  для симметричной структуры на частоте 210 МГц (в поле 5,1 Э и 6,5 Э, соответственно). Таким образом, при одной и той же частоте тока возбуждения асимметричная структура по двум вышеуказанным технологически важным параметрам оказалась предпочтительнее.

В определенном смысле образцы T6 –  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)$  и T7 –  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)$  можно рассматривать только в качестве модельных, т.к. высокого эффекта ГМИ в них не ожидалось. При этом структура T6 представляет собой многослойную магнитную пленку «закрытую» тоководом.

Такая конфигурация вполне может возникнуть при разработке электронных устройств.

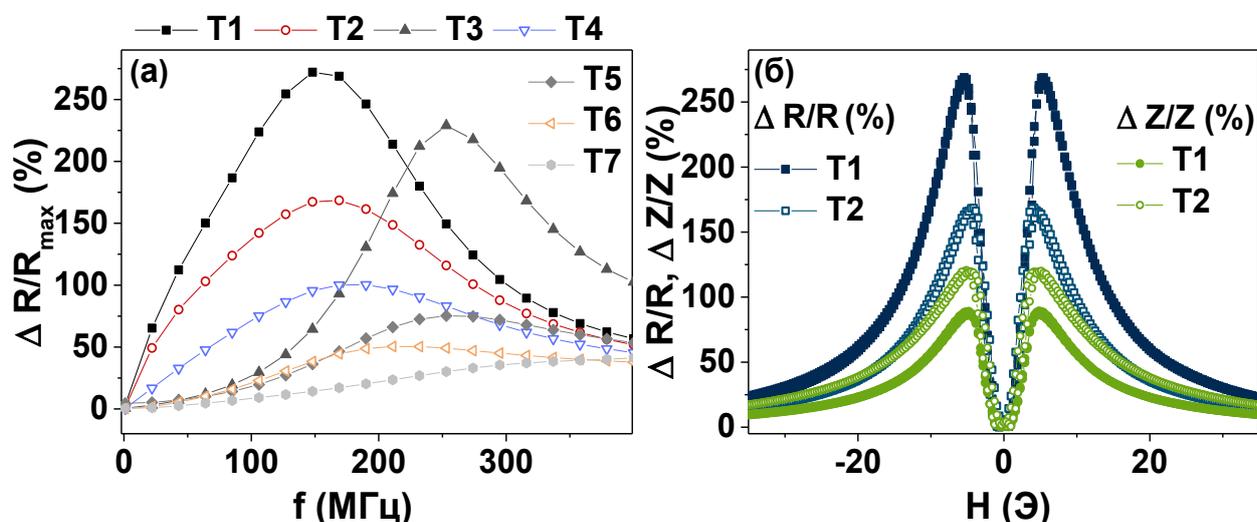


Рисунок 3.12 – Частотная зависимость ГМИ отношения действительной части полного импеданса пленочных структур серии  $[\text{Ti}/\text{FeNi}]_5/\text{Ti}/\text{Cu}/\text{Ti}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_m$  (а). Полевая зависимость ГМИ отношения полного импеданса и его действительной части для образцов T1 и T2 на частоте 210 МГц (б).

В данной части работы были исследованы магнитные и магнитоимпедансные свойства многослойных структур с особенностями геометрии с тонкими прослойками меди и титана. Монотонно убывающая зависимость максимума магнитоимпедансного отношения полного импеданса  $\Delta Z/Z$  от количества слоев при их уменьшении (от симметричной структуры к наиболее асимметричной) была получена для многослойных структур с немагнитными прослойками меди или титана. Для асимметричных пленок наблюдалась тенденция смещения пика  $\Delta Z/Z$  в область более высоких частот. Близость МИ характеристик для симметричной структуры и структуры без одного магнитного слоя (S1 и S2, T1 и T2) позволяет рекомендовать асимметричную структуру для исследований ГМИ-структур с модифицированным верхним слоем (с покрытиями, распределенными магнитными маркерами и др.).

### **3.4 Свойства однослойных и многослойных пленочных элементов на основе FeNi на твердых и гибких подложках в сверхвысокочастотном диапазоне**

Исследования статических и динамических магнитных свойств (в данном случае - ферромагнитного резонанса и магнитного импеданса) однослойных и многослойных пленочных структур были проведены для пленок пермаллоя при незначительном варьировании состава и набора толщин пленок (в качестве буферного слоя выступал тантал), а также для многослойных пленок FeNi с прослойками меди на подложках из стекла (твердых) и из циклоолефинового сополимера (гибких). Ранее мы отмечали, что магнитный импеданс и ферромагнитный резонанс – высокочастотные магнитные явления, имеющие между собой много общего, т.к. оба они связаны с таким параметром, как динамическая магнитная проницаемость. Одно время в литературе даже велась сравнительная дискуссия об их эквивалентности и возможности предсказывать ГМИ характеристики магнитомягких материалов на основании измерений ФМР [65]. Вопрос этот актуален и в настоящее время, особенно в свете развития таких методик, как измерение ФМР в широком диапазоне частот с использованием полосковых, копланарных линий и др. [112, 113, 114]. Отдельно следует отметить, что большинство исследований ФМР относится к тонким однослойным пленкам пермаллоя, а не к многослойным структурам. С нашей точки зрения ценность настоящего исследования состоит в том, что в некоторых случаях как характеристики ФМР, так и ГМИ были измерены на одних и тех же образцах, приготовленных в одном технологическом цикле, что позволяло проводить корректный сравнительный анализ их динамических характеристик.

Образцы были получены методом магнетронного напыления, в качестве буферного слоя использовался тантал толщиной 10 нм (Таблица 2.3 и Таблица 3.3). Рентгенофазовый анализ показал, что состав пленочных структур – это сплав FeNi с хорошо сформированной гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой. В общем виде состояние пленок можно было определить как нанокристаллическое при отсутствии четкой зависимости среднего размера зерна

от состава и толщины пленки в рассматриваемых интервалах составов и толщин. Средний размер элементарной ячейки  $a$  составил  $0,3540 \pm 0,0001$  нм, а средний размер зерна  $d$  составил  $28 \pm 2$  нм. Значительного вклада оксидов или нитридов в составе образцов не наблюдалось.

Петли магнитного гистерезиса для образцов A1, A2 и A3 (толщина магнитного слоя 50, 100 и 500 нм, соответственно) на основе пермаллоя  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  иллюстрируют особенности перемагничивания при формировании «закритического» состояния [114]. При толщинах пленочных образцов менее 500 нм наблюдались прямоугольные петли гистерезиса с низкой коэрцитивной силой (A1 и A2; Рисунок 3.13 (а)), характерные для магнитомягких магнетиков с плоскостной магнитной анизотропией. При толщине 500 нм для образца A3 наблюдался переход в «закритическое» состояние, характеризующееся высокой коэрцитивной силой, появлением компоненты перпендикулярной анизотропии и отсутствием ярко выраженной магнитной анизотропии в плоскости пленки (Рисунок 3.13 (б)).

Для структур с такими же толщинами на основе сплава  $\text{Fe}_{17}\text{Ni}_{83}$  (B1, B2 и B3) форма петель гистерезиса практически не изменилась. Отсутствие перехода в «закритическое» состояние для более толстой пленочной структуры B3 могло быть следствием особенностей технологических параметров при напылении.

С другой стороны, сохранение особенностей магнитной анизотропии и процесса намагничивания могло быть связано с повышенным содержанием никеля и особенностями эффективной магнитной анизотропии. Толщина  $L_c$ , при которой происходил переход в «закритическое» состояние, может быть оценена следующим образом [115, 100]:

$$L_c \sim (K_p)^{-1/2}, \quad (3.1)$$

где  $K_p$  – константа перпендикулярной магнитной анизотропии. Следовательно, в сплаве  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  повышенное содержание никеля приводило к увеличению критической толщины перехода в «закритическое» состояние и сохранению

магнитной мягкости до более высоких толщин. Похожая тенденция наблюдалась для образцов на основе сплава  $Fe_{15}Ni_{85}$  (Рисунок 3.13 (в)).

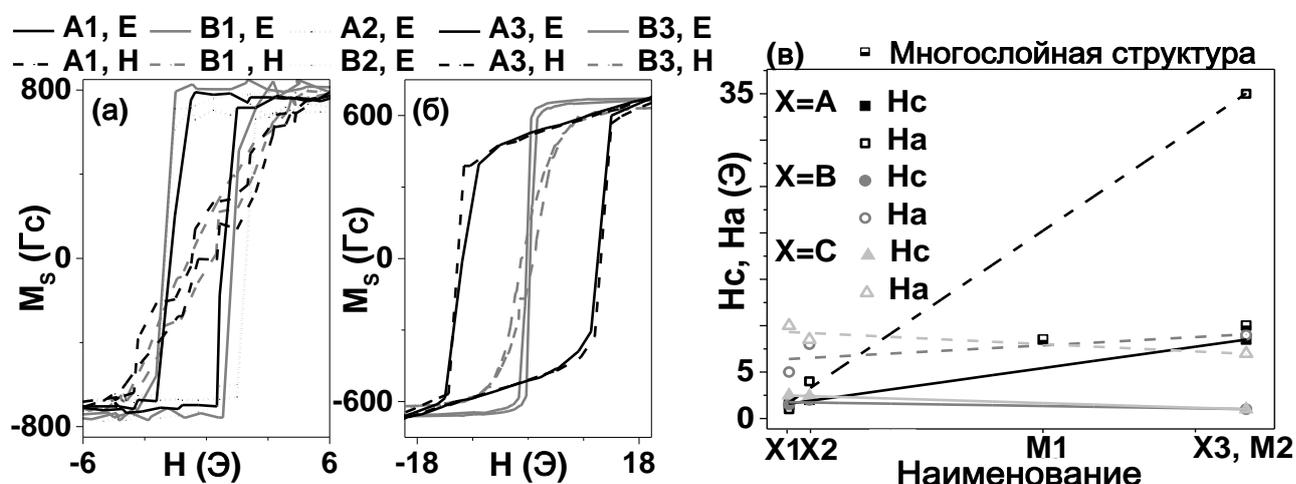


Рисунок 3.13 – Петли гистерезиса, измеренные с помощью вибрационного магнитометра для образцов толщиной 50, 100 нм (а) и 500 нм (б) на основе сплава  $Fe_{19}Ni_{81}$  (тип А) и  $Fe_{17}Ni_{83}$  (тип В) (Таблица 2.3). Обозначение «Е» соответствует режиму измерений при приложении внешнего магнитного поля вдоль оси легкого намагничивания, «Н» – перпендикулярно ей. Сравнение величин коэрцитивной силы и поля анизотропии для пленочных структур из Таблицы 3.3, в том числе для сплава на основе  $Fe_{15}Ni_{85}$  (тип С) (в).

С увеличением толщины пленок пермаллоя, полученных магнетронным распылением возможно некоторое увеличение неоднородности локальной магнитной анизотропии и магнитных свойств образца. Метод ферромагнитного резонанса очень чувствителен к таким изменениям, а именно меняется как величина резонансного поля, так и ширина пика ФМР. На Рисунке 3.14 (а) показана зависимость первой производной пика поглощения от величины внешнего магнитного поля для образцов на основе пермаллоя  $Fe_{20}Ni_{80}$  разной толщины (см. также Рисунок 2.3) для двух ориентаций внешнего магнитного поля: в плоскости пленочного образца и перпендикулярно ей.

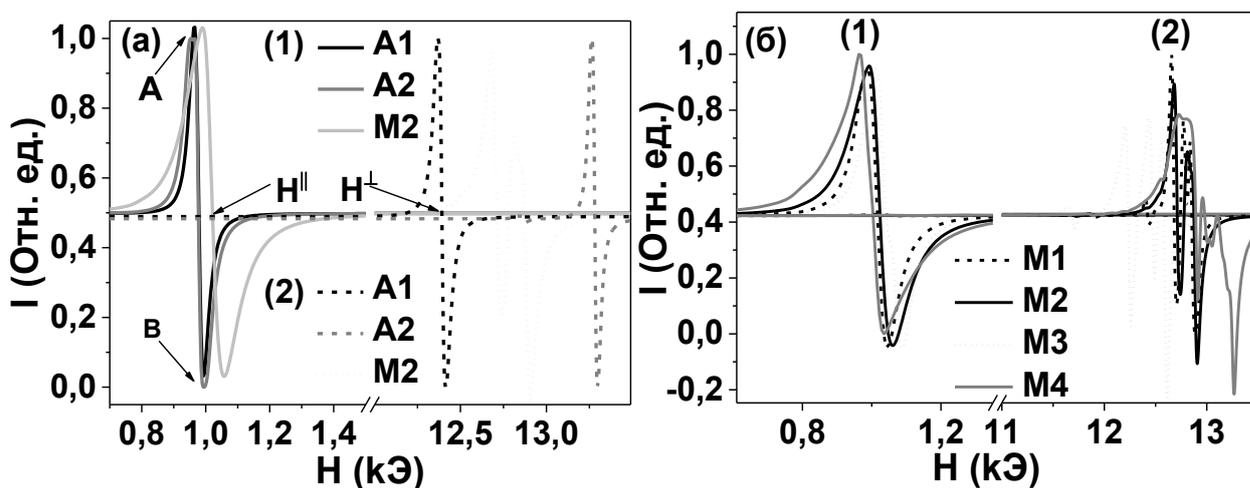


Рисунок 3.14 – ФМР спектры представлены в виде первой производной мощности поглощения по полю  $I$ , как функции внешнего магнитного поля  $H$ . ФМР спектры в конфигурации (1) и (2) образцов на основе пермаллоя  $Fe_{20}Ni_{80}$  разной толщины (а). ФМР спектры в конфигурации (1) многослойных образцов на твердой и гибкой подложках (б).

В конфигурации (1) во всех случаях наблюдался один резонансный пик. Значение резонансного поля  $H^{\parallel}$  было одним и тем же для однослойных образцов A1, A2, а в случае многослойного образца M2 величина резонансного поля  $H^{\parallel}$  оказалась на 30 Э выше соответствующих значений для однослойных образцов (Таблица 3.3). В конфигурации (2) для однослойных структур A1 и A2 наблюдался только один ФМР пик, тогда как для многослойной M2 наблюдалось расщепление на несколько ФМР пиков. Можно было предположить наличие нескольких областей внутри этой структуры из 5 магнитных слоев, резонансное поглощение в которых происходило при близких, но разных по значению величинах внешнего подмагничивающего поля, т.е. фактически наблюдается ряд ФМР линий от индивидуальных слоев или даже областей перемешивания у интерфейсов. Пики поглощения перекрывались и затрудняли проведение более детальной оценки.

Таблица 3.3 – Магнитные характеристики исследуемых образцов, полученные при помощи вибрационной магнитометрии и ферромагнитного резонанса. Погрешность измерения  $H^{\parallel}$  и  $H^{\perp}$  менее 2 Э

Образец	$4\pi M_s$ (кГс)	$H^{\parallel}$ (кЭ)	$H^{\perp}$ (кЭ)	$4\pi M_{\text{eff}}$ (кГс)	$\Delta H^{\parallel}$ (Э)	$K_p \times 10^4$ (эрг/см <sup>3</sup> )
A1	10,1±0,3	0,98	12,39	9,2±0,1	30	2±1
A2	9,8±0,3	0,98	13,28	10,0±0,2	28	2±1
B2	9,5±0,3	1,02	12,68	9,4±0,2	37	2±1
C2	9,2±0,3	1,05	12,40	9,1±0,2	39	1±1
E2	8,2±0,3	1,22	10,62	7,4±0,2	60	1±1
M1	6,1±0,2	1,01	12,77	9,5±0,3	59	82±10
M2	7,4±0,2	1,02	12,79	9,5±0,2	67	61±16
M3	6,8±0,2	1,04	13,21	9,8±0,5	75	82±10
M4	10,2±0,3	1,00	13,12	9,8±0,4	68	30±15

Рассмотрим спектры для многослойных структур в конфигурации (1): величины резонансных полей  $H''$  для многослойных структур M1 и M2 на стеклянных подложках совпадают друг с другом (Рисунок 3.14 (б)). Следовательно, M1 и M2 имеют равные значения  $4\pi M_{\text{eff}} = 9,5$  кГс (Уравнение 2.10). Значения  $4\pi M_{\text{eff}}$  для структур на полимерных подложках также были равны между собой, хотя значения резонансного поля  $H''$  несколько превышали значения, наблюдаемые для остальных образцов на основе сплава Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>. Расщепление пика в конфигурации (2) наблюдалось для всех многослойных

структур. Источником сформировавшихся неоднородных магнитных состояний можно назвать различные условия осаждения разных магнитных слоев.

Угловые зависимости линий ФМР (измерения в конфигурации (1)) для многослойных структур на стеклянных подложках представлены в виде трехмерной диаграммы на Рисунке 3.15. Градация серого характеризует интенсивность производной пика поглощения: положение его максимума или точка А – это белая вертикальная линия на угловой зависимости, минимум или точка В – это черная вертикальная линия, тонкая серая линия между ними соответствует положению резонансного поля  $H''$  (см. Рисунок 3.14 (а)).

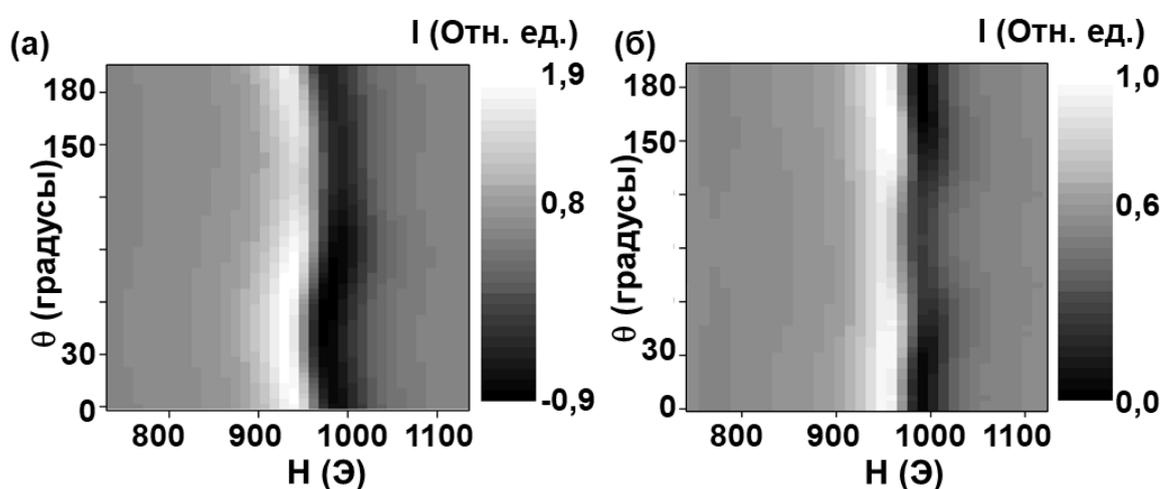


Рисунок 3.15 – Угловая зависимость линий ферромагнитного резонанса, измеренных в конфигурации (1) для образцов М2 (а) и М1 (б).

Один минимум на угловой зависимости  $H''$  характерен для одноосного ферромагнетика и соответствует положению пленочной структуры в резонаторе, когда внешнее магнитное поле параллельно оси легкого намагничивания (и лежит в плоскости пленки, т.е. в конфигурации (1)). Такой тип зависимости наблюдался для структур М2 и М3 (Рисунок 3.15 (а)). Наличие двух максимумов на угловой зависимости  $H''$  могло свидетельствовать о вкладе в магнитокристаллическую анизотропию констант анизотропии более высоких порядков, что наблюдалось

для структур М1, М4 (Рисунок 3.15 (б)). Предполагалось, что внутренние напряжения для структуры М2 в большей степени скомпенсированы. Для структуры М3 напряжения в пленке, возникающие при осаждении на гибкую подложку и напряжения сформировавшиеся, собственно, в процессе осаждения пермаллоя имели разные знаки и были скомпенсированы, для структур М1 и М4 суммирование этих факторов, напротив, приводило к формированию более сложной эффективной анизотропии в многослойных пленочных структурах.

Данные прямого сравнения величины  $4\pi M_s$  (по данным СКВИД магнитометрии) и  $4\pi M_{eff}$  (из анализа спектров ФМР) приведены на Рисунке 3.16 (а). Во всех случаях, кроме  $x = 12$ , величины параметров  $4\pi M_{eff}$  и  $4\pi M_s$  близки и показывают линейное уменьшение с уменьшением концентрации железа. Тождественность магнитных параметров свидетельствует об отсутствии перпендикулярной анизотропии в образцах с содержанием железа вблизи 20 % (вблизи состава с нулевой константой магнитострикции, образцов А2, В2 и С2). В образце  $Fe_{12}Ni_{88}$  эффективная намагниченность становится меньше величины  $4\pi M_s$ , что предполагает дополнительный вклад компоненты перпендикулярной анизотропии. Таким образом сформировавшаяся перпендикулярная анизотропия в М4 приводила к снижению значения остаточной намагниченности и увеличению  $H_c$ , в сравнении с другими образцами (Рисунок 3.13 (а)).

Индукцированная анизотропия с константой анизотропии  $K_p$  при меньшем содержании железа может быть вызвана увеличением уровня внутренних напряжений и значительным увеличением вклада магнитоупругой энергии при этих концентрациях железа. Примечательно, что ширина линии ФМР ( $\Delta H_{pp}$ , Таблица 3.3) остается постоянной при концентрациях Fe между 19 и 15 ат. %, но увеличивается на 50 % при 12 ат. %, что указывает на увеличение магнитоупругого вклада при более низкой концентрации железа, сопровождающееся усилением магнитной релаксации.

Величина  $g$ -фактора (от 2,05 до 2,07) довольно слабо зависела от концентрации железа в исследуемых образцах. Полученные значения  $g$ -факторов

хорошо согласуются с другими исследованиями, опубликованными в литературе [116]. Наблюдалась тенденция небольшого уменьшения константы обменной жесткости с уменьшением концентрации железа. На Рисунке 3.16 (б) приведен пример спин-волновых резонансов, наблюдаемых в тонкой пленке  $\text{Fe}_{12}\text{Ni}_{88}$  с наибольшим отклонением от нулевой магнитострикционной концентрации. Измеренные значения константы обменной жесткости находятся в хорошем согласии с ранее опубликованными данными ( $1,2 \times 10^{-6}$  эрг/см для  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ) [116].

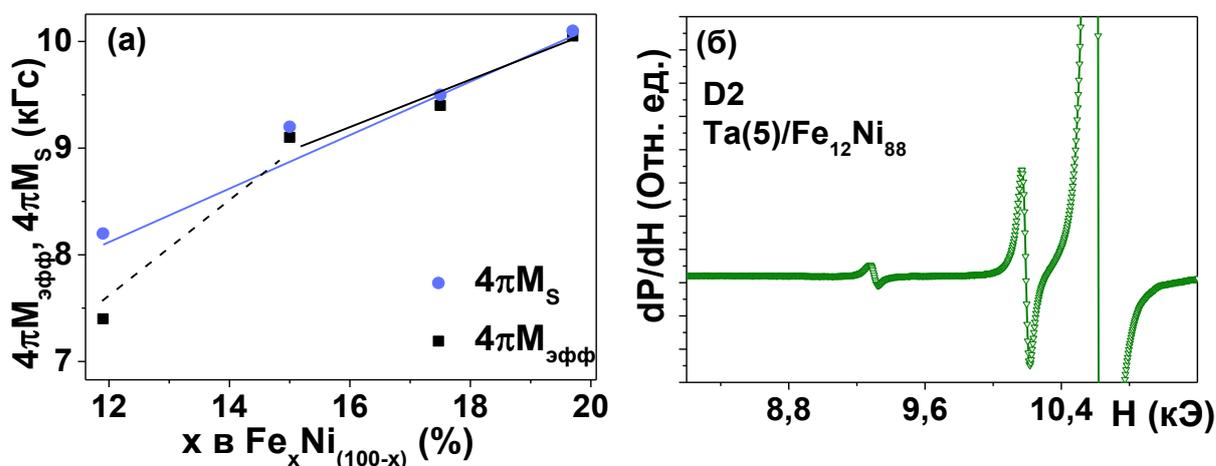


Рисунок 3.16 – Сравнение концентрационных зависимостей статических  $4\pi M_s$  и динамических  $4\pi M_{eff}$  значений намагниченности (а). Пример спин-волновых резонансов в тонкой пленке  $\text{Fe}_{12}\text{Ni}_{88}$  D2, измеренной в перпендикулярной конфигурации,  $f = 9,39$  ГГц (б).

Далее сравним результаты исследований для многослойных структур одной и той же геометрии, но со слоями FeNi нескольких различных составов. Начнем обсуждение с результатов измерений магнитных свойств при помощи МОКЕ и после перейдем к обсуждению магнитоимпедансных характеристик и их корреляции с ФМР исследованиями.

Для создания многослойной пленочной структуры на примере сплава  $\text{Fe}_{11}\text{Ni}_{89}$  был проведен подбор состава и толщины немагнитной прослойки, результаты которого представлены в работе [118]. В качестве оптимального

технологического параметра для многослойной структуры этого состава была выбрана толщина магнитного слоя 50 нм. Для сравнительного анализа были выбраны 4 многослойных структуры, представленных в Таблице 2.2.

Во всех рассматриваемых случаях структуры представляли собой магнитомягкие ферромагнетики с одноосной индуцированной магнитной анизотропией (Рисунок 3.17 (а)) с полем анизотропии близким к 15 Э и коэрцитивной силой около 1 Э. Несколько более высокое значение поля анизотропии 17 Э наблюдалось для симметричной структуры, в которой присутствуют как слои  $\text{Fe}_{11}\text{Ni}_{89}$ , так и  $\text{Fe}_{13}\text{Ni}_{87}$ . Данный факт нами интерпретировался как следствие неоднородного распределения напряжений, которое способствовало формированию локальной эффективной анизотропии с более высокой величиной константы анизотропии, либо более высокой степени неоднородности магнитного материала, возникающей из-за повышенной дисперсии локальных ОЛН.

Даже незначительное изменение магнитостатических свойств магнитного материала, как правило, значительно отражается на его магнитодинамических свойствах (Рисунок 3.17 (а):  $H_c = 1,2$  Э (для F1),  $H_c = 0,5$  Э (для F2),  $H_c = 0,4$  Э (для F3),  $H_c = 1,2$  Э (для F1),  $H_c = 0,2$  Э (для F4). Эта тенденция наблюдалась при сравнительном анализе многослойной структуры F2 и дополнительно созданного образца на основе того же сплава  $\text{Fe}_{13}\text{Ni}_{77}$  и той же структуры, где вместо тонких прослоек тантала использовались прослойки меди (толщиной 5 нм). Максимум МИ отношения полного импеданса  $\Delta Z/Z_{max}$  составил 42 % для пленочной структуры с прослойками тантала против 31 % для пленочной структуры с прослойками меди.

На Рисунке 3.17 (б) показаны полевые зависимости МИ отношения полного импеданса для образцов F1, F2 и F3, также образца F4 содержавшего слои разных составов (Таблица 2.2). Видно, что наивысшие значения ГМИ соответствовали многослойной структуре с близкой к нулю константой магнитострикцией (с магнитными слоями  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ).

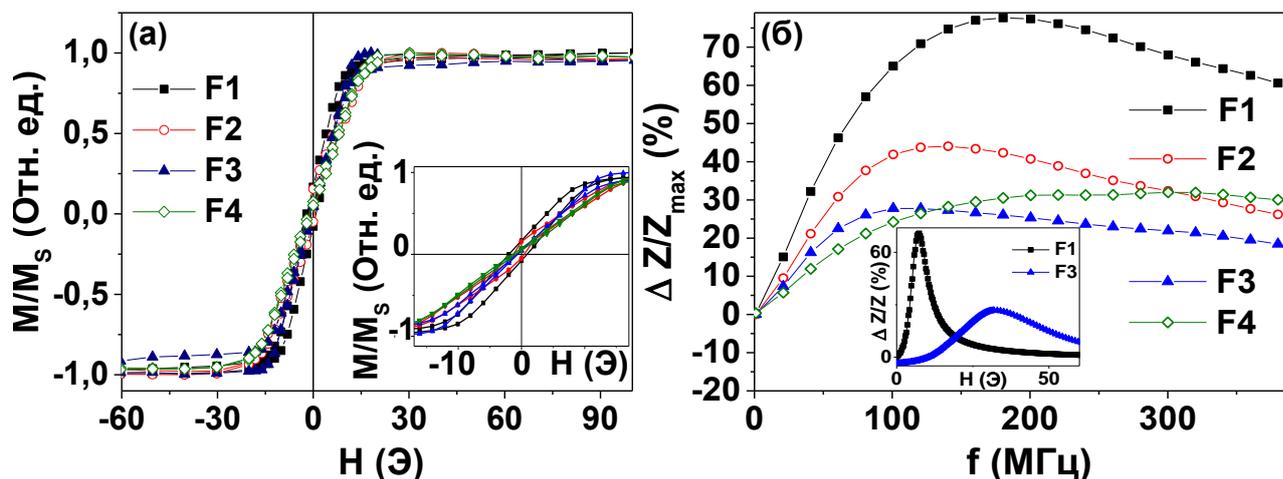


Рисунок 3.17 – Петли гистерезиса измеренные перпендикулярно ОЛН на магнитооптическом Керр-микроскопе для симметричных структур на основе сплавов  $Fe_xNi_{100-x}$ , F1 –  $x = 20$ , F2 –  $x = 13$ , F3 –  $x = 11$ , F4 содержит слои с  $x = 13$  и с  $x = 11$  (а). На вставке процесс перемагничивания в области малых полей. Частотная зависимость магнитоимпедансного отношения полного импеданса (б). На вставке полевая зависимость для структур F1 и F3 на частоте 120 МГц.

Максимальное значение  $\Delta Z/Z$  отношения линейно зависело от содержания железа в сплаве  $Fe_xNi_{100-x}$ . Тенденция уменьшения  $\Delta Z/Z$  отношения вполне понятна, если принять во внимание как статические, так и динамические магнитные свойства: самые высокие значения ГМИ соответствуют материалу с самой низкой коэрцитивной силой и самой высокой намагниченностью. В то же время (Рисунок 3.17. (б)) максимальные значения  $\Delta Z/Z$  для полевой зависимости ГМИ отношения появлялись в достаточно высоких полях, что приводило к снижению чувствительности  $\Delta Z/Z$  (H). Простой анализ кривых  $\Delta Z/Z$  (H) давал величину чувствительности 31 %/Э для F1, 3 %/Э для F2 и менее 1 %/Э для структуры F3. Таким образом, в многослойных FeNi структурах наблюдалась сильная концентрационная зависимость ГМИ параметров. Полученные многослойные структуры (помимо F1), по-видимому, имеют слишком низкую концентрацию железа (слишком высокую константу магнитострикции) для высокой чувствительности ГМИ эффекта. Тем не менее, даже в худшем случае

структуры F3 чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю все еще сравнима с чувствительностью магниторезистивных элементов.

Полученные результаты для ФМР и ГМИ подтверждают идеи, ранее высказанные в литературе, о некоторой степени эквивалентности процессов, наблюдаемых в данных высокочастотных явлениях [65]. Выше отмечалось, как при увеличении содержания никеля в сплаве  $Fe_xNi_{100-x}$  меняются спектры ферромагнитного резонанса – происходит уменьшение эффективной намагниченности и увеличение ширины пика поглощения, что соответствует снижению степени однородности магнитных свойств материала, увеличению уровня внутренних напряжений. При формировании многослойных структур такие эффекты могут накапливаться, наблюдается сильная зависимость свойств от ряда технологических параметров. Именно поэтому исследователи отдают предпочтение сплаву  $Fe_{20}Ni_{80}$  с нулевой магнитострикцией при выборе материала для сенсорных элементов, работающих с использованием гигантского магнитоимпедансного эффекта. Снижение магнитодинамических характеристик происходит постепенно: так, максимум магнитоимпедансного отношения полного импеданса на частоте 100 МГц для структуры F1 равен 65 %, а для структуры F4 равен 28 %, при меньшем на 8 % содержании железа в сплаве  $Fe_xNi_{100-x}$ .

Форма кривых полевой зависимости полного импеданса  $\Delta Z/Z(H)$  (вставка Рисунка 3.17 (б)) наглядно демонстрирует различия между многослойными структурами на основе  $Fe_{11}Ni_{89}$  и на основе  $Fe_{20}Ni_{80}$ :  $\Delta Z/Z$  значительно ниже, а рабочие поля значительно выше в случае состава  $Fe_{11}Ni_{89}$ , при величинах полей анизотропии близких для магнитостатических измерений, и поля положения пика  $\Delta Z/Z(H)$  для МИ исследований. Это согласуется с предположением об увеличении дисперсии осей эффективной магнитной анизотропии и связанного с этим дополнительного вклада магнитоупругой анизотропии и существования повышенных напряжений в материале с высокой магнитострикцией. С учетом результатов сравнения концентрационной зависимости статической и

динамической намагниченности пермаллоя можно внести предложение о необходимости подробного исследования составов вблизи состава  $Fe_{15}Ni_{85}$ .

В разделе было представлено исследование пленок пермаллоя  $Fe_xNi_{100-x}$ , где  $x = 20, 17, 15, 13, 12, 11$  % различной толщины и многослойных пленочных структур, напыленных на стеклянные и полимерные подложки из циклоолефина, с целью проведения сравнительного анализа структуры, магнитных свойств и ФМР характеристик. Изменение величины резонансного поля и ширины линии пика поглощения с толщиной пленки объяснялось присутствием в тонкопленочной структуре областей с различной намагниченностью и дисперсией локальной анизотропии, наведенной при осаждении пленок. На спектрах ФМР было продемонстрировано расщепление пиков резонансного поглощения при приложении подмагничивающего поля в направлении нормали к поверхности многослойных пленок. Вклад напряжений, возникающих во время послойного осаждения пленочных структур на подложку и на другие магнитные слои, был выделен как более значимый для многослойных структур с тремя магнитными слоями и менее значимый для структур с пятью магнитными слоями. Измерение угловых зависимостей ФМР при приложении поля в плоскости пленочных структур позволило рекомендовать структуру  $[Cu (3 \text{ нм})/FeNi (100 \text{ нм})]_5/Cu (3 \text{ нм})$  (M2) на стеклянной подложке как наиболее перспективную для сенсорных приложений.

Сравнение концентрационных зависимостей для статических  $4\pi M_s$  и динамических значений намагниченности  $4\pi M_{eff}$  позволило выбрать узкий интервал около состава  $Fe_{15}Ni_{85}$ , что представляется интересным для разработки специализированных датчиков давления. Самые высокие значения ГМИ соответствовали многослойной структуре с близкой к нулю магнитострикцией слоев  $FeNi$ , однако даже для структуры на основе сплава  $Fe_{11}Ni_{89}$  чувствительность  $\Delta Z/Z$  составила 2 %/Э, величина, которая вполне приемлема для многих технических приложений [119]. Отдельно следует заметить, что именно ГМИ детекторы с пленочными чувствительными элементами являются

перспективными функциональными материалами для создания датчиков напряжений и деформаций.

### **3.5 Исследование магнитных свойств и магнитного импеданса FeNi тонкопленочных элементов на подложках из стекла и полимера в температурном интервале 25 – 50°C**

Магнитные свойства и температурная зависимость магнитоимпедансного эффекта в интервале температур от 25 до 50°C были исследованы для многослойных тонкопленочных элементов на основе пермаллоя.

Измерения проводились на модернизированной установке на базе анализатора импеданса (Раздел 2.1.5). Образец закреплялся на держателе таким образом, чтобы минимизировать применение контактного клея и уменьшить давление контактных площадок на образец [120]. Для исследования были взяты структуры типа  $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_m$ , в рамках этого раздела будут приняты следующие обозначения:  $m = 5$  на твердой стеклянной подложке – структура R1 (симметричная структура типа N2 раздела 3.2),  $m = 5$  на циклоолефиновой подложке – структура R2,  $m = 3$  на стеклянной подложке – структура R3,  $m = 3$  на гибкой циклоолефиновой подложке – структура R4,  $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5$  на стеклянной подложке – структура R5.

Влияние температурной обработки на магнитные и магнитоимпедансные свойства активно исследовалось для аморфных лент и проволок, в частности, было установлено, что предпочтителен отжиг в магнитном поле, направленном перпендикулярно длинной стороне объекта [121], а также для  $\mu$ -металлов [122]. Отжиг при температурах от 300 до 450°C [123] приводил к увеличению магнитоимпедансного эффекта за счет изменения особенностей динамической магнитной проницаемости. В литературе также было показано, что температурный отклик ГМИ можно стабилизировать инструментально, при реализации мостовой схемы [124]. В случае пленочных структур на основе пермаллоя даже при отжиге до 100°C происходит падение константы анизотропии

[125], поля анизотропии и заметно варьируется действительная часть полного электросопротивления [126], из-за аннигиляции вакансий, диффузии пар атомов [127] и, в большей степени, благодаря влиянию более сильных структурных превращений [125, 128-129].

В данной части диссертационной работы использованный температурный интервал от 25 до 50 °С предполагал обратимость всех характеристик даже при многократном прохождении по данному температурному циклу, являющемуся типичным для работы многих электронных устройств. Петли магнитного гистерезиса пленочных структур были получены при тех же температурах, при которых измерялось электросопротивление на постоянном токе и магнитный импеданс (Рисунок 3.18 (а)). Видно, что в образцах сформирована поперечная магнитная анизотропия с полем анизотропии около 7 Э (при  $H_c$  не выше 1 Э).

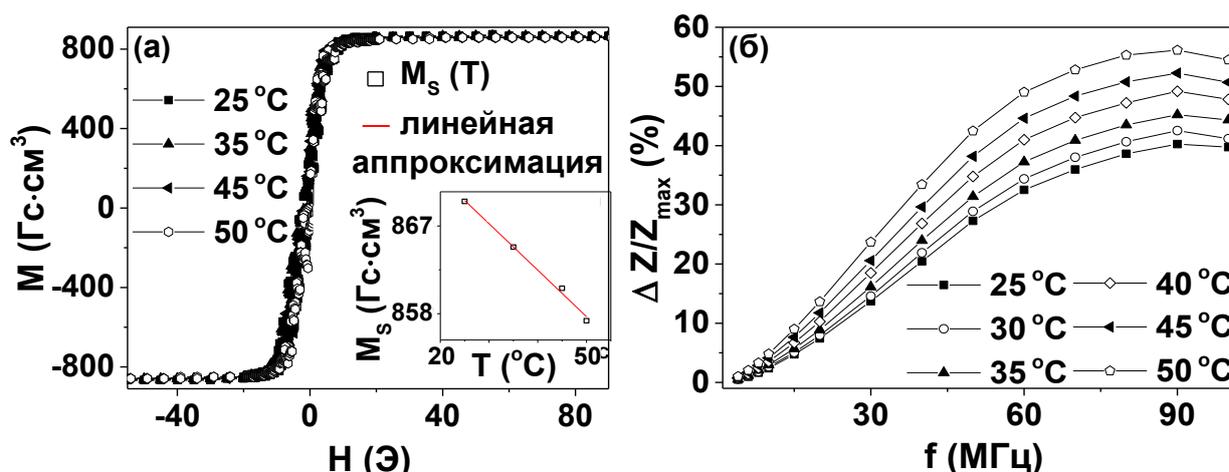


Рисунок 3.18 – Петли магнитного гистерезиса (СКВИД-магнитометрия) для структуры R1 при различных температурах, на вставке температурная зависимость магнитного момента в поле насыщения (а). Частотная зависимость максимального ГМИ отношения импеданса при разных температурах для структуры R1 (б).

Частотная зависимость максимума магнитоимпедансного отношения для полного импеданса имела типичную для симметричной структуры R1 форму [119]

с плато в интервале частот от 60 до 100 МГц (Рисунок 3.18 (б)). Несмотря на то, что форма частотной зависимости  $\Delta Z/Z_{max}(f)$  менялась незначительно, для каждой фиксированной частоты увеличение температуры приводило к заметному возрастанию величины  $\Delta Z/Z_{max}$  [130]. Данный результат был достаточно неожиданным в свете очень незначительного уменьшения магнитного момента образца в поле насыщения (вставка Рисунка 3.18 (а)) и сохранения практически неизменной формы петли гистерезиса при увеличении температуры в рассматриваемом интервале температур.

Проанализируем полевые зависимости МИ отношения полного импеданса  $\Delta Z/Z$  и его действительной части с максимальными значениями на частоте 80 МГц (Рисунок 3.19 (а)). Наибольший температурный отклик наблюдался в полях, близких к полю анизотропии, а при дальнейшем увеличении поля это различие быстро снижалось. В первую очередь следует проанализировать вклад магнитной проницаемости в температурную зависимость  $\Delta Z/Z$  и  $\Delta R/R$ . Однако, ранее представленный анализ  $M(H)$  при изменении температуры на существование температурной зависимости не указывает.

На частоте 80 МГц максимальное МИ отношение полного импеданса  $\Delta Z/Z_{max}$  при увеличении температуры на 25°C увеличивалось на 18 %, а МИ отношение  $\Delta R/R_{max}$  на 19 %. Хотя последнее отличие и незначительно, оно позволяет проиллюстрировать концепцию отдельного детектирования: в некоторых случаях использование действительной части импеданса для измерения малых магнитных полей может быть более оправдано, чем использование схемы детектирования на основе измерения полного импеданса.

Рассчитанная чувствительность МИ отношения для полного импеданса на всех исследуемых частотах не превышала 10 %/Э при комнатной температуре (25°C) и 20 %/Э при температуре 50 °C, наибольшее увеличение чувствительности наблюдалось в частотном диапазоне от 60 до 80 МГц. Зависимость чувствительности МИ отношения для действительной части полного импеданса от частоты монотонно убывала и наибольшее различие наблюдалось для частоты

10 МГц. Повышение температуры приводило к увеличению чувствительности, так  $S(\Delta R/R)$  при температуре 50°C составляла 46 %/Э на частоте 10 МГц.

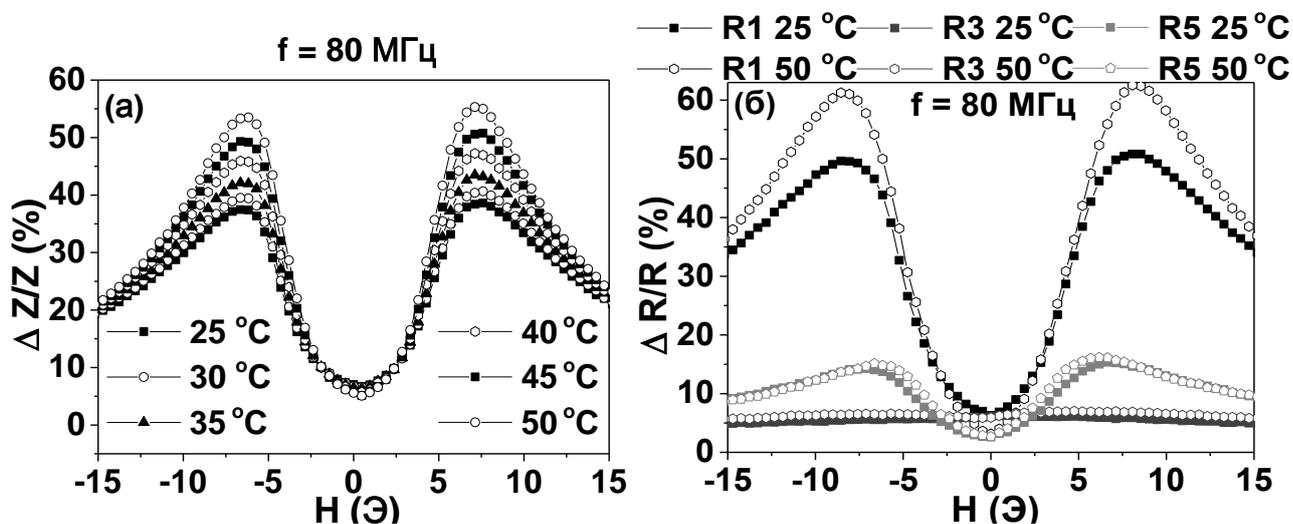


Рисунок 3.19 – Полевая зависимость ГМИ отношения полного импеданса при разных температурах на частоте 80 МГц для структуры R1 (а). Полевая зависимость ГМИ отношения действительной части импеданса при температурах 25 и 50°C для структур R1, R3 и R5 на частоте 80 МГц (б).

При сравнении температурной зависимости МИ отношения полного импеданса и его действительной части структур с различными типами геометрии на стеклянных подложках – R1, R3 и R5, установлено, что преимуществом обладала структура R1. Образцы несимметричных структур показывали значительно меньшую величину самого эффекта и его чувствительности по отношению к внешнему полю и к температуре ввиду меньшей величины скин-слоя в сравнении с толщиной магнитного слоя.

Для симметричной структуры на полимерной подложке R2 ГМИ отношение  $\Delta Z/Z$  с ростом температуры оставалось постоянным, в отличие от симметричной структуры на стекле R1 (Рисунок 3.20). Это могло быть связано с особенностями режима перераспределения внутренних напряжений при повышении температуры окружающей среды. В случае образца на твердой подложке рост температуры

может вести к снижению механических напряжений в структуре, тогда как в случае образца на гибкой подложке такое перераспределение нивелируется, в том числе, на границе подложка-пленочная структура и не влияло на магнитоимпедансные свойства. ГМИ отношение полного импеданса для асимметричных структур как на твердой, так и на гибкой подложке, напротив, мало зависело от температуры (Рисунок 3.20 (а)). Это доказывало, что особое внимание температурному режиму измерений стоит уделять при исследовании симметричных пленочных структур.

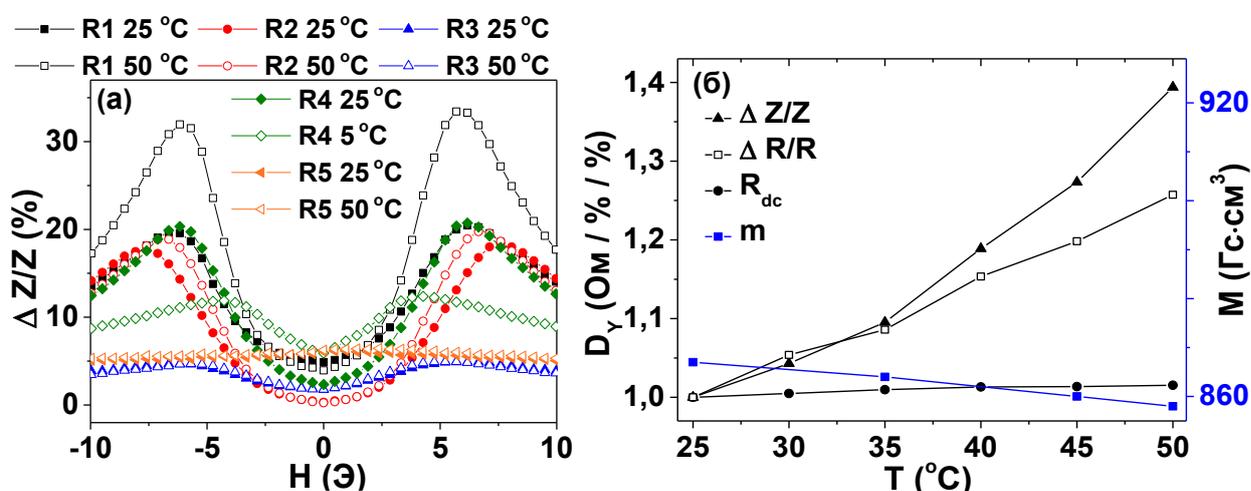


Рисунок 3.20 – Полевая зависимость ГМИ отношения полного импеданса при температурах 25 и 50°C для структур R1 – R5 на частоте 40 МГц (а). Температурная зависимость  $D_Y$ , где  $Y = R_{dc}$ ,  $\Delta Z/Z$ ,  $\Delta R/R$  и величины  $M$  – намагниченности насыщения при температурах 25, 35, 45 и 50 °C.  $\Delta Z/Z$  и  $\Delta R/R$  взяты в поле рабочей точки  $H = 5$  Э, при частоте 80 МГц (б).

Ранее мы рассмотрели возможность изменения намагниченности магнитного слоя с температурой и обнаружили, что данный фактор не может быть решающим в понимании температурной зависимости эффекта ГМИ. Измерение электросопротивления на постоянном токе было проведено для структур R1, R3 и R5. Для удобства обсуждения был введен следующий параметр:

$$D_Y = \frac{Y_{T=X^{\circ}\text{C}}}{Y_{T=25^{\circ}\text{C}}}, \quad (3.2)$$

который характеризует во сколько раз физическая величина  $Y$  при температуре  $X$  изменится по сравнению с той же величиной при температуре  $25^{\circ}\text{C}$  (Рисунок 3.20 (б)). Для всех структур  $D_{Rdc}$  оставалась порядка единицы в рамках погрешности измерений, так как удельное сопротивление с ростом температуры отжига должно возрастать.  $\Delta Z/Z$  возросло на 10 % для структуры R5, на 15 % для структуры R3 и на 40 % для структуры R1, что пропорционально увеличению толщины магнитных слоев над проводящим слоем меди.

Таким образом температурная зависимость ГМИ и его компонент не связаны с температурной зависимостью электросопротивления на постоянном токе в рассматриваемом интервале температур. При построении комплексного описания данного явления, по-видимому, следует учесть более сложные факторы. Например, наличие немагнитных прослоек может приводить к некоторому обратимому выравниванию внутренних напряжений в многослойной структуре при повышении температуры и опосредованному влиянию на динамическую магнитную проницаемость магнитных слоев структуры.

### ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 3

В данной главе исследованы структурные и магнитные свойства многослойных пленочных элементов на основе пермаллоя при осаждении на жесткие и гибкие основы с различной толщиной и количеством магнитных слоев многослойной структуры, включая как конфигурации с одинаковым, так и с различным количеством магнитных слоев.

1. Установлена зависимость ГМИ отношения от толщины  $A$  и количества магнитных слоев  $n$  и  $m$  в структурах типа  $[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_n/\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(A)/\text{Cu}(3)]_m/\text{FeNi}(A)$ . Максимальный магнитоимпедансный эффект около 210 % наблюдался для структуры с  $A = 100$  нм,  $n = m = 4$ , благодаря оптимальному подбору характеристик каждого магнитного слоя и немагнитных прослоек.

2. Для структур с  $n = 10$  ( $A = 50$  нм) с прослойками меди и для структур с  $n = 5$  ( $A = 100$  нм) с прослойками титана при уменьшении количества слоев  $m$  над проводящим слоем меди от значения  $A$  до нуля магнитоимпедансное отношение монотонно убывало. Однако в некоторых режимах (при определенных значениях внешнего магнитного поля и частоты возбуждающего тока) структура с количеством слоев  $m = n - 1$  показывает столь же высокую чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю, что и симметричные структуры с  $m = n$  ввиду формирования структуры с меньшим количеством дефектов и дисперсией осей локальной анизотропии.

3. Исследованы особенности ферромагнитного резонанса для многослойных ГМИ элементов как на подложках из стекла, так и на подложках из циклоолефинового сополимера. Изменение величины резонансного поля и ширины линии пика поглощения с толщиной пленки объяснялось наличием дисперсии осей локальной анизотропии.

4. Установлено, что уменьшение содержания железа приводит к уменьшению магнитоимпедансного отношения полного импеданса  $\Delta Z/Z$ , однако даже для структуры на основе сплава  $\text{Fe}_{11}\text{Ni}_{89}$  чувствительность  $\Delta Z/Z$  составила 2 %/Э, т.е.

вполне соответствовала техническим характеристикам для детекторов слабых магнитных полей.

5. Исследована температурная зависимость магнитоимпедансного отношения многослойных элементов на основе пермаллоя в интервале температур 25°C – 50°C. Зависимость чувствительности МИ отношения для действительной части полного импеданса от частоты монотонно убывала и наибольшее различие наблюдалось для частоты 10 МГц. Повышение температуры приводило к увеличению чувствительности, так  $S(\Delta R/R)$  при температуре 50°C составляла 46 %/Э на частоте 10 МГц.

Оригинальные результаты данной главы диссертации были опубликованы в работах [1-9] из списка публикаций и [1-2] из списка других публикаций в рецензируемых изданиях автора диссертационной работы.

## **ГЛАВА 4. ПЛЕНОЧНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ НА ОСНОВЕ Fe И FeNi С УГЛЕРОДНЫМ ПОКРЫТИЕМ**

### **4.1 Основные структурные и магнитные характеристики, кинетика процесса низкотемпературной конденсации углерода на тонких пленках железа и пермаллоя**

Экспериментальное исследование процесса формирования дефектного графеноподобного покрытия представлено в данном разделе для тонких пленок чистого железа и пермаллоя. Обсуждаются особенности структурных и магнитных свойств впервые полученных пленочных образцов после длительного времени выдержки в метилбензоле (более полугода), и для полученной позднее серии образцов с разным временем выдержки в метилбензоле, на которых исследовалась кинетика формирования покрытия. Следует подчеркнуть, что до настоящей работы возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода была показана только для наночастиц железа и никеля.

Пленки железа толщиной 300 нм осаждались из чистой (99,99%) Fe-мишени на стеклянные подложки с помощью высокочастотного распыления. Их помещали в метилбензол сразу после осаждения и выдерживали для модификации поверхности в метилбензоле 6, 39, 66 и 112 дней. Далее для них будут приняты обозначения 7d, 19d, 66d и 112d, соответственно (Рисунок 3.20). Несколько пленок железа, полученных таким образом, но оставленных на воздухе при нормальных условиях для визуального наблюдения. Внешний вид таких образцов существенно изменился: после пребывания в атмосфере кислорода в течение недели они стали прозрачными и имели пониженную проводимость, из чего можно было заключить, что образцы окислились, в них повысилось содержание кислорода [131-132].

Во-первых, было замечено, что углеродные слои на поверхности пленки железа формировались довольно быстро – их присутствие было достоверно обнаружено с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) уже после недельной модификации поверхности в метилбензоле. В то же

время это был явно поверхностный эффект, поскольку предварительная идентификация начальных кристаллографических фаз, оцененных с использованием рентгенофазового анализа, не показывала наличия дополнительных фаз. Спектры РСА соответствовали кубической ОЦК решетке (база данных 00-037-0474), фиксированное положение ( $44,674^\circ 2\theta$ ) для пика первого отражения (110) во всех образцах использовалось для расчета среднего параметра элементарной ячейки, который составил  $2,866 \text{ \AA}$  (Рисунок 4.1).

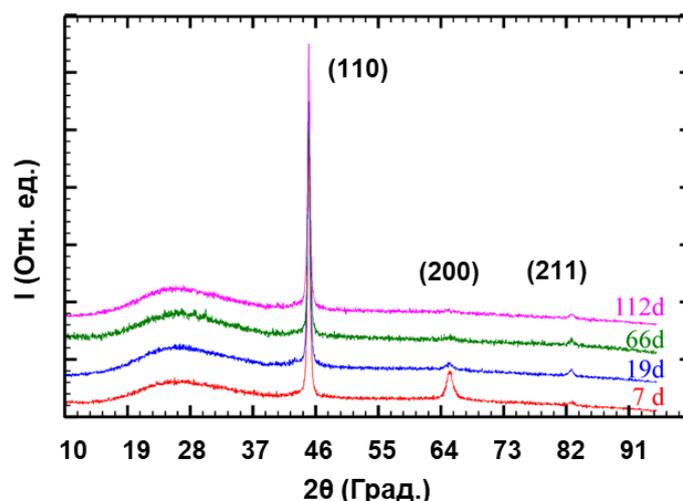


Рисунок 4.1 – Рентгенограмма для пленок железа после модификации поверхности в метилбензоле при комнатной температуре в течение 7, 39, 66 и 112 дней, что соответствует спектрам на графике, обозначенным 7d, 39d, 66d и 112d, соответственно.

Размер кристаллитов определяли по ширине главного РСА пика с использованием формулы Шеррера:

$$\beta_{hkl} = K \cdot \lambda / L_{hkl} \cdot \cos \theta, \quad (4.1)$$

где  $\beta_{hkl}$  – полуширина пика на полувысоте (инструментальное уширение  $\beta_{Inst} = 0,1^\circ$ ),  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения (медная трубка),  $L_{hkl}$  – размер кристаллита, а  $\theta$  – угол дифракции. Коэффициент фактора формы ( $K$ ) принимался равным 0,9. Для того чтобы получить точное положение и параметр полуширины

(110) рефлекса была использована опция отбора пика при помощи программы WinPLOTTR без применения структурной модели. Полученные РСА спектры позволили оценить изменения интенсивности (200) рефлекса с увеличением времени проведения модификации поверхности в метилбензоле. Для изучения этого эффекта проводился анализ текстуры с использованием программы и методики воссоздания структуры образцов при помощи метода полюсных фигур в программном обеспечении Multex 3 (Рисунок 4.2).

Для трактовки полученных полюсных фигур нами была создана модель интенсивности полученных ориентаций. Для этой цели были использованы две компоненты: для образца 7d содержание углерода 3,39 объемных %, параметры  $b = 7,9^\circ$ ,  $h = (5,7^\circ, 180,7^\circ)$ ,  $f = (1,2^\circ, 69,7^\circ)$ ; для образца 19d содержание углерода 19,34 объемных %, параметры  $b = 10,9^\circ$ ,  $h = (103,3^\circ, 39,8^\circ)$   $f = (0,3^\circ, 72,4^\circ)$ . На основе полюсных диаграмм был определен процент одинаково упорядоченных кристаллов в образце. Для пленки железа, которая была выдержана в метилбензоле в течение 7 дней, было определено существование преимущественной ориентации (текстуры), кристаллиты этой ориентации составляли 23% от объема образца.

После выдержки в течение 19 дней (для образца 19d) не наблюдалось выделенного сигнала, присутствие которого говорило бы о текстурованности образца, то есть эта поликристаллическая пленка была изотропна. Выдержка в метилбензоле позволяла уменьшить степень текстурованности тонкой пленки железа, причем здесь следует иметь в виду именно кристаллографическую структуру.

Наглядно процесс низкотемпературной конденсации углерода и появления дефектного графеноподобного покрытия на поверхности плёночных структур иллюстрируется представленными ниже изображениями с растрового электронного (Рисунок 4.3) и атомно-силового микроскопов. Отметим, что в случае наночастиц наличие покрытия было подтверждено прямыми

наблюдениями методом просвечивающей электронной микроскопии авторами работы [70].

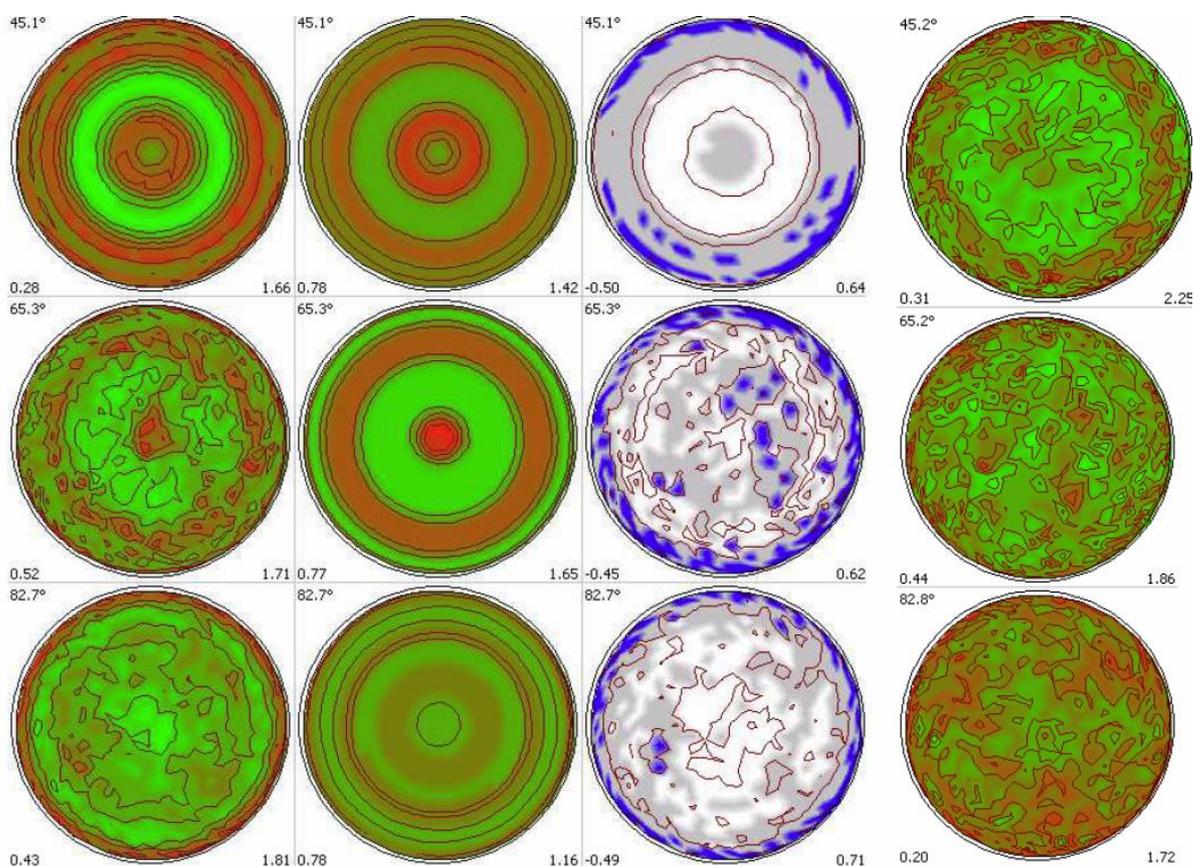


Рисунок 4.2 – Полюсные фигуры для образца чистого железа после модификации в течение 7 дней: первый столбец соответствует экспериментальным данным, второй – моделирование наблюдаемого распределения ориентации, а третий показывает различия между экспериментальными данными и моделированием. В последнем столбце представлены результаты (разница между экспериментальными данными и моделированием) для образца после 19-дневной модификации в метилбензоле.

Внешний вид поверхности пленок железа до и после модификации в метилбензоле почти не менялся. Немодифицированная поверхность Fe являлась однородной по контрасту и, в соответствии с анализом EDX, содержала только железо и незначительное количество кислорода (вследствие некоторого

окисления поверхности). Увеличение времени обработки поверхности в метилбензоле приводило к увеличению концентрации углерода до 7 массовых % в некоторых областях в случае обработки в течение 1 года. На Рисунке 4.3 показаны некоторые изображения РЭМ исследований, подтверждающие присутствие углеродного покрытия на поверхности Fe при высоком разрешении в случае малого (7 дней) и повышенного (112 дней) поверхностного содержания углерода. При рассмотрении особенностей поверхности невооруженным глазом они казались бездефектными и абсолютно зеркальными, на Рисунке 4.3 хорошо видны особенности поверхности, связанные с ростом отдельных кристаллитов. Отметим, что модификация поверхности в метилбензоле на эти структурные особенности заметного влияния не имеет.

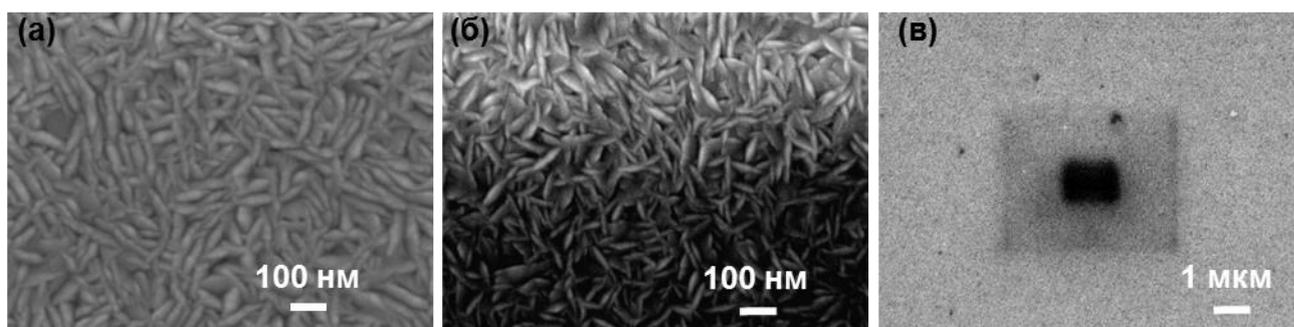


Рисунок 4.3 – Изображение с растрового электронного микроскопа поверхности тонких пленок железа после модификации в течение 7 дней (а) и 112 дней при обычном (б) и более низком разрешении (в).

На представленных изображениях также отсутствуют специфические крупные дефекты, которые можно было бы связать с зонами особого накопления углерода, т.е. речь идет о формировании именно дополнительного слоя в виде покрытия. В начальном состоянии (даже после сканирования электронным пучком) контраст является однородным по всей области наблюдения. При высоком содержании углерода в результате сканирования электронным пучком и разрушения графеноподобного покрытия интенсивность зоны более темного

контраста постепенно увеличивается от верхней к нижней области фотографии, ввиду того что углерод разрушенного покрытия интенсивно перераспределяется после прохождения по поверхности электронного пучка. Перераспределение углерода при получении изображения с помощью электронного микроскопа – характерный эффект, который наблюдался для всех структур, которые прошли модификацию в метилбензоле. Изображение, представленное на Рисунке 4.3 (б), было получено первым. Далее на этом же самом образце было проведено два сканирования с меньшими увеличениями (Рисунок 4.3 (в)). Темные прямоугольники в центре этого изображения – это предыдущие сканирования, (поле зрения одного из них представлено на Рисунке 4.3 (б)).

На Рисунке 4.4 приведены результаты магнитных измерений, выполненных двумя различными методами (вибрационная магнитометрия и МОКЕ) пленок железа, прошедших модификацию поверхности в метилбензоле. Как и случае исследования [71], можно сделать вывод, что обработка поверхности в метилбензоле существенно не меняет магнитные свойства пленочных образцов, хотя приводит к небольшому увеличению коэрцитивной силы пленок железа, возможно, из-за изменения морфологии поверхности. Хотя общие особенности петель магнитного гистерезиса, установленные с помощью разных методик очень похожи, отдельно следует отметить небольшое количественное отличие для измерений  $H_c$  с помощью МОКЕ (отображаются свойства поверхностного слоя, толщиной около 20 нм) и вибрационного магнитометра (отображаются свойства всего объема магнитного образца). Отношение  $H_c/H_{c0}$  ( $H_{c0}$  – коэрцитивная сила после 6 дней модификации) было чуть ниже для измерений МОКЕ, т.е. изменениям в большей степени подвержены именно свойства поверхности.

Пленочные ГМИ-элементы на основе пермаллоя, материала с высокой начальной и максимальной магнитной проницаемостью, имеют как более высокий ГМИ эффект по сравнению с элементами на основе чистого железа, так и гораздо большую стабильность по отношению к атмосферному кислороду. Одной из задач данной работы было установить, может ли процесс низкотемпературной

конденсации углерода использоваться для получения покрытий в случае тонкопленочных ГМИ детекторов на основе пермаллоя, поэтому перейдем к результатам, полученным для этого материала.

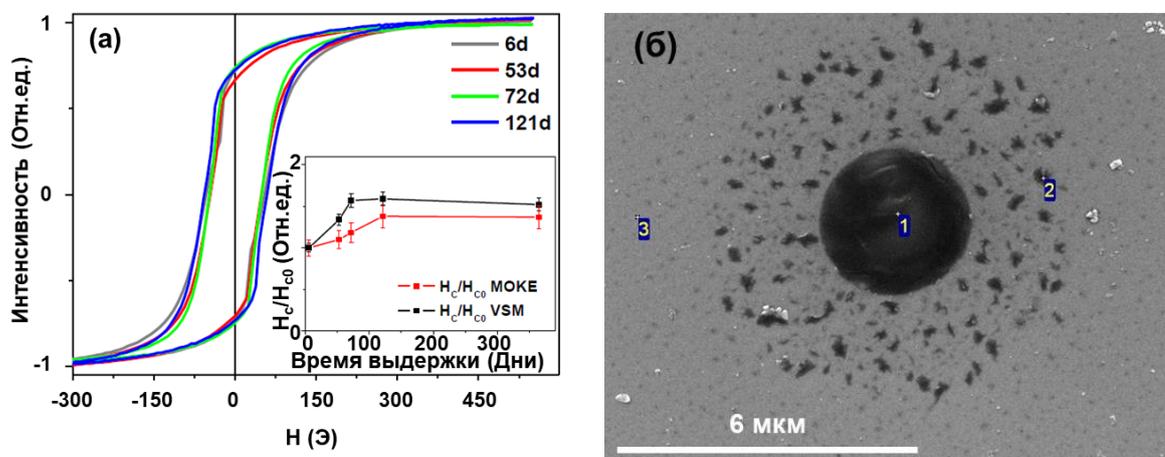


Рисунок 4.4 – Петли гистерезиса, полученные на установке на магнитооптическом Керр-эффекте для пленок железа толщиной 300 нм, после выдержки в метилбензоле в течение 6, 39,66 и 112 дней, что соответствует спектрам на графике, обозначенным 6d, 39d, 66d и 112d, соответственно (а). На вставке относительное изменение коэрцитивной силы от времени выдержки, где  $H_{c0}$  – коэрцитивная сила после 6 дней в метилбензоле,  $H_c$  – коэрцитивная сила в каждый из исследуемых временных промежутков. Поверхность пленки железа толщиной 300 нм, после выдержки в метилбензоле в течение 6 месяцев (б).

Рассмотрим результаты исследований кинетики осаждения дефектного графеноподобного покрытия на поверхности тонких пленок пермаллоя. Данная серия была получена с использованием сплавной мишени состава  $Fe_{20}Ni_{80}$ , осаждение проводилось на кремниевые подложки. Пленки напылялись во внешнем магнитном поле 100 Э, приложенном перпендикулярно длинной стороне пленки для формирования одноосной магнитной анизотропии. Размеры получаемых пленочных образцов по пространственным измерениям составляли 10 мм × 18 мм × 170 нм. Предварительный вакуум составлял  $3,0 \times 10^{-7}$  мбар, а

рабочее давление аргона –  $3,8 \times 10^{-3}$  мбар. Количество недель, которое образцы находились в метилбензоле, варьировалось от 2 до 11.

Сразу обращают на себя внимание особые образования на поверхности пленки пермаллоя. Для всех образцов, подвергшихся модификации поверхности в метилбензоле, наблюдались характерные поверхностные образования в форме полусфер различных диаметров с максимальным диаметром 1,5 мкм (Рисунок 4.5 (б)), распределенные по поверхности эквидистантно. Элементный анализ на РЭМ позволил установить, что эти дефекты (на Рисунке 4.5 (а), полученном на АСМ, окрашены в более светлые тона) характеризуются повышенным содержанием углерода, но распределение углерода внутри сферы не является однородным, что указывает на сложный механизм перераспределения его в данном образовании. При более детальном рассмотрении удалось установить, что в самом центре образования содержание углерода может быть даже несколько понижено по сравнению общим содержанием в дефектной зоне.

В связи с данным наблюдением возникает ряд вопросов. Например, почему в некоторых случаях идет не только осаждение достаточно однородного углеродного покрытия на поверхности пленок, но и образование дефектов в виде полусфер (их диаметр составляет примерно 1 мкм), что является первичными центрами концентрации углерода на поверхности. В качестве рабочей гипотезы было сделано предположение о том, что центрами, в которых начинают формироваться образования в виде полусфер, могут являться собственные поверхностные дефекты.

По результатам элементного анализа образцов было установлено, что концентрация углерода, существенно превышающая концентрацию амбиентального углерода, наблюдалась на всей поверхности тонкой пленки, не только в особо насыщенных «светлых» (на АСМ изображении) областях, но и в «темных» областях. На Рисунке 4.5 (в) представлена зависимость максимальной концентрации углерода на поверхности от пребывания в метилбензоле на протяжении 2, 4, 8, 9 и 11 недель (0 – образец, находившийся на воздухе).

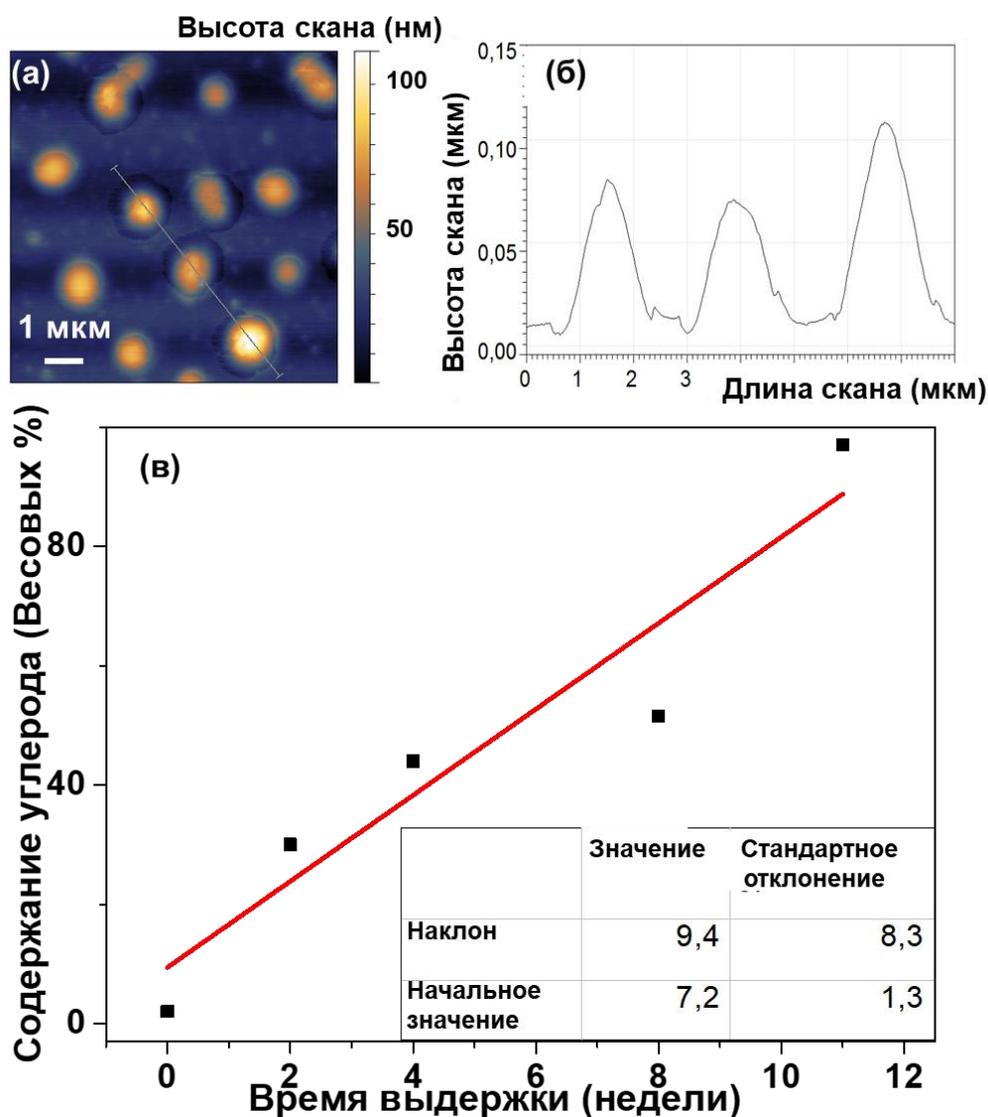


Рисунок 4.5 – Морфология поверхности (а) и особенности шероховатости поверхности (профиль по высоте) (б) для пленки пермаллоя после модификации в метилбензоле на протяжении 11 недель при нормальных условиях. Концентрационная зависимость количества углерода на поверхности для пленок пермаллоя, прошедших модификацию поверхности в метилбензоле сразу после напыления (без экспозиции на воздухе) (в).

На рисунке также приведена линейная аппроксимация результатов и её параметры. Углерод становился преобладающим элементом на поверхности образцов менее, чем через 3 месяца модификации в метилбензоле при комнатной температуре. Уже после 2 недель модификации в метилбензоле содержание

углерода на поверхности превышало 30 %. Следовательно, низкотемпературная конденсация углерода как способ модификации поверхности могла бы стать частью протокола функционализации магниторезистивного или магнитоимпедансного сенсорного пленочного элемента на основе пермаллоя. При этом формирование образований в виде полусфер на поверхности модифицированных образцов следует отнести к недостаткам тех режимов, которые были исследованы. С точки зрения приложений следует отработать режимы создания однородного углеродного покрытия на поверхности пленок с возможно меньшим количеством углеродных макроструктур.

#### **4.2 Роль кислорода в процессе формирования углеродного покрытия при модификации поверхности в метилбензоле**

В данном разделе будет предложено к рассмотрению два типа экспериментов для установления роли кислорода в процессе низкотемпературной конденсации углерода. Объектом исследования выступают тонкие пленки железа и пермаллоя, полученные без контакта с атмосферным кислородом до помещения их в метилбензол, и пленки пермаллоя с разным временем выдержки на воздухе до помещения в метилбензол. Также приводится подробное описание процесса низкотемпературной конденсации углерода как окисления ароматических углеводородов по методу Шолла.

Согласно представленным выше результатам, был сделан вывод, что процесс низкотемпературной конденсации углерода идёт не только на поверхности наночастиц, но и на поверхности тонких пленок. Следующим встал вопрос о роли кислорода в процессе протекания этой реакции. Для выяснения данного аспекта был специально спланирован и поставлен следующий эксперимент. Устройство напылительной камеры позволило провести напыления по особому протоколу, описанному в разделе 2.2, который подразумевал отсутствие контакта с кислородом перед помещением плёночных структур в метилбензол. Отметим, что для пленки Fe толщиной 300 нм на кремниевой подложке, которая выступила в

качестве контрольного образца, при помощи малоуглового спектрометра Nanohanter было установлено, что содержание железа в ней составляет 99,81 масс. % при работе с молибденовой трубкой и 99,86 масс. % при работе с медной трубкой.

Рассмотрены результаты исследований структурных и магнитных свойств тонких пленок железа, которые помещались в метилбензол при минимальном контакте с воздухом через шлюз. Результаты для образца Fe толщиной 100 нм после выдержки в метилбензоле 6 месяцев, полученные с помощью РЭМ и методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, представлены на Рисунке 4.6 (а) и в Таблице 4.1, соответственно.

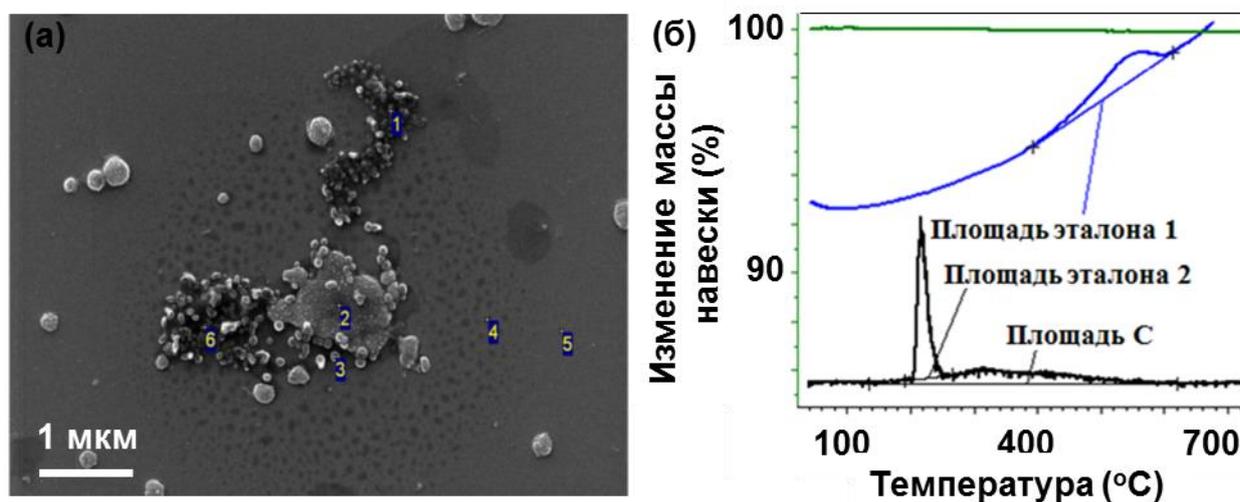


Рисунок 4.6 – РЭМ-изображение поверхности пленки Fe толщиной 100 нм после выдержки в метилбензоле (а). Результаты термогравиметрического анализа пленки Fe толщиной 300 нм позволяющие оценить содержание углерода (б).

Неоднородность распределения углерода по поверхности пленки железа наблюдалось при сканировании поверхности в электронном микроскопе. В области 2, которая представляла собой загрязнение на поверхности пленки, содержание углерода ниже 1 масс. %, тогда как в области 4, которая соответствует не загрязнённой поверхности пленки, содержание углерода близко

к 5 масс. %. Следует подчеркнуть, что содержание амбиентального углерода может достигать 5 масс. %, однако, в области 1 наблюдалось повышенное содержание углерода даже относительно этой высокой оценки.

Точность количественной оценки данным методом недостаточно высока, ввиду того что приставка энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии имела высокую проникающую способность, и на результатах анализа отражался как сигнал от самой пленки железа толщиной 300 нм, так и от стекла толщиной 1 мкм. В частности, присутствие калия в спектре делает точность определения углерода более низкой, так как линии этих элементов частично перекрывались.

Таблица 4.1 – Содержание элементов в пленке Fe толщиной 100 нм после выдержки в метилбензоле, определенное методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, результаты представлены в массовых процентах

Спектр	Fe	C	O	Si	K	Zn	Na	Ti	Al
Область 1	0,76	7,73	53,24	24,20	3,83	4,63	3,16	1,46	0,98
Область 2	0,60	0,96	46,78	33,02	5,21	5,96	4,34	1,78	1,34
Область 3	0,87	5,48	51,19	27,25	4,16	5,14	3,23	1,45	1,23
Область 4	1,28	4,56	50,29	28,32	4,50	4,49	3,65	1,61	1,31
Область 5	1,51	3,17	48,91	30,12	5,02	4,61	3,67	1,69	1,30
Область 6	0,74	3,17	49,19	30,51	4,77	4,70	4,03	1,45	1,44

Прямые данные о присутствии углерода в пленке были получены и с помощью ещё одного метода, а именно метода термического анализа (на приборе NETZSCH). Результаты представлены на Рисунке 4.6 (б). Изменение массы с температурой позволяли по площади под графиком термогравиметрической кривой определить массу исследуемого вещества (углерода) по следующей формуле:

$$m (\times 10^{-3}, \text{мг}) = S_{\text{ника}}(A \times c) \times K_{\text{прибора}}(\text{мг}/(A \times c \times 10^{-8})), \quad (4.2)$$

где  $K_{прибора} = 2,4 \times 10^{-3} \text{мг}/(\text{А} \times \text{с} \times 10^{-8})$ . В результате, с учетом массы образца, были получены абсолютные значения массы углерода  $m_1 (\text{Fe}, t=300\text{нм}) = 9,6 \times 10^{-3} \text{мг}$ ,  $m_2 (\text{Fe}, t=100\text{нм}) = 23,28 \times 10^{-3} \text{мг}$ . Существенного изменения шероховатости поверхности и магнитных свойств, таких как форма петли гистерезиса и величина коэрцитивной силы, для данных образцов не наблюдалось.

Вернемся к описанию процесса низкотемпературной конденсации углерода. Как было замечено выше, особенности возникающего поверхностного углеродного покрытия в случае пермаллоя несколько отличается от наблюдаемого на поверхности железа. Тем не менее, как и в случае с плёнками железа, отсутствие контакта с кислородом перед помещением в метилбензол не повлияло на процесс низкотемпературной конденсации углерода. Рассмотрим подробнее результаты экспериментов, которые были проведены на пленках пермаллоя  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ . По данным растровой электронной микроскопии были получены изображения, углеродное покрытие на которых выглядит крайне неоднородно (Рисунок 4.7 (б)).

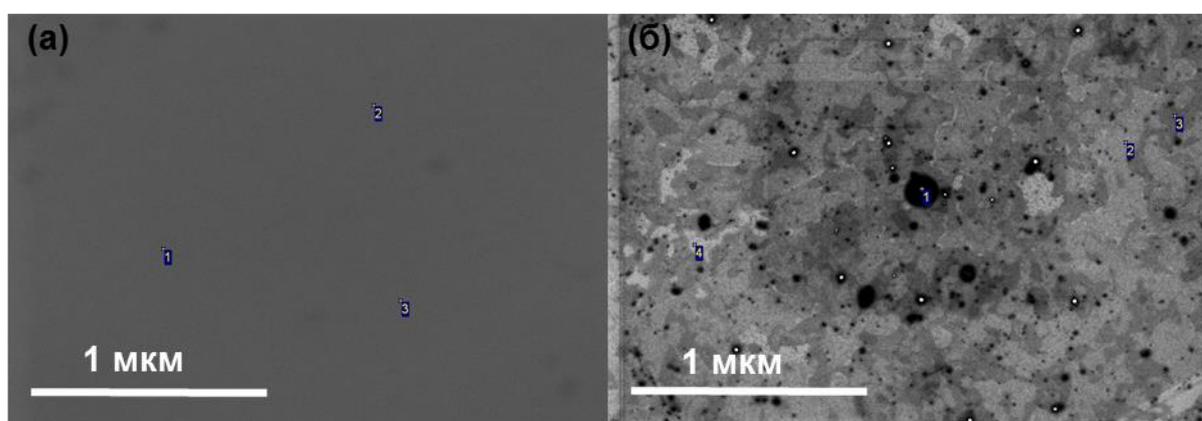


Рисунок 4.7 – Изображение с растрового электронного микроскопа поверхности пленки пермаллоя толщиной 100 нм до (а) и после (б) 6-месячной модификации поверхности в метилбензоле при комнатной температуре.

Несмотря на области с высоким контрастом, содержание углерода во всех исследованных точках было примерно одинаково и на 20 масс. % выше, чем в

случае пленок железа (Таблица 4.2). По данным термогравиметрического анализа для пленки пермаллоя толщиной 300 нм масса углерода составила  $3,4 \times 10^{-3}$  мг.

Таблица 4.2 – EDX-анализ пленки пермаллоя (процентное содержание) до и после модификации в метилбензоле. Точки исследования отмечены на Рисунке 4.7

Элемент	Пленка FeNi до модификации			Пленка FeNi после модификации		
	Точка 1	Точка 2	Точка 3	Точка 1	Точка 2	Точка 3
C	-	-	-	45,5	47,0	46,5
Fe	8,7	8,5	8,4	3,7	3,6	3,8
Ni	48,6	48,6	48,1	18,8	17,9	18,3
O	42,7	42,9	43,5	32,0	31,5	31,6

С помощью рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФС) были исследованы особенности изменения содержания углерода на поверхности пленки пермаллоя (Таблица 4.3) после 6-месячной выдержки в метилбензоле при комнатной температуре. Установлено, что содержание углерода, который в модифицированном состоянии (в случае образца после выдержки в метилбензоле) является основным элементом на поверхности, постепенно уменьшается с увеличением длительности травления поверхности, т.е. последовательного удаления верхнего слоя образца. Если в начале эксперимента содержание углерода составляло 39,6 %, то через 54 минуты оно снижалось до 4,6 %. Напротив, содержание Fe и Ni возрастало в ходе процесса травления. В составе мишени FeNi, которая использовалась для распыления, углерода не содержалось. Сам факт некоторого присутствия углерода в составе пленки после 54 минут травления может быть связан как с присутствием амбиентального углерода, так и с небольшим перемешиванием элементов в ходе процесса ионного травления.

Петли гистерезиса, полученные на установке по измерению локального магнитооптического Керр-эффекта, не имели существенных различий для пленок до модификации в метилбензоле и после модификации. Можно отметить незначительное увеличение коэрцитивной силы как для образцов в не «закритическом» состоянии, пленок FeNi толщиной 100 нм, так и для образцов в «закритическом» состоянии, толщиной 300 нм.

Таблица 4.3 – РФС-анализ пленки пермаллоя после 6-месячной модификации поверхности в метилбензоле при комнатной температуре (%)

Элемент	0 мин.	1 мин.	3 мин.	6 мин.	9 мин.	39 мин.	54 мин.
C	39,609	28,094	10,954	6,183	4,762	3,436	4,641
O	39,193	23,528	13,061	11,752	8,062	8,345	8,906
Ni	16,063	35,582	55,882	60,869	65,851	66,687	66,567
Fe	4,072	12,312	20,103	21,196	21,326	21,532	19,886

При сопоставлении полученных результатов для пленок Fe и FeNi можно было отметить одну закономерность. В пленках железа по сравнению с пленками пермаллоя при большей общей массе углерода наблюдалось меньшее содержание его на поверхности. Это могло быть связано с тем, что в случае пленок Fe закрепление остовов бензольных молекул происходило по всей поверхности к окисленным атомам Fe и, возможно, имело тенденцию проникать в более глубокие атомные слои через микротрещины или другие дефекты поверхности. В случае пермаллоя проникающая способность была ограничена топологией поверхности и цепочки формировались исключительно вдоль поверхности тонкой пленки, закрепление происходило только на атомах Fe.

Отсутствие выдержки на воздухе перед помещением в метилбензол не повлияло на формирование покрытия, и, кроме того, для рассмотренных выше контрольных образцов это время было невелико. Для определения влияния времени экспозиции на воздухе была создана серия пленок пермаллоя толщиной

170 нм на установке ионного-плазменного распыления. Варьируемым параметром было время нахождения образцов на воздухе после напыления – образцы помещались в метилбензол либо сразу после напыления, либо спустя 14 дней, либо спустя 28 дней. Для всех образцов были последовательно проведены исследования морфологии поверхности на АСМ (Рисунок 4.8) и магнитные измерения с помощью вибрационного магнитометра. Установлено, что ни среднеквадратичная шероховатость, ни такие магнитостатические параметры, как намагниченность насыщения и коэрцитивная сила, не изменились в результате варьирования времени пребывания тонких пленок пермаллоя на воздухе.

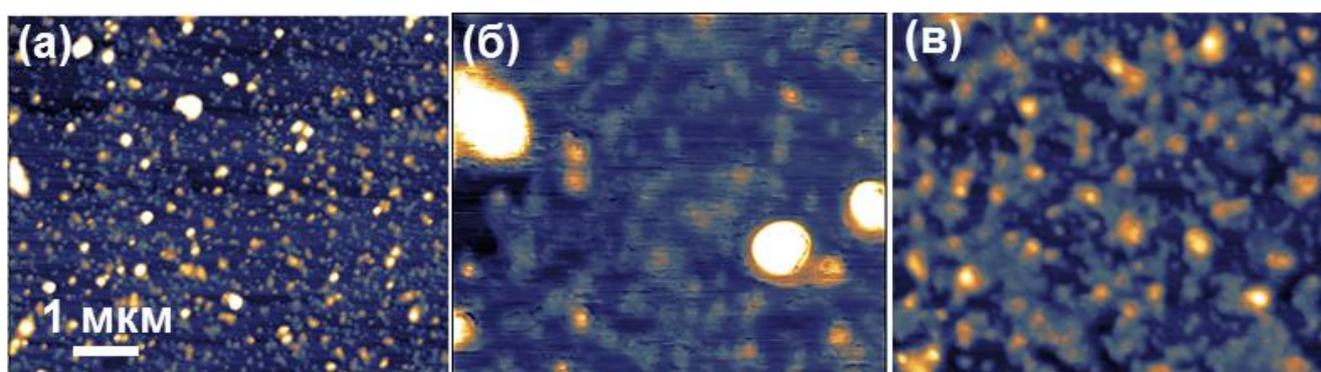


Рисунок 4.8 – Изображение с атомно-силового микроскопа трех образцов с разным временем экспозиции на воздухе: помещен в метилбензол сразу после напыления, выдержка 4 недели (а); был помещен в метилбензол после 14 дней на воздухе, выдержка 6 недель (б); был помещен в метилбензол после 28 дней на воздухе, выдержка 5 недель (в).

Литературные данные, которые были представлены в работах [70, 133] показали возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода и формирования графеноподобного углеродного покрытия на поверхности наночастиц железа и никеля. Проф. А. П. Сафроновым был предложен следующий механизм: на поверхности МНЧ осаждается дефектное графено-подобное углеродное покрытие, представляющее собой связанную совокупность бензольных колец, при этом, 3d металлы играют роль

катализаторов, который был уточнен в совместной с автором данной диссертации работе [71].

Краткое описание этого механизма таково. Наиболее вероятно, что осаждение покрытия происходит ступенчатым образом из-за конденсации отдельных молекул метилбензола. Подходящая химическая реакция, которая может обеспечить прямую конденсацию молекул метилбензола, известна в органической химии как окисление по методу Шолла. Эта реакция известна как реакция, при которой происходит связывание больших последовательностей арильных фрагментов за один этап. Она обеспечивает новую С-С связь между двумя нефункционализированными арильными кольцами в присутствии кислоты Льюиса и окислителя, которые часто можно комбинировать в одном реагенте. Реакцию окисления Шолла можно в общем описать как оксидное отщепление двух атомов водорода от молекул арильных реагентов, что в результате дает воду и связанные бензольные кольца (Рисунок 4.9).

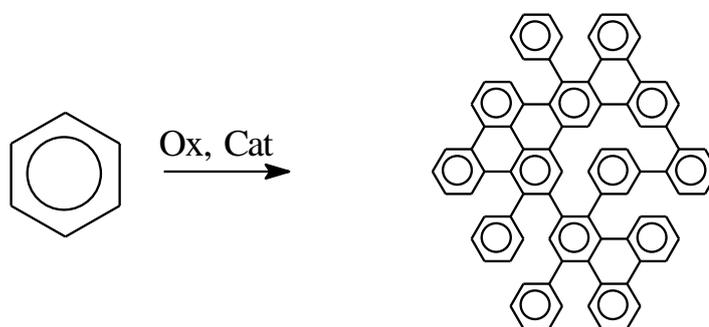


Рисунок 4.9 – Схематичное изображение протекающей реакции окисления по методу Шолла, как способа формирования дефектной сети из ароматических бензольных колец, которая в свою очередь химически связана с поверхностью через кристаллические фрагменты оксидов 3d-металлов, как механизм низкотемпературной конденсации углерода.

Однако реальный механизм реакции более сложный. На первом этапе происходит возбуждение бензольной системы  $\pi$ -электронов кислотой Льюиса как

акцептора электронов, что формирует катионный промежуточный продукт с положительно заряженным бензольным кольцом. Возбужденная молекула бензола, в свою очередь, действует как кислота Льюиса и взаимодействует с  $\pi$ -электронами второго арильного кольца. Таким образом, процесс будет продолжаться как реакция катионной полимеризации, обеспечивающая множественную конденсацию арильных молекул. В результате могут появиться гигантские полициклические молекулы, состоящие из нескольких С-С связанных бензольных колец. По структуре покрытие состоит из тех же бензольных фрагментов, что и графен/графит. Однако, бензольные кольца в этой структуре разделены насыщенными С-С связями, что препятствует делокализации  $\pi$ -электронов и не приводит к образованию зонной электронной структуры, типичной для графена/графита.

Условия осаждения углерода на немодифицированную поверхность железа или никеля благоприятны для окисления ароматических углеводородов по методу Шолла. Во-первых, ароматические жидкие углеводороды содержат растворенный молекулярный кислород из-за образования комплексов переноса заряда между  $\pi$ -электронной системой арильных и электронных пар кислорода. Во-вторых, поверхность 3d-металлов содержит ионы с вакантными d-орбиталями, которые могут принимать электроны как кислоты Льюиса.

В настоящей диссертации возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода и формирования графеноподобного углеродного покрытия впервые была показана в случае геометрии тонких пленок. Суммируем результаты настоящей работы, относящиеся только к случаю тонких пленок:

- 1) На поверхности пленок 3d металлов, полученных магнетронным распылением, как и на поверхности магнитных наночастиц железа или никеля, созданных методом электрического взрыва проволоки [134] при помещении в метилбензол при нормальных условиях, может протекать процесс низкотемпературной конденсации углерода и формирования дефектного графеноподобного

углеродного покрытия по механизму, предложенному профессором А. П. Сафроновым. Осажденный слой углерода в основном представляет собой дефектную сеть из ароматических бензольных колец, не объединенных в виде плотных кольцеобразных графен-графитовых слоев с сопряженной системой  $\pi$ -электронов;

2) Одновременно с осаждением углерода происходит частичное окисление поверхности металла. Осаждение ароматических колец углерода сопровождается химической связью с кристаллическими фрагментами оксидных и карбидных структур, расположенных на поверхности;

3) Осаждение углерода на тонкие пленки представляет собой многоуровневую самоорганизующуюся и сложную структуру, которая может формировать особые образования вблизи дефектов кристаллической структуры.

#### **4.3 ГМИ характеристики пленочных элементов после модификации их поверхности в метилбензоле**

После проведения исследования особенностей протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на тонких однослойных пленках железа и пермаллоя была поставлена задача установить, влияет ли данное покрытие или модификация приповерхностного слоя магнитных пленок в процессе образования данного покрытия на магнитодинамические свойства многослойных пленочных элементов. Эксперимент по модификации поверхности многослойных пленок пермаллоя проводился при сопоставлении двух типов структур, осажденных на стеклянные подложки. Первый тип – это пленочные структуры типа S1 [FeNi(50)/Cu(3)]<sub>9</sub>/FeNi(50)/Cu(500)/ [FeNi(50)/Cu(3)]<sub>9</sub>/FeNi(50), время модификации в метилбензоле составило 2 месяца, второй тип – это пленочные структуры типа [Cu(3)/FeNi(100)]<sub>5</sub>/Cu(500)/[FeNi(100)/Cu(3)]<sub>5</sub> (N2 из раздела 3.2 или R1 из раздела 3.5), времена модификации составили 14 дней и 52 дня. Данные структуры были напылены на установке ионно-плазменного распыления через металлические маски в форме прямоугольников 1 мм × 10 мм.

В первом случае последним (поверхностным) слоем являлся магнитный слой пермаллоя, а во втором случае последним (поверхностным) являлся слой меди.

Как можно видеть на полевой зависимости магнитоимпедансного отношения полного импеданса (Рисунок 4.10 (а)), выдержка в метилбензоле образца первого типа привела к уменьшению полевого интервала, в котором наблюдался магнитоимпедансный пик. В случае исследований в сверхвысокочастотном диапазоне, например, при трактовке спектров ферромагнитного резонанса, ширина линии может отражать степень неоднородности магнитных подсистем материала: при увеличении степени неоднородности ширина пика ФМР также увеличивается [29].

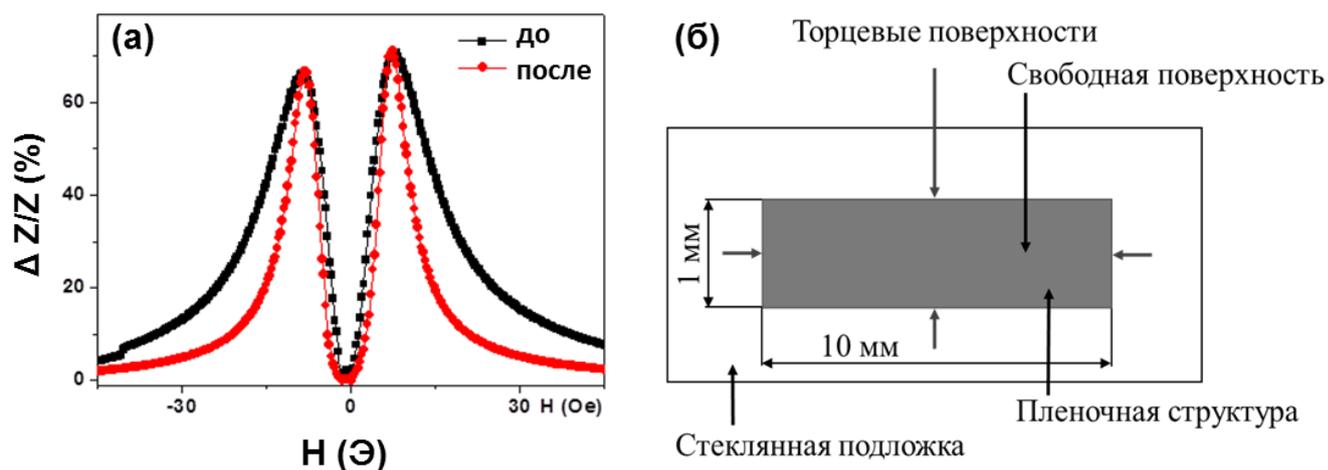


Рисунок 4.10 – Полевая зависимость магнитоимпедансного отношения полного импеданса для образца со структурой первого типа  $[\text{FeNi}(50)/\text{Cu}(3)]_9/\text{FeNi}(50)/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(50)/\text{Cu}(3)/\text{FeNi}(50)]_9$  (S1) без выдержки (черная кривая) и после выдержки в метилбензоле в течение 2 месяцев (красная кривая) на частоте 128 МГц (а). Схематичное изображение пленки на подложке (вид сверху) с введенными наименованиями поверхностей. Поверхности – двухмерные объекты, пленочная структура и стеклянная подложка – трехмерные объекты (б).

Качественно концепции, используемые при трактовке результатов ФМР, можно применить и к такой высокочастотной методике, как ГМИ спектроскопия.

Можно трактовать изменение особенностей полевой зависимости МИ отношения так: чем более узок пик ГМИ, тем более однородным с магнитной точки зрения является материал. Уменьшение ширины пика могло быть связано с перераспределением механических напряжений как на свободной поверхности последнего магнитного слоя образца, так и на торцевых поверхностях (Рисунок 4.10 (б)). Площадь торцевой поверхности образца в форме параллелепипеда значительно меньше площади свободной поверхности пленочной структуры. Однако именно в этой области возможно появление как неоднородностей локальных напряжений, ввиду возможных отклонений формы каждого из слоев многослойной структуры, так и особенностей слабой связи между магнитными слоями, в том числе ввиду эффекта «апельсиновой кожуры».

Модификация в метилбензоле поверхности образцов второго типа, отличалась от режима модификации поверхности образцов первого типа тем, что свободная поверхность во втором случае была закрыта слоем меди. Анализ состава образцов был проведен с помощью растрового электронного микроскопа с энергодисперсионным спектрометром для элементов со структурой  $[\text{Cu}(3)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(100)/\text{Cu}(3)]_5$  как в состоянии без модификации поверхности, так и после выдержки в метилбензоле в течение 14 и 52 дней. Содержание углерода для этих трех образцов оставалось в пределах погрешности определения состава при помощи EDX РЭМ и составило  $8,9 \pm 0,7$  масс. %. В пункте 4.2 было показано, что процесс низкотемпературной конденсации углерода (закрепление ароматических бензольных колец при выдержке в метилбензоле) происходил именно на поверхности железа или пермаллоя. Следовательно, на поверхности свободного слоя меди, не следовало ожидать появления ни характерных образований (см. Рисунок 4.10 (б)), ни повышенного содержания углерода, как это происходило ранее для серий пленок железа и пермаллоя.

Однако, результаты магнитоимпедансной спектроскопии для образцов второго типа были идентичны результатам, полученным для образцов первого типа

(Рисунка 4.11 (а)). Анализ показал, что ширина пика на полувысоте уменьшилась с 12,9 Э для немодифицированного образца до 6,8 Э для образца после модификации в метилбензоле в течение 14 дней. На основании полученных результатов был сделан вывод, что модификация торцевых поверхностей тонкой пленки второго типа может быть ответственна за наблюдаемые эффекты. Перераспределение напряжений в области торцевых поверхностей, вызванное каталитическими процессами, вовлекающими окисление отдельных кластеров переходных металлов при формировании графеноподобного слоя, могло приводить к релаксации напряжений и снижению уровня магнитных неоднородностей. Последнее, в свою очередь, обеспечивало снижение дисперсии локальных осей магнитной анизотропии и увеличивало однородность замыкания магнитного потока пленочных наноструктур, а также вело к уменьшению ширины линии зависимости магнитоимпедансного отношения полного импеданса от внешнего магнитного поля для образцов после модификации в метилбензоле.

Область максимальной чувствительности, или рабочий интервал ГМИ-элемента в виде тонкой пленки после выдержки в метилбензоле становился более широким и включал не только области 2 – 6 Э и -6 – -2 Э (в случае структуры  $[\text{Cu}(3)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(100)/\text{Cu}(3)]_5$  на частоте 211 МГц), но также и области 7 – 14 Э и -14 – -7 Э. Для пленочной структуры после 2 недель выдержки в метилбензоле чувствительность МИ отношения полного импеданса к изменению внешнего магнитного поля в этих интервалах при обозначенной выше частоте составила 28 %/Э и 11 %/Э, соответственно.

Таким образом было установлено, что в процессе формирования покрытия при протекании низкотемпературной конденсации углерода на поверхности многослойных структур на основе пермаллоя (длительностью более двух недель) происходила модификация свойств ГМИ-структуры, которая позволяла увеличить рабочий интервал магнитоимпедансного отклика многослойного элемента, что позволяет рекомендовать низкотемпературную конденсацию углерода как метод расширения функциональных свойств пленочных 3d материалов.

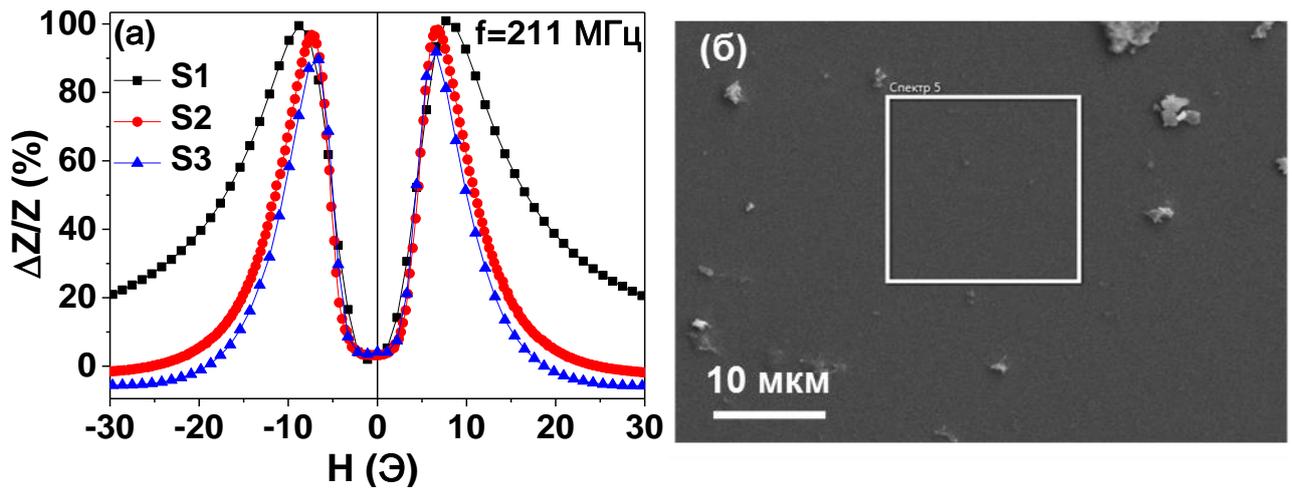


Рисунок 4.11 – Полевая зависимость магнитоимпедансного отношения полного импеданса для элемента со структурой  $[\text{Cu}(3)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Cu}(500)/[\text{FeNi}(100)/\text{Cu}(3)]_5$  (R1 или N2) без выдержки (черная кривая) и после выдержки в метилбензоле в течение 14 дней (красная кривая) и 52 дней (синяя кривая) (а). Изображение с растрового электронного микроскопа поверхности данной пленки пермаллоя после 52 дней выдержки в метилбензоле при комнатной температуре (б).

## **ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 4**

В данной главе впервые показана возможность протекания и установлены особенности кинетики процесса конденсации углерода на поверхности пленок Fe и FeNi при выдержке в ароматических сольвентах при комнатной температуре.

1. Впервые установлена возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода и создания углеродного покрытия на поверхности пленок 3d металлов в нормальных условиях.

2. Определены особенности формирования и кинетика низкотемпературной конденсации углерода в метилбензоле на поверхности пленок пермаллоя и железа.

3. Установлена возможность изменения ГМИ параметров многослойных элементов после протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода на их поверхности и предложен вероятный механизм влияния такой обработки поверхности (снижение дисперсии локальных осей магнитной анизотропии и однородного замыкания магнитного потока пленочных наноструктур), которая приводила к увеличению областей с высокой чувствительностью ГМИ-элемента по отношению к внешнему магнитному полю.

Оригинальные результаты данной главы диссертации были опубликованы в работах [10-12] из списка публикаций автора диссертационной работы.

## **ГЛАВА 5. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРАКТИЧЕСКИХ ПРИЛОЖЕНИЙ ГИГАНТСКОГО МАГНИТОИМПЕДАНСНОГО ЭФФЕКТА**

В данной главе будут рассмотрены физические основы и перспективы использования пленочных элементов на основе сплава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$  на стеклянных и полимерных подложках в интегрируемых детекторах малых магнитных полей, а также ГМИ характеристики пленочных элементов в присутствии гелевого или феррогелевого покрытия в свете их возможных приложений в биомедицине.

### **5.1 Пленочные элементы на основе сплава $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ на стеклянных и полимерных подложках: перспективы использования в интегрируемых детекторах малых магнитных полей**

В главе 3 обсуждались особенности магнитоимпедансного эффекта многослойных структур с особенностями геометрии на основе пермаллоя с прослойками меди или титана. В данном разделе рассматриваются магнитоимпедансные свойства таких структур, полученных как на твердых, так и на гибких подложках, при приложении внешнего давления.

Серия образцов была получена методом магнетронного распыления на подложки из циклоолефинового сополимера марки Zeonor Film [85] типа  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)/([\text{FeNi}(100)]/\text{Ti}(6))_m$ , где  $V1 - m = 5$ ,  $V2 - m = 4$ ,  $V3 - m = 3$ ,  $V4 - m = 2$ ,  $V5 - m = 1$ , и образцы  $V6 - [\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)$ ,  $V7 - [\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)$ , номера которых аналогичны номерам серии T1-T7 на подложках из стекла. Отметим, что эта серия элементов была получена вместе с серией на стеклянных подложках, которая обсуждалась в разделе 3.4 и имела идентичную конфигурацию магнитных и немагнитных слоев, что позволяет проводить прямое сопоставление и делать выводы о роли подложки каждого из рассмотренных типов. Магнитостатические свойства образцов исследовались при помощи магнитооптического Керр-микроскопа. Средняя величина коэрцитивной силы, которую измеряли и со стороны полимерной подложки, для всех образцов не превышала 1 Э. Все образцы имели одноосную

анизотропию, которая была создана в ходе напыления внешним технологическим полем  $H = 250$  Э перпендикулярно длинной стороне полосок  $1 \text{ мм} \times 13 \text{ мм}$ .

Для многослойных пленочных элементов на стеклянных подложках была получена монотонно убывающая зависимость максимума магнитоимпедансного отношения полного импеданса  $\Delta Z/Z_{max}$  при уменьшении общей толщины верхней многослойной структуры (количества магнитных слоев) [68]. Однако для элементов на полимерных подложках такая зависимость не являлась монотонной (Рисунок 5.1). Для образцов V2 и V4 наблюдались более высокие значения  $\Delta Z/Z_{max} = 140 \%$ , тогда как для образцов V1, V3 и остальных рассмотренных асимметричных структур отношение не превышало  $\Delta Z/Z_{max} = 100 \%$ . При более высоком значении  $\Delta Z/Z_{max}$  и частота, на которой наблюдался максимум, была сдвинута в область частот более 200 МГц. В среднем более низкие значения магнитоимпедансного отношения для структур на полимерных подложках по сравнению со структурами на подложках из стекла могли быть следствием различных особенностей протекания процесса текстуробразования [135].

Немонотонная зависимость – следствие различий в анизотропии, которая была сформирована в пленках. В процессе напыления внешним магнитным полем в элементах наводилась одноосная поперечная, т.е. вдоль короткой стороны прямоугольного элемента, анизотропия в плоскости пленок (см. вставку Рисунка 5.1 (б) или Рисунок 3.9). В случае элементов на стеклянных подложках для формирования анизотропии такого вида внешнего поля напряженностью 250 Э было достаточно. Для элементов, которые обсуждались в Главе 3, при приложении внешнего поля, сравнимого с полем анизотропии, намагниченность могла легко изменять свое направление, и динамическая магнитная проницаемость достигала максимума [112]. В таком случае полевая зависимость магнитоимпедансного отношения представляла собой кривую с двумя максимумами в области поля анизотропии. В аморфных лентах с продольной анизотропией, где вклад магнитоупругой анизотропии преобладает, наблюдается только один максимум на полевой зависимости магнитоимпедансного отношения

(в нулевом внешнем магнитном поле). Для серии структур на полимерных подложках вклад напряжений, вносимых подложкой, скорее всего превышал вклад наведенной магнитной анизотропии. Некоторые аргументы в пользу данного предположения могут быть высказаны на основе анализа литературных данных, где описаны особенности магнитной анизотропии, магнитной доменной структуры подобных образцов [68]. В результате для некоторых структур наблюдались отклики с единственным пиком на полевой зависимости  $\Delta Z/Z$ .

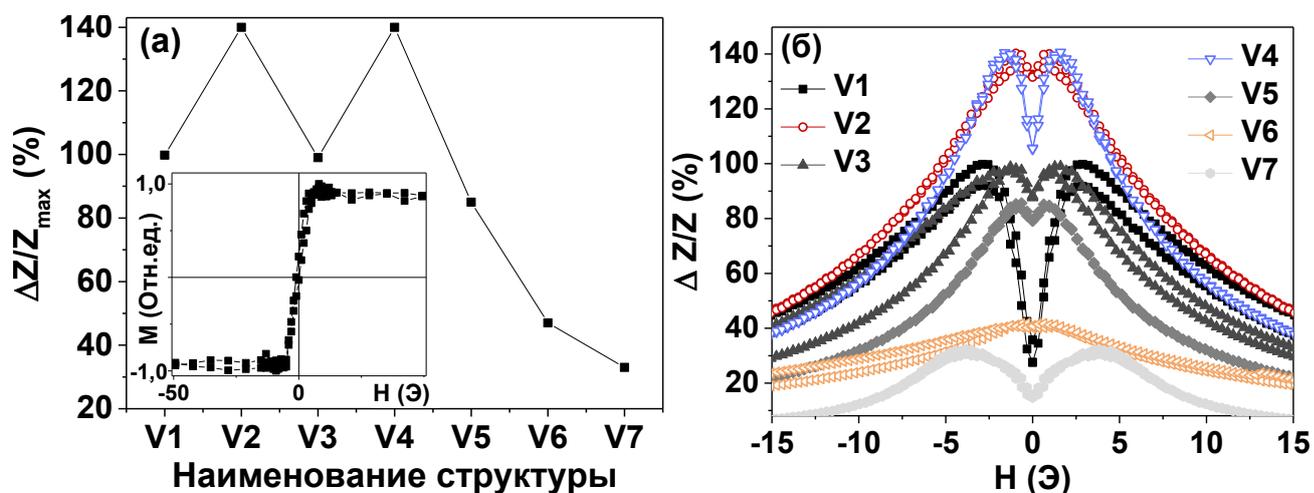


Рисунок 5.1 – Максимум магнитоимпедансного отношения полного импеданса (абсолютный во всем интервале частот и полей) в зависимости от типа структуры, где V1 – симметричная относительно медного токовода структура, с увеличением номера V2 – V7 уменьшается количество слоев над слоем меди (а). На вставке петля магнитного гистерезиса с магнитооптического Керр-микроскопа для структуры V1. Полевая зависимость магнитоимпедансного отношения полного импеданса для структур с особенностями геометрии (б). Все элементы получены на полимерных подложках.

Сравнительный анализ в присутствии внешнего давления был проведен для пленочных элементов на полимерных V2 и стеклянных T2 подложках типа  $[\text{Ti}(6)/\text{FeNi}(100)]_5/\text{Ti}(6)/\text{Cu}(500)/\text{Ti}(6)/([\text{FeNi}(100)]/\text{Ti}(6))_4$ . Для проведения измерений под давлением использовались разновесы из стекла в форме

прямоугольников известной массы, парамагнитный вклад которых даже в магнитном поле 300 Э был в 100 раз меньше вклада ферромагнитного элемента. В ходе эксперимента на пленочный элемент помещался разновес известной площади и далее разновесы известной массы последовательно размещали на нем. Установлено, что погрешность, связанная с варьированием массы разновесов, не превышала 0,3 %. Измерение проводилось сначала для элемента без разновесов (ниже - реперное измерение), далее при постепенном увеличении их количества на элементе и заключительное измерение проводилось снова без разновесов для сравнения с реперным.

Первое нагружение пленочного элемента V2 на полимерной подложке величиной 6,2 Па привело к увеличению  $\Delta Z/Z_{max}$  на 4 % (во внешнем магнитном 8 Э и при частоте тока 190 МГц). Дальнейшее увеличение давления с 12 до 40 Па практически не влияло на магнитоимпедансные свойства этого образца, различие  $\Delta Z/Z_{max}$  составило 6 % между реперным измерением и значением для образца под давлением 40 Па (Рисунок 5.2 (а)).

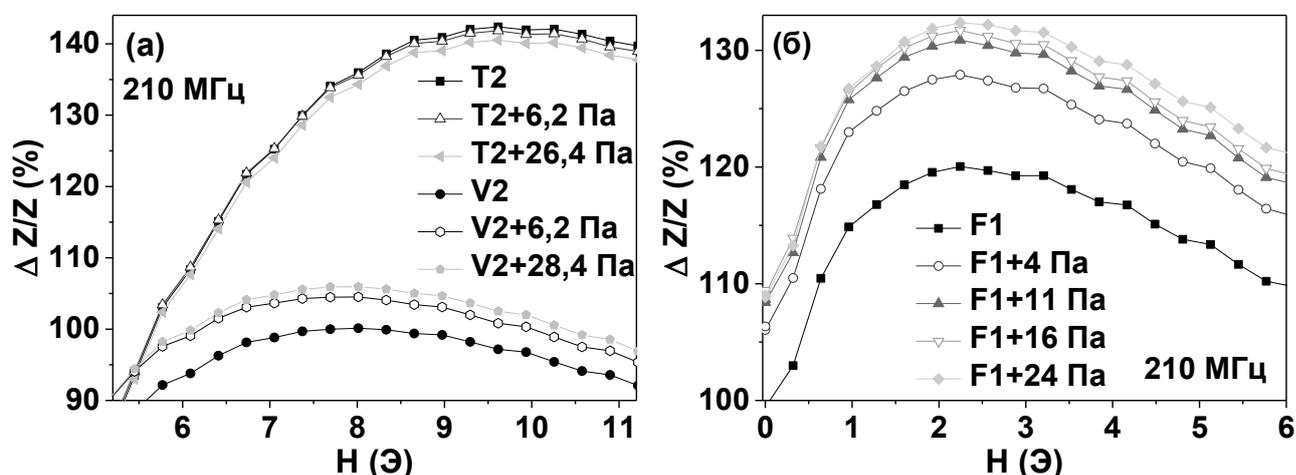


Рисунок 5.2 – Полевая зависимость ГМИ отношения при приложении внешнего давления для асимметричных структур на подложке из стекла T2 и из полимера V2 (а). Полевая зависимость ГМИ отношения при приложении внешнего давления для элемента на подложке из стекла F1 (б).

Для элемента на полимерной подложке V2 наблюдалась релаксация напряжений. После проведения серии измерений с варьируемым внешним давлением образец повторно измерялся без разновесов. Магнитоимпедансное отношение  $\Delta Z/Z$  в области малых внешних полей в этом случае было на 3 % выше, чем при измерении реперного образца. Однако при измерении этого же образца через 12 часов все магнитоимпедансные характеристики совпадали с полученными при измерении реперного образца. Плавное накопление остаточных напряжений наблюдалось в ходе проведения серии измерений с периодической нагрузкой: без нагрузки, с одним разновесом, без нагрузки, с двумя разновесами, без нагрузки и т.д. Таким образом, при работе с многослойными структурами на полимерных подложках следует уделить особое внимание обеспечению фиксированного уровня внешних упругих деформаций в процессе исследований и принимать во внимание возможность появления релаксационных явлений и последствий.

Для такой же асимметричной структуры на подложке из стекла (T2) максимальное различие между реперным измерением и измерением при приложении давления 40 Па составило 2 %, что было близко к величине погрешности измерений (Рисунок 5.2 (а)). Широкий набор характеристик является практически идентичным для материала подложек Corning glass и Zeonor film, как, например, значение температурных коэффициентов расширения, однако такой коэффициент, как предел прочности при изгибе для полимера примерно в 10 раз больше, чем для стекла. Следовательно, для образцов с неравной толщиной магнитных слоев над и под тоководом на подложках из стекла в рассматриваемом диапазоне внешних давлений, этим фактором можно пренебречь.

Для симметричной структуры F1 на подложке из стекла магнитоимпедансное отношение полного импеданса увеличивалось с увеличением внешнего давления (от 0 до 25 Па) и достигло чувствительности 0,5 %/Па (Рисунок 5.2 (б)). Для структур с варьированием состава слоя пермаллоя F2, F3 и F4 эффект оставался в пределах погрешности. С теоретической точки зрения приложение внешнего

давления как способа создания сжимающих напряжений в продольном направлении, должно приводить к увеличению магнитной анизотропии в поперечном направлении, а значит и к увеличению ГМИ эффекта [135, 117] для образца на основе сплава с малой положительной константой магнитострикции. Для обсуждаемой выше асимметричной структуры выраженной зависимости ГМИ отклика от величины внешней нагрузки не наблюдалось, но для симметричной структуры был получен значимый отклик, в связи с чем было сделано два предположения. Либо симметричная структура обладала большим количеством нескомпенсированных внутренних напряжений, которые перераспределялись в результате внешних воздействий, а асимметричная пленочная структура была достаточно скомпенсирована, чтобы рост магнитоупругой энергии не сказался существенно на магнитных свойствах. Либо вклад нормального напряжения  $\sigma$  в эффективную константу магнитострикции был более существенен, именно в том случае, когда магнитная проницаемость была максимальна.

В данном разделе было приведено сравнительное исследование многослойных элементов на полимерных и стеклянных подложках с варьируемым количеством магнитных слоев над центральным слоем меди. Для многослойных элементов на полимерных подложках наблюдалась немонотонная зависимость магнитоимпедансного отношения для полного импеданса от количества слоев над проводящим слоем меди, с максимальным значением  $\Delta Z/Z$  для структуры V2 [Ti/FeNi]<sub>5</sub>/Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti]<sub>4</sub>. При сравнительном анализе структур такой конфигурации на полимерных и стеклянных подложках было установлено, что наибольший отклик при приложении внешнего давления 40 Па давала структура на подложке из полимера, для которой чувствительность магнитоимпедансного отношения полного импеданса к внешнему давлению составила 6 %/Па. Для симметричной структуры на подложке из стекла на основе сплава Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub> была достигнута бóльшая чувствительность  $S(\Delta Z/Z) = 12$  %/Па, тогда как для элементов с меньшим содержанием железа изменение отклика оставалось в пределах

погрешности измерений. Увеличение импеданса трактовалось с точки зрения изменения вклада магнитоупругой энергии.

Следует отметить, что полученные характеристики хорошо совместимы с микрофлюидными системами, востребованными в биоприложениях. Например, циклоолефиновый сополимер, использованный в качестве гибких подложек, широко применяется при производстве микросистемного оборудования.

## **5.2 ГМИ характеристики пленочных элементов в присутствии гидрогеля или феррогеля**

В разделе представлено исследование магнитоимпедансных свойств в присутствии полиакриламидных гидрогелей и феррогелей (гелевых композитов, наполненных магнитными наночастицами), а также концентрационные зависимости магнитоимпедансного эффекта для этих объектов.

Феррогели представляли собой модельные объекты, имитирующие живую ткань с включением магнитных наночастиц (МНЧ). Хотя гели и феррогели имитируют только некоторые свойства живых систем, такие образцы обладают тем огромным преимуществом, что их физические свойства остаются постоянными гораздо дольше, чем подобные свойства живых тканей. Кроме того, гели и феррогели не требуют особых условий хранения.

Как уже обсуждалось в обзоре литературы, в простейшем магнитном биодетекторе все рабочие расстояния между магнитными маркерами и поверхностью магниточувствительного элемента одинаковы (порядка 1 нм) [82]. В случаях, когда необходимо определять концентрацию МНЧ, встроенных в живые ткани, расстояния между МНЧ и поверхностью чувствительного элемента различаются, что требует проведения дополнительного моделирования и очень высокой чувствительности магнитного элемента по отношению к внешнему магнитному полю. Ранее было показано, что вместо биологических образцов могут быть использованы сшитые гидрогели с включенными в их матрицу магнитными наночастицами, но моделирование результатов первых

экспериментов было существенно затруднено значительными размерами гелевых/феррогелевых образцов и величиной их плотности. Поэтому в данной работе были использованы образцы гелей/феррогелей либо в форме полосок, либо в форме тонких дисков, что существенно снижало объем материала для проведения модельных расчетов и позволяло рассматривать образцы гелей/феррогелей как дополнительные покрытия. При исследовании высокочастотных эффектов во внимание необходимо принимать не только магнитную, но и диэлектрическую проницаемость, которая в случае воды очень высока.

Как было упомянуто ранее (раздел 2.3), согласно данным просвечивающей электронной микроскопии (Рисунок 5.3 (а)), частицы имели сферическую форму и узкое распределение по размерам (средний размер составлял около 16 нм). Данные наночастицы использовались для синтеза феррогелей методом радикальной полимеризации полиакриламида (Рисунок 5.3 (б), (в)). После синтеза гели и феррогели хранили в дистиллированной воде. Для проведения магнитных и магнитоимпедансных измерений, их нарезали на образцы цилиндрической формы.

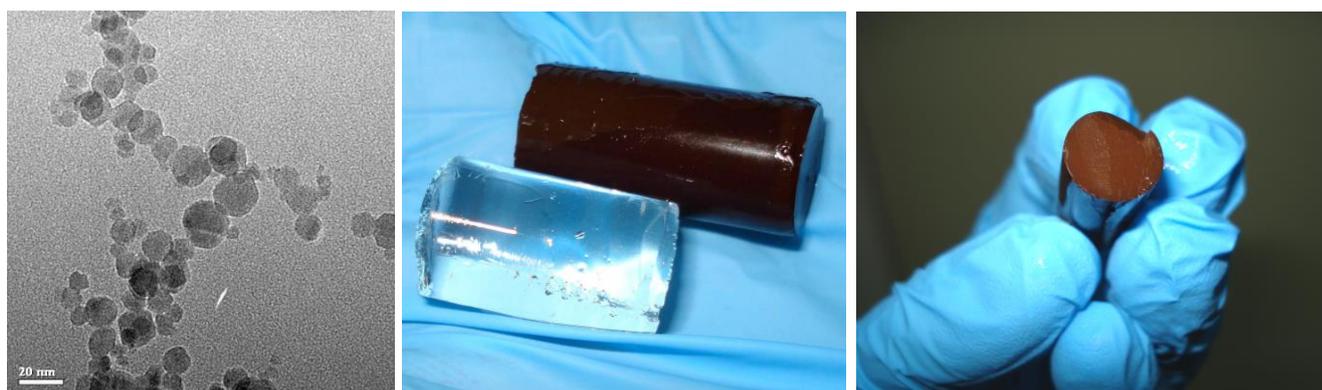


Рисунок 5.3 – Изображение с электронного микроскопа наночастиц оксида железа, полученных методом LTE (а). Внешний вид полиакриламидного гидрогеля (прозрачный образец) и феррогеля с массовым содержанием МНЧ 2,5 % (матовый образец) (б). Образцы гидрогелей и феррогелей хорошо сохраняли форму (в).

Некоторые особенности полиакриламидных гидрогелей и феррогелей, требовали дополнительных исследований для корректного выбора условий ГМИ измерений. Поскольку как гидрогели, так и феррогели содержат большое количество воды, вне водной среды они довольно быстро меняют свою массу, объем и, при определенных условиях, даже форму за счет испарения воды. Например, для гидрогелей потеря массы могла достигать 0,5 массовых % в минуту. Для того чтобы избежать столь сильного влияния испарения на диэлектрические свойства исследуемых образцов гидро- и феррогелей, были предложены и отработаны протоколы проведения эксперимента, включающие точный контроль времени каждого измерения.

Для первого эксперимента были выбраны гидрогели и феррогели в форме цилиндров (высота 3 мм, радиус 7 мм), массой около 300 мг [137]. Содержание оксида железа в феррогелях составляло около 2,5 масс. %. На Рисунке 5.4 (а)-(в) показаны результаты магнитных измерений геля и феррогеля с помощью вибрационного магнитометра. Форма петли гистерезиса для феррогеля представляет собой зависимость S-типа, указывающую на присутствие ферромагнитного материала. Для чисто суперпарамагнитного материала (МНЧ оксида железа с радиусом около 10 нм и с узким распределением по размерам) следовало ожидать величину коэрцитивной силы  $H_c \approx 0$  Э. Однако экспериментально измеренная величина  $H_c$  была несколько выше (4 Э) и отражала появление слабых взаимодействий между наночастицами с увеличением концентрации. При этом, магнитного насыщения не наблюдалось и в области 18 кЭ (Рисунок 5.4 (а)), что указывает на то, что большинство МНЧ находились в суперпарамагнитном состоянии, но и на вероятность присутствия небольшой фракции чуть более крупных наночастиц. Для образца геля была характерна линейная зависимость удельного магнитного момента от величины внешнего магнитного поля с отрицательным наклоном, описывающая типичный диамагнитный отклик.

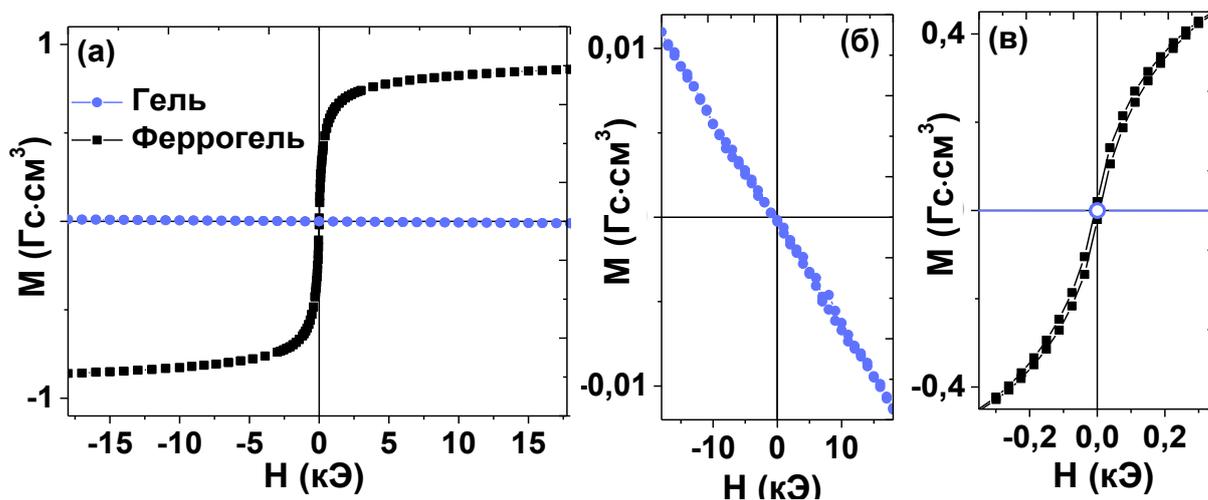


Рисунок 5.4 – Петли магнитного гистерезиса геля и феррогеля в разных масштабах: иллюстрация различия между ферромагнитным и диамагнитным вкладами (а); типичный диамагнитный отклик для образца геля (б); в данном представлении можно оценить величину удельного магнитного момента феррогеля в малых магнитных полях (в).

Сравнение значения магнитного момента на единицу массы для квазистатических магнитных измерений показало огромное различие между ферромагнитным вкладом МНЧ и диамагнитным вкладом гелевой матрица: красная кривая имеет незначительный отрицательный наклон на изображении в шкале, хорошо отражающей ферромагнитное поведение образца феррогеля (Рисунок 5.4 (а)).

При проведении магнитоимпедансных измерений ГМИ-элемент с гелем или феррогелем для защиты от испарения накрывался парафиновой пленкой. В качестве чувствительного элемента была выбрана структура T2 [Ti/FeNi]<sub>5</sub>/Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti]<sub>4</sub>, как структура на подложке из стекла, обладающая широким интервалом частот, для которой наблюдался высокий магнитоимпедансный эффект. В качестве первого шага измеряется ГМИ многослойного элемента (реперные значения). Затем измеряли ГМИ чувствительного элемента в присутствии геля или феррогеля с последующим

измерением элемента без геля/феррогеля, чтобы гарантировать возврат системы в свое исходное состояние.

Сравнение частотных зависимостей ГМИ отношений для реперного состояния (без покрытия) и состояний с покрытием типа гель или феррогель показывает, что они количественно отличаются друг от друга в интервале частот выше 150 МГц (Рисунок 5.5). Форма кривой для образца без покрытия очень типична и хорошо понята в рамках классической электродинамики и такого явления, как скин-эффект [91, 107]. Максимальное значение  $\Delta Z/Z_{max}$  было получено на частоте около 250 МГц, что приемлемо для технологических приложений. Огромные различия наблюдались для кривых  $\Delta Z/Z_{max}(f)$ , соответствующих гелю и феррогелю. Упомянем два важных вклада: диэлектрический вклад геля без МНЧ и магнитный вклад МНЧ.

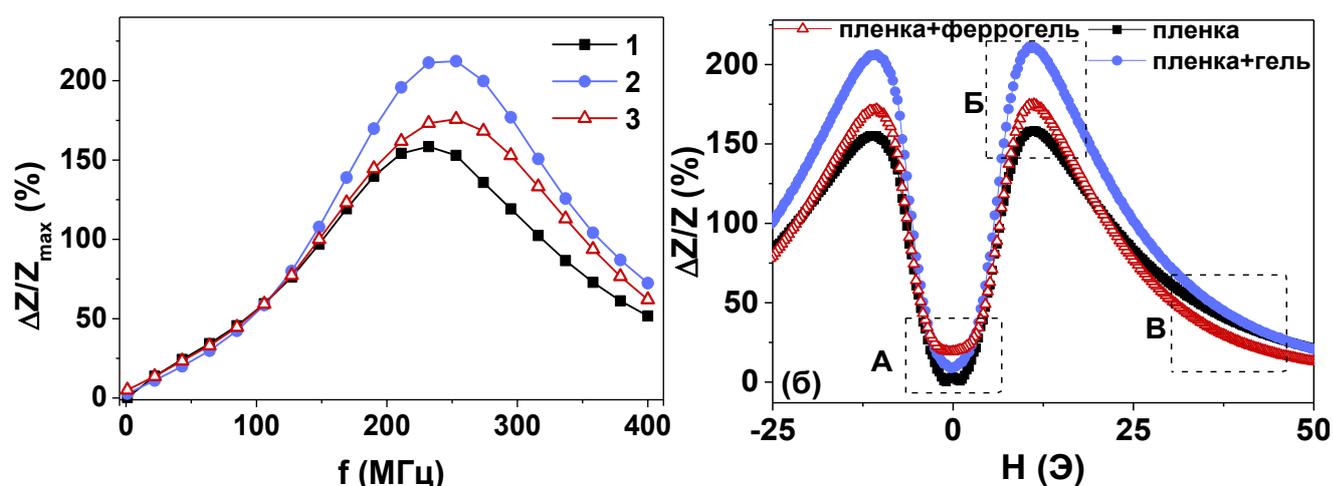


Рисунок 5.5 – Частотные зависимости максимального ГМИ отношения для полного импеданса  $[Ti/FeNi]_5/Ti/Cu/Ti/[FeNi/Ti]_4$  (T2) многослойного чувствительного элемента: 1 – элемент без покрытия; 2 – элемент с образцом геля; 3 – элемент с образцом феррогеля (а). Полевая зависимость ГМИ отношения полного импеданса для пленочного элемента (пленка), пленочной структуры и гидрогеля (пленка + гель), пленочной структуры и феррогеля (пленка + феррогель) (б).

Возвращаясь к петлям магнитного гистерезиса и сравнивая их с ГМИ откликами, отметим, что, как и следовало ожидать в случае статических измерений образца геля (образца, содержащего воду), магнитный сигнал чистого геля это очень слабый (диамагнитный) вклад, которым можно пренебречь. С другой стороны, очень высокая диэлектрическая проницаемость чистого геля, как покрытия пленочного образца, сильно влияла на величину импеданса, в результате чего кривая (2) на Рисунке 5.5 значительно отличалась от реперной.

Магнитный вклад полей рассеяния, создаваемых МНЧ, также проявлялся в их влиянии на кривые  $\Delta Z/Z_{max}$  и  $\Delta Z/Z$ . Оценка полного магнитного момента образца феррогеля в поле 7,5 Э дает значение порядка 0,02 Гс·см<sup>3</sup> для образцов, использованных в процессе ГМИ измерений (их масса составляла около 0,3 г), Такая величина магнитного момента хорошо детектировалась ГМИ датчиком, даже в присутствии огромного сигнала, вызванного вкладом гидрогеля. В предыдущих исследованиях [83] гораздо бóльшие образцы (массой около 0,7 г) использовались для обнаружения феррогеля.

Рабочий интервал чувствительного элемента для определения внешнего магнитного поля (от 5 до 9 Э для  $\Delta Z/Z$ ) не являлся оптимальным для обнаружения МНЧ. Были рассмотрены три возможных интервала А, Б и В со следующими значениями чувствительности к концентрации МНЧ: А - 6,8 %/мас.%; Б – 11,0 %/мас.%; и В - 7,0 %/мас.% (Рисунок 5.5 (б)). Несмотря на то, что в области А (нулевое внешнее магнитное поле) магнитные наночастицы не обладали остаточным магнитным моментом, стоило учесть наличие поля, порождаемого высокочастотным током, которое могло подмагничивать ближайшие к поверхности элемента слои наночастиц в феррогеле. Детектируемое различие между элементом и элементом с феррогелем в нулевом поле составило 20 %, что сопоставимо с приложением внешнего магнитного поля в 3,2 Э к элементу на частоте 230 МГц. Такая величина чувствительности наблюдалась и в рабочем интервале. В области Б или вблизи поля анизотропии (значения поля, где величина  $\Delta Z/Z$  максимальна) наблюдался эффект конкурирующих вкладов

диамагнитной проницаемости воды в геле и полей рассеяния наночастиц. Именно в этой области чувствительность по отношению к присутствию МНЧ была максимальна, различие в  $\Delta Z/Z_{max}$  достигало 50 %. В области более высоких внешних магнитных полей  $H$  очевидно, что вклад полей рассеяния магнитных наночастиц становился преобладающим, тогда как магнитоимпедансный отклик снижался. Предложенный прототип датчика обеспечивал измерение полей рассеяния наночастиц с использованием полного импеданса для случая сравнительно небольших образцов, служащих для оценки модельных свойств естественных тканей.

На следующем этапе исследования ставились три задачи: проверить возможность детектирования образцов гидрогелей и феррогелей с другой геометрией; оценить возможность получения зависимости магнитоимпедансного отношения полного импеданса от концентрации МНЧ в феррогеле и сравнить модельное описание процессов, обеспечивающих возможность детектирования феррогелей с помощью ГМИ пленочного элемента (выполненное соавторами – теоретиками в рамках проведения совместных исследований).

Для этого была выбрана серия феррогелей с разной концентрацией МНЧ в полиакриламидном феррогеле – 0,6, 0,9, 1,7 и 2,2 массовых % [99, 138]. Образцы вырезались в форме параллелепипедов с размерами 2 мм × 4 мм × 9 мм (Рисунок 5.6 (а)). В качестве чувствительного элемента была выбрана структура с максимальным магнитоимпедансным эффектом  $[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(3 \text{ нм})/\text{Cu}(100 \text{ нм})]_5$ , что соответствует наименованию N2 из раздела 3.2 или R1 из раздела 3.5, где также были представлены исследования магнитных свойств, подтверждающие наличие одноосной магнитной анизотропии.

На Рисунке 5.6 (б) представлены результаты магнитных измерений для феррогелей различной концентрации. В случае феррогелей полное насыщение не было достигнуто даже в поле около 10 кЭ. Несмотря на это, основываясь на значениях намагниченности во внешнем поле  $H = 10$  кЭ была построена зависимость величины намагниченности  $M(H = 10 \text{ кЭ})$ , которую мы только для

удобства называем намагниченностью насыщения ( $M_s$ ) от содержания наночастиц в феррогелях, хорошо аппроксимирующаяся линейной функцией. Коэрцитивная сила для всех типов ФГ была мала (несколько Эрстед). Как и ранее ненулевое значение  $H_c$  можно объяснить наличием небольшой доли крупных частиц при широком распределении частиц по размерам. Следует еще раз упомянуть о низком диамагнитном вкладе гелевой матрицы, который был ничтожен по сравнению с магнитными сигналами МНЧ, входящих в состав ФГ.

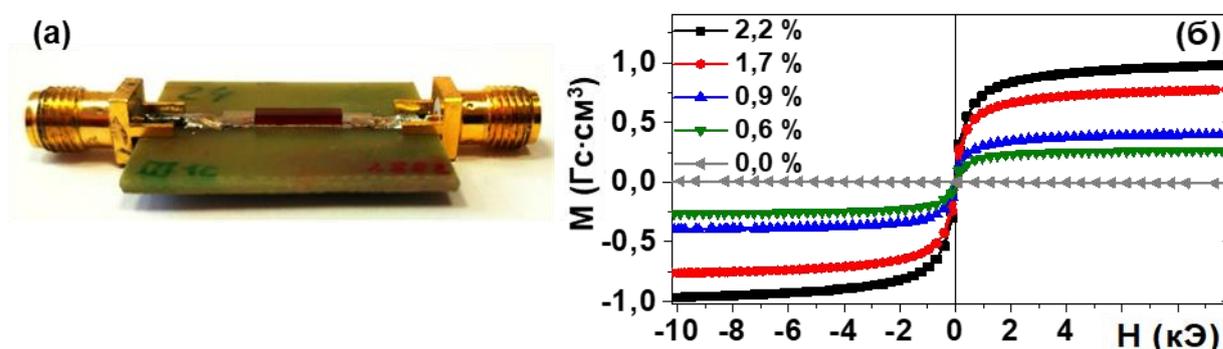


Рисунок 5.6 – Общий вид пленочного ГМИ-элемента, составляющего часть микрополосковой линии, на поверхности элемента расположен образец феррогеля. (а). Магнитометрические петли магнитного гистерезиса феррогелей с различными концентрациями МНЧ (б).

Частотная зависимость МИ отношения для полного импеданса многослойного элемента имела типичную форму с максимумом около 100 МГц, что соответствовало теоретическим представлениям [10, 54, 55] и рассматривалось подробно в Главе 3. В данной области частот логично ожидать максимальную чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю, и для того, чтобы сделать наиболее обоснованный выбор рабочей частоты для тестирования прототипа биодатчика, чувствительность ГМИ эффекта была рассчитана на частотах 80 и 100 МГц. На Рисунке 5.7 (а) показана полевая зависимость  $\Delta Z/Z$  отношения многослойного элемента (без геля или феррогеля), измеренная от наибольшего значения внешнего поля до нулевого внешнего поля

для двух выбранных частот. На вставке показано то же самое поведение в слабом поле. Оба отклика близки друг к другу, и в обоих случаях для испытания прототипа детектора слабых магнитных полей могут быть предложены рабочие интервалы в относительно низких (интервал 1:  $3,5 \text{ Э} < H < 6,0 \text{ Э}$ ) и относительно высоких внешних полях (интервал 2:  $7,5 \text{ Э} < H < 9 \text{ Э}$ ).

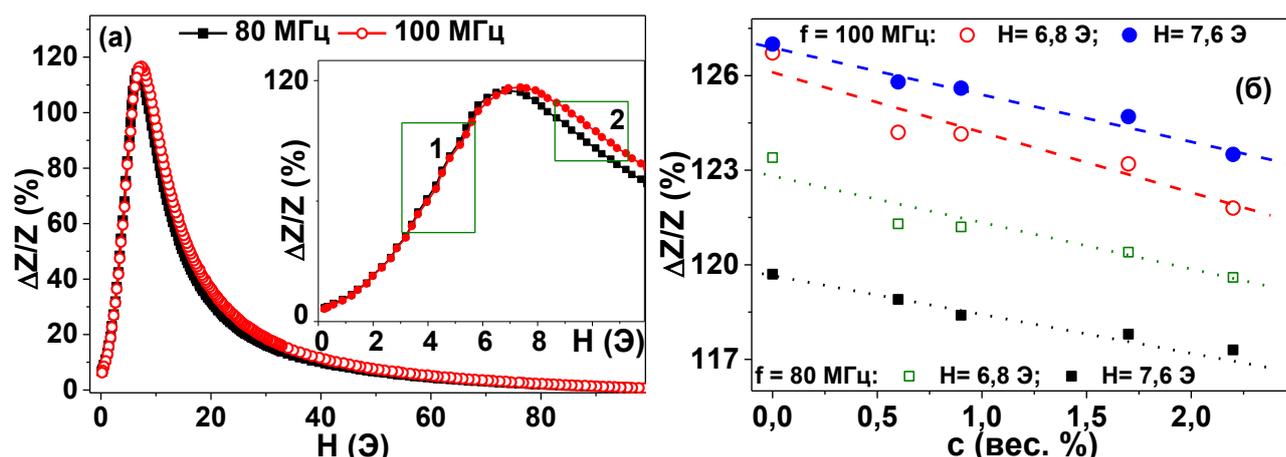


Рисунок 5.7 – Полевая зависимость ГМИ отношения для полного импеданса пленочного элемента для выбранных частот (вставка: ГМИ вблизи поля анизотропии МИ-элемента) (а). Концентрационные зависимости ГМИ отношения полного импеданса для выбранных частот и значений внешнего поля (б).

В качестве следующего шага были измерены отношения  $\Delta Z/Z(H)$  и проанализированы ГМИ отклики для двух характерных значений внешнего магнитного поля  $H_1 = 6,8 \text{ Э}$  и  $H_2 = 7,6 \text{ Э}$ . Поле  $H_1$  было немного меньше, а поле  $H_2$  немного больше поля анизотропии (поля, для которого наблюдался максимум  $\Delta Z/Z_{max}$ ). Если бы целью работы было создание датчика, предназначенного для измерения малых магнитных полей, наиболее предпочтительным был бы интервал от  $3,5 \text{ Э}$  и до  $H_1$ , так как в нем наблюдалась самая высокая чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю  $S(\Delta Z/Z) = 36 \text{ \%/Э}$ . Для интервала вблизи поля  $H_2$  чувствительность по отношению к внешнему магнитному полю была намного ниже и составила  $S(\Delta Z/Z) = 10 \text{ \%/Э}$ . Поскольку

состояние магнитных наночастиц оксида железа, использованных в данном случае, близко к суперпарамагнитному, для создания заметных полей рассеяния они должны были бы быть помещены в достаточно большое внешнее магнитное поле. Следовательно, интервал  $H_2$  для функциональных возможностей прототипа биодатчика представлял собой компромиссное решение, при котором обеспечивались и достаточная (хотя и не максимальная) чувствительность ГМИ-элемента по отношению к внешнему полю и достаточно большие значения полей рассеяния МНЧ.

Рисунок 5.7 (б) иллюстрирует, что оба рабочих интервала полей ( $H_1$  и  $H_2$ ) были достаточно близки друг к другу с точки зрения чувствительности определения концентрации магнитных наночастиц. Она была близка к 1,3 %  $\Delta Z/Z$  на массовый процент концентрации магнитных наночастиц. Как и следовало ожидать, увеличение концентрации магнитных наночастиц приводило к уменьшению магнитоимпедансного отношения полного импеданса ввиду увеличения влияния полей рассеяния.

Как уже упоминалось, для сравнения с полученными экспериментальными результатами ГМИ-пленочных наноструктур, покрытых слоем феррогеля, использовалась электродинамическая модель расчета распределения полей в элементе из решения уравнений Максвелла с соответствующими условиями непрерывности полей на границе различных слоев, предложенная и разработанная д. ф.-м. н. Н. А. Бузниковым (НИИ природных газов и газовых технологий – Газпром ВНИИГАЗ). Все физические параметры модели соответствовали экспериментальным физическим параметрам вышеописанной системы.

Ввиду того, что использованные длина и ширина пленочного элемента были существенно больше ее толщины, предполагалось, что электромагнитные поля зависят только от одной координаты. Распределение полей в ГМИ пленочном элементе было найдено из решения уравнений Максвелла с соответствующими условиями непрерывности полей на границах слоев пермаллоя и меди. Влияние слоя феррогеля на величину ГМИ пленочного элемента связано с полями

рассеяния, индуцированными магнитными наночастицами. Поля рассеяния изменяют распределение намагниченности в магнитных слоях пленочной структуры и влияют на ее магнитную проницаемость и ГМИ эффект. Для качественного описания влияния полей рассеяния на ГМИ было сделано предположение, что слой феррогеля создает в пленке пространственно однородное эффективное поле  $H_p$ . Величина поля  $H_p$  пропорциональна концентрации магнитных наночастиц в феррогеле, так как намагниченность насыщения феррогеля линейно возрастает с увеличением концентрации МНЧ. Поле рассеяния изменяет распределение намагниченности в слоях пермаллоя и влияет на магнитную проницаемость пленки, что приводит к изменению ГМИ образца в присутствии слоя феррогеля. Больше деталей представлено в работе [99]. Результаты расчетов зависимости  $\Delta Z/Z$  от внешнего магнитного поля для пленки без слоя ФГ, с гелем без МНЧ ( $H_p=0$  Э) и для ФГ при различных значениях  $H_p$  представлены на Рисунке 5.8.

Результаты модельных расчетов качественно описывают наблюдавшиеся в эксперименте зависимости ГМИ отношения полного импеданса от поля при изменении концентрации магнитных наночастиц в ФГ: увеличение МИ при помещении на пленочную структуру гидрогеля; снижение МИ отклика с увеличением концентрации МНЧ; наибольшая чувствительность по определению МНЧ при частоте около 100 МГц, где МИ отклик максимален.

В разделе были представлены результаты экспериментов по детектированию модельных объектов, сшитых гидрогелей и феррогелей с различной концентрацией наночастиц маггемита при помощи многослойного магнитоимпедансного элемента  $[\text{Cu}(3 \text{ нм})/\text{FeNi}(100 \text{ нм})]_5/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{FeNi}(100 \text{ нм})/\text{Cu}(3 \text{ нм})]_5$  (N2 или R1). Экспериментально было установлено, что в то время, как присутствие гидрогелевого покрытия увеличивало ГМИ отклик элемента, поля рассеяния, создаваемые наночастицами в феррогеле, приводили к уменьшению магнитоимпедансного отклика по сравнению с откликом для гидрогелевого покрытия. Максимальная чувствительность обнаружения

магнитных наночастиц составила 1,3 %  $\Delta Z/Z$  на массовый процент концентрации магнитных наночастиц. Электродинамическая модель, разработанная на основе решения линеаризованных уравнений Максвелла и уравнения Ландау-Лифшица для динамики намагниченности, позволила обосновать чувствительность прототипа биодетектора с теоретической точки зрения.

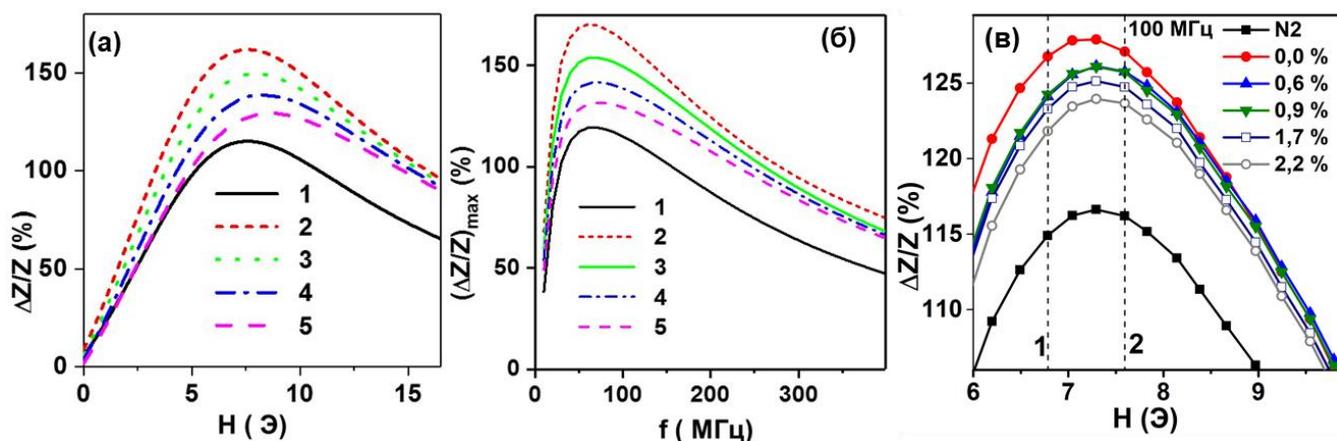


Рисунок 5.8 – Рассчитанная зависимость относительного изменения МИ от величины внешнего поля при частоте 100 МГц при различных значениях эффективного поля рассеяния  $H_p$ : 1 – пленка без геля или феррогеля; 2 –  $H_p=0$ ; 3 –  $H_p=0,25$  Э; 4 –  $H_p=0,5$  Э; 5 –  $H_p=0,75$  Э (а). Рассчитанная частотная зависимость максимального значения МИ отношения при различных значениях эффективного поля рассеяния  $H_p$  (б). Параметры, используемые для расчетов, одинаковы для частей (а) и (б). Экспериментальная полевая зависимость ГМИ отношения для структуры N2 без покрытия или со слоем феррогеля с различной концентрацией магнитных наночастиц (в).

## ВЫВОДЫ К ГЛАВЕ 5

Предложены, получены и исследованы прямоугольные пленочные элементы на основе пермаллоя с высоким магнитоимпедансным эффектом. Показано, что физические свойства позволяют использовать их в качестве чувствительных элементов специализированных детекторов слабых магнитных полей.

1. Установлены особенности магнитоимпедансного эффекта многослойных элементов с различным количеством магнитных слоев в условиях небольших статических нагрузок (до 40 Па), соответствующих работе детекторов давления. Сравнительный анализ структур на полимерных и стеклянных подложках показал, что чувствительность ГМИ отношения полного импеданса к внешнему давлению составила 6 %/Па в случае структуры на полимерной основе. Для структуры на подложке из стекла была достигнута бóльшая чувствительность  $S(\Delta Z/Z) = 12$  %/Па. Увеличение импеданса пленочных элементов трактовалось с точки зрения изменения вклада магнитоупругой энергии.

2. Разработан прототип магнитоимпедансного биосенсора с прямоугольным чувствительным элементом на основе пермаллоя. Анализ ГМИ откликов, измеренных с использованием слоя геля или феррогеля, имитирующего естественную ткань, позволил оценить величину полей рассеяния магнитных наночастиц оксида железа, входящих в состав феррогеля. Максимальная чувствительность обнаружения магнитных наночастиц составила 1,3 %  $\Delta Z/Z$  на массовый процент концентрации магнитных наночастиц. Электродинамическая модель, предложенная и разработанная соавторами-теоретиками, на основе решения линеаризованных уравнений Максвелла и уравнения Ландау-Лифшица для динамики намагниченности, позволила понять основы чувствительности прототипа биодетектора. Результаты модельных расчетов качественно описывают наблюдавшиеся в эксперименте.

Оригинальные результаты данной главы диссертации были опубликованы в работах [13-15] из списка публикаций и [3-4] из списка других публикаций в рецензируемых изданиях автора диссертационной работы.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе исследованы многослойные пленочные элементы на основе пермаллоя как с одинаковым, так и с различным количеством магнитных слоев до и после центрального слоя меди при наборе толщин магнитных слоев (25, 50, 100 и 170 нм). Сравнительно проанализирована связь между структурой, статическими и динамическими магнитными свойствами многослойных пленок в геометрии ГМИ-элементов  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}(500 \text{ нм})/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  от толщины и количества магнитных слоев, осажденных на стеклянные и гибкие полимерные основы. Проведены модельные эксперименты и показана возможность создания на основе данных элементов детекторов давления и биодетекторов.

### Основные выводы диссертационной работы

1. Установлены основные закономерности формирования гистерезисных свойств и магнитного импеданса (МИ) в наноструктурированных магнитных элементах типа  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_m$  и  $[\text{Ti}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ti}]_m$  в форме полосок, осажденных на стеклянные и гибкие полимерные подложки, с варьируемыми толщиной и количеством магнитных субслоев. Показано, что:

1) в элементах с  $n=m$  (симметричная структура) наибольшие значения МИ ( $\Delta Z/Z_{\max}$  около 200 %) реализуются в интервале толщин субслоев 50÷100 нм;

2) при  $m < n$  (несимметричная структура) имеет место монотонное понижение  $\Delta Z/Z_{\max}$  с уменьшением  $m$ , ввиду изменения особенностей магнитостатического взаимодействия и угла отклонения оси анизотропии;

3) симметричная структура и несимметричная структура, в которой  $m=n-1$ , могут иметь близкие значения максимальной чувствительности МИ при соответствующем подборе внешнего магнитного поля и частоты возбуждающего тока.

2. Показано, что уменьшение содержания Fe в магнитных субслоях Fe-Ni от 19 до 11 ат.% ведёт к снижению  $\Delta Z/Z_{\max}$  элементов с симметричной структурой на

подложках из стекла и циклоолефинового сополимера, что является следствием уменьшением динамической магнитной проницаемости и коррелирует с изменением поля ферромагнитного резонанса.

3. Найдено, что с ростом температуры в интервале 25-50°C в многослойных элементах наблюдается рост  $\Delta Z/Z_{\max}$ , который связан с релаксацией внутренних упругих напряжений и соответствующим ростом динамической магнитной проницаемости. В большей мере эффект термического воздействия выражен для элементов на стекле с симметричной структурой.

4. Впервые показана возможность протекания процесса низкотемпературной конденсации углерода и создания углеродного покрытия на поверхности пленочных элементов на основе пермаллоя и железа. Установлены особенности кинетики образования углеродного покрытия на поверхности плёнок указанных металлов. Найдено, что такая модификация расширяет область высокой МИ-чувствительности (рабочий интервал) элементов.

5. Дано качественное и количественное описание особенностей МИ в наструктурированных элементах, подвергнутых статическому механическому нагружению. В частности, показано, что при эффективном давлении на поверхность до 40 Па уменьшение величины  $\Delta Z/Z_{\max}$  достигает 6 %/Па для элементов на полимерной подложке и 12 %/Па для элементов на стеклянной подложке. Установленная закономерность связывается с изменением магнитоупругого вклада в магнитную анизотропию элементов и рассматривается в контексте применения МИ-элементов в датчиках давления.

6. Продемонстрирована возможность использования наноструктурированных плёночных элементов типа  $[\text{Cu}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}]_n/\text{Cu}/[\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Cu}]_n$  в качестве МИ-биосенсоров. На основе экспериментов с гелем и феррогелем, имитирующими живую ткань, оценена величина полей рассеяния магнитных наночастиц оксида железа, входящих в состав феррогеля, и определена максимальная чувствительность прототипа биодатчика – 1,3 %  $\Delta Z/Z_{\max}$  на массовый процент концентрации наночастиц.

## **Рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы**

Предложенный в рамках данной работы подход к созданию многослойных элементов на основе пермаллоя при осаждении на гибкие или жесткие основы и полученные результаты сравнительного анализа особенностей структуры, статических магнитных свойств и магнитоимпедансного эффекта, а также полученные конкретные характеристики для величины магнитоимпедансного отношения от внешних воздействий (величины давления, присутствия и концентрации магнитных наночастиц в гидрогеле) обеспечивают возможность использования элементов для создания высокочувствительных детекторов слабых магнитных полей и получения функциональных сред с заданными свойствами при эффективном использовании анизотропии формы и магнитоэлектростатического взаимодействия.

Исследованный процесс низкотемпературной конденсации углерода на поверхности пленок железа и пермаллоя можно рассматривать как простой с инструментальной точки зрения метод совершенствования магнитоимпедансных характеристик многослойных пленочных элементов на основе 3d металлов.

Следует отметить несколько возможных направлений дальнейших исследований, затрагивающих и фундаментальные, и прикладные аспекты. Представляется перспективным исследование магнитоимпедансных свойств элементов в более узком интервале толщин каждого магнитного слоя, включая структуры с неравными толщинами магнитных слоев. Высокие магнитоимпедансные свойства, полученные для структур с неравным количеством магнитных слоев над и под высокопроводящим, могут быть использованы для дальнейшего расширения рабочего диапазона датчиков слабых магнитных полей.

Полезным может быть создание модели пленочных структур методом конечных элементов, которая бы подтверждала результаты аналитической модели. Дополнительное исследование структурных и магнитных свойств необходимы в случае многослойных структур, полученных на подложках из

полимера, для уточнения как магнитострикционного вклада, так и особенностей динамического перемагничивания материала на полимерной основе.

Несмотря на то, что электродинамическая модель, разработанная на основе решения линеаризованных уравнений Максвелла и уравнения Ландау-Лифшица для динамики намагниченности соавторами-теоретиками, позволила понять основы чувствительности детектора полей рассеяния МНЧ в феррогелях, и результаты модельных расчетов качественно описали наблюдавшиеся в эксперименте, сравнение было возможно только для образцов феррогелей конкретной геометрии. Работу следует продолжить для образцов другой геометрии, опираясь на конкретные задачи регенеративной медицины и практической диагностики.

## **ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ**

АМР – анизотропное магнитосопротивление

АСМ – атомно-силовой микроскоп

ГМИ – гигантский магнитоимпедансный эффект

ГМС – эффект гигантского магнетосопротивления

ИЕНиМ – Институт естественных наук и математики

МИ – магнитный импеданс

МПЛ – микрополосковая линия передачи

МНЧ – магнитные наночастицы

МОКЕ – магнитооптический эффект Керра

ОЛН – ось легкого намагничивания

РИ – рабочий интервал

РСА – рентгеноструктурный анализ

РФС – рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия

РЭМ – растровый электронный микроскоп

СКВИД-магнитометр – магнитометр с преобразователем на основе сверхпроводящего квантового интерферометра

ФМР – ферромагнитный резонанс

EDX – энергодисперсионная спектроскопия

LTE – лазерное испарение мишени

RF – интервал радиочастот

SMA – тип коннектора, аббревиатура от «SubMiniature version A»

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Васьковский, В. О. Физика, технологии и техника магнитных материалов / В. О. Васьковский, Г. В. Курляндская, Н. В. Мушников, П. А. Савин, Ю. Н. Стародубцев // Учебное пособие. – Екатеринбург : УрГУ, 2010. – 247 с.
2. The 2017 magnetism roadmap / D. Sander [et. al.] // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2017. – Vol. 50. – P. 36300 (33 pp.).
3. Ong, K. G. Monitoring of bacteria growth using a wireless, remote query resonant-circuit sensor: application to environmental sensing / K. G. Ong, J. Wang, R. S. Singh, L. G. Bachas, C. A. Grimes // Biosensors and Bioelectronics. – 2001. – Vol. 16. – P. 305-312.
4. Kurlyandskaya, G. V. Surface modified amorphous ribbon based magnetoimpedance biosensor / G. V. Kurlyandskaya, V. Fal Miyar // Biosensors and Bioelectronics. – 2007. – Vol. 22. – P. 2341-2345.
5. Kurlyandskaya, G. V. 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, B. Ahamada, R. Barrue, A. V. Svalov, V. O. Vas'kovskiy // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2004. – Vol. 16. – P. 6561-6568.
6. Gupta, H. O. Magnetic properties and domain structure studies in dc triode-sputtered permalloy/carbon multilayer films / H. O. Gupta, H. Niedoba, L. J. Heyderman, I. Tomas, I. B. Puchalska, C. Sella // Journal of Applied Physics. – 1991. – Vol. 69, I. 8. – P. 4529-4531.
7. García-Arribas, A. GMI detection of magnetic-particle concentration in continuous flow / A. García-Arribas, F. Martinez, E. Fernandez, I. Ozaeta, G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, J. M. Barandiaran // Sensors and Actuators A: Physical. – 2011. – Vol. 172. – P. 103-108.
8. Kim, D. J. Nondestructive evaluation of reactor pressure vessel steels using the giant magnetoimpedance sensor / D. J. Kim, D. G. Park, J. H. Hong, Journal of Applied Physics. – 2002. – Vol. 91, I. 10. – P. 7421-7423.

9. Третьяков, Ю. Д. Методические разработки к курсу лекций «функциональные материалы» [Электронный ресурс] / Ю. Д. Третьяков // Московский государственный университет. – Режим доступа: [http://old.fnm.msu.ru/documents/23/funk\\_mater.pdf](http://old.fnm.msu.ru/documents/23/funk_mater.pdf)
10. Ландау, Л. Д. Электродинамика сплошных сред / Л. Д. Ландау, Е. М. Лифшиц. – Том VIII: Электродинамика сплошных сред. – М. : Наука, 1982. – С. 281-299.
11. Knobel, M. Giant magnetoimpedance / M. Knobel, M. Vazquez, L. Kraus; ed. K. H. J. Buschow. – Amsterdam: Elsevier, 2003. – Vol. 15. – P. 497-563. – (Handbook of Magnetic Materials).
12. Correa, M.A. Tailoring the magnetoimpedance effect of NiFe/Ag multilayer / M. A. Correa, F. Bohn, C. Chesman, R. B. da Silva, A. D. C. Viegas, R. L. Sommer // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2010. – Vol. 43. – P. 295004-295007.
13. Kurlyandskaya, G. V. FeNi-based magnetic layered nanostructures: Magnetic properties and giant magnetoimpedance / G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, J. M. Barandiaran // Journal of Applied Physics. – 2010. – Vol. 107, I. 9. – P. 09C502 (3 pp.).
14. Hamilton, J. C. Carbon segregation to single crystal surfaces of Pt, Pd and Co / J. C. Hamilton, J. M. Blakely // Surface Science. – 1980. – Vol. 91, I. 1. – P. 199-217.
15. Wintterlin, J. Graphene on metal surfaces / J. Wintterlin, M. - L. Bocquet // Surface Science. – 2009. – Vol. 603, I. 10-12. – P. 1841-1852.
16. Bozorth, R. M. The Permalloy Problem / R. M. Bozorth // Review of Modern Physics. – 1953. – Vol. 25. – P. 42-48.
17. Bonin, R. Dependence of magnetization dynamics on magnetostriction in NiFe alloys / R. Bonin, M. L. Schneider, T. J. Silva, J. P. Nibarger // Journal of Applied Physics. – 2005. – Vol. 98. – P. 123904 (8 pp.).
18. Harrison, E. P. Electrical properties of wires of high permeability / E. P. Harrison, G. L. Turney, H. Rowe // Nature. – 1935. – № 135. – P. 961.

19. Harrison, E.P. The electrical properties of high permeability wires carrying alternating current / E. P. Harrison, G. L. Turney, H. Rowe, H. Gollop // Proceedings of the Royal Society. – 1936. – Vol. 157, № 891. – P.451-479.
20. Makhotkin V.E., Shurukhin B.P., Lopatin V.A., Marchukov P. Yu., Levin Yu. K. Magnetic field sensors based on amorphous ribbons// Sensors and Actuators A.- 1991.- V.27.- P.759-762.
21. Датчик магнитного поля // Патент России № 2079147. 1997. / Безруков А. В., Левин Ю. К., Лопатин В. А., Махоткин В. Е., Шурухин Б. П.
22. Beach, R.S. Giant magnetic field dependent impedance of amorphous FeCoSiB wire / R. S. Beach, A. E. Berkowitz // Applied Physics Letters. – 1994. – Vol. 64. – P.3652-3654.
23. Panina, L.V. Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys // L. V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda // Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol. 76. – P. 6198-6203.
24. Machado, F. L. A. Giant ac magnetoresistance in the soft ferromagnet Co<sub>70.4</sub>Fe<sub>4.6</sub>Si<sub>15</sub>B<sub>10</sub> / Machado F.L.A., da Silva B.L., Rezende S.M., Martins C.S. // Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol. 75, I. 10. – P.6563-6565.
25. Rao, K. V. Very large magneto-impedance in amorphous soft ferromagnetic wires / K. V. Rao, F. B. Humphrey, J. L. Costa-Krämer // Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol.76. – P. 6204-6208.
26. Uchiyama, T. Recent advances of pico-Tesla resolution magneto-impedance sensor based on amorphous wire CMOS IC MI sensor / Uchiyama, T., Mohri, K., Honkura, Y., Panina, L.V. // IEEE Transactions on Magnetics. – 2012. – Vol. 48, I. 11. – Pages 3833-3839.
27. Baibich, M. N. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices / M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas // Physical Review Letters. – 1988. – Vol. 61, № 21. – P.2472-2475.

28. Grunberg, P. Layered magnetic-structures - evidence for antiferromagnetic coupling of fe layers across Cr interlayers / P. Grunberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, H. Sowers // *Physical Review Letters*. – 1986. – Vol. 57, I. 19. – P. 2442-2445.
29. Вонсовский, С. В. Магнетизм. Магнитные свойства диа-, пара-, ферро-, антиферро- и ферримагнетиков / С. В. Вонсовский. – М. : Наука: Главная редакция Физико-математической литературы, 1971. – 1032 с.
30. Kurlyandskaya, G. V. Very large magnetoimpedance effect in feconi ferromagnetic tubes with high order magnetic anisotropy / G. V. Kurlyandskaya, H. Yakabchuk, E. Kisker, N. G. Bebenin, H. García-Miquel, M. Vazquez, V. O. Vas'kovskiy // *Journal of Applied Physics*. – 2001. – Vol. 90. – P. 6280-6286.
31. Хандрих, К. Аморфные ферро- и ферримагнетики / К. Хандрих, С. Кобе; пер. с нем. – М. : Мир, 1982. – 293 с.
32. Masumoto. T. Production of Pd-Cu-Si amorphous wires by melt spinning method using rotating water / T. Masumoto, I. Ohnaka, A. Inoue, M. Hagiwara // *Scripta Metallurgica*. – 1981. – Vol. 15. – P.293-296.
33. Шупенев, А. Е. Развитие тонкопленочных технологий: от мыльных пузырей к современным технологиям [Электронный ресурс] / А. Е. Шупенев // *Молодежный научно-технический вестник*. – 2013. – №5. –Режим доступа: <http://sntbul.bmstu.ru/doc/568926.html>.
34. Технология тонких пленок: Справочник / А. Майссел, Р. Глэнг; пер. с англ. под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко. – М. : Советское радио: Редакция литературы по электронной технике, 1977. – с. 405-460. – т. 1.
35. Liang, C. Magnetic properties of FeNi-based thin film materials with different additives / C. Liang, C.P. Gooneratne, Q. X. Wang, Y. Liu, Y. Gianchandani, J. Kosel // *Biosensors*. – 2014. – Vol. 4, I. 3. – P. 189-203.
36. Thornton, J. A. Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings / J. A. Thornton // *Journal of Vacuum Science and Technology*. – 1974. – Vol. 11. – P. 666-670.

37. Svalov, A.V. Study of the effect of the deposition rate and seed layers on structure and magnetic properties of magnetron sputtered FeNi films / A. V. Svalov, B. González Asensio, A. A. Chlenova, P. A. Savin, A. Larranaga, J. M. Gonzalez, G.V. Kurlyandskaya // *Vacuum*. – 2015. – Vol. 119. – P. 245-249.
38. Nakatani, R. Changes in soft magnetic properties of fe and ni-fe films due to the dispersion angle of sputtered atoms / R. Nakatani, T. Kobayashi, S. Ootomo, N. Kumasaka // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 1987. – Vol. 26, I. 11 A, P. L1757-L1759.
39. Kelly, P. J. Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications / P. J. Kelly, R. D. Arnell // *Vacuum*. – 2000. – Vol. 56, I. 3. – P. 159-172.
40. Herzer, G. Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets / G. Herzer // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1990. – Vol. 26, I. 5. – P.1397-1402.
41. Тикадзуми, С. Физика ферромагнетизма. Магнитные характеристики и практические применения: пер. с японского. – М. : Мир, 1987. – 419 с.
42. Неель Л.Магнитная структура ферромагнетиков. Пер. с англ. – М. : ИЛ, 1959. –514 с.
43. Hoffmann, H. Quantitative calculation of the magnetic ripple of uniaxial thin permalloy films / H. Hoffmann // *Journal of Applied Physics*. – 1964. – Vol. 35, I. 6. – P. 1790-1798.
44. Kurlyandskaya, G. V. Stress-anneal-induced magnetic anisotropy in an amorphous alloy Fe<sub>3</sub>Co<sub>67</sub>Cr<sub>3</sub>Si<sub>15</sub>B<sub>12</sub> / G. V. Kurlyandskaya, N. V. Dmitrieva, A. P. Potapov, V. A. Lukshina, L. M. Voronova, I. V. Gervas'eva, N. G. Bebenin // *Physics of Metals and Metallography*. – 1997. – Vol. 83, №5. – P. 487-490.
45. Gardner, D. S. Review of on-chip inductor structures with magnetic films / D. S. Gardner, G. Schrom, F. Paillet, B. Jamieson, T. Karnik, S. Borka // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 2009. – Vol. 45, I. 10. – P. 4760-4766.

46. Glaser, A. A. Temperature dependence of the rotatory magnetic anisotropy in iron-nickel stripe films / A. A. Glaser, I. Yu. Konstantinova, A. P. Potapov, R. I. Tagirov // *Physics of Metals and Metallography*. – 1972. – Vol. 33, I. 5. – 43-48.
47. Мицек, А. И. Закрытое состояние тонких ферромагнитных пленок / А. И. Мицек, С. С. Семяников, А. С. Носков // *Физика Твердого Тела*. – 1970. – Т. 12, Вып. 9. – С. 2554-2564.
48. Fernandez, E. GMI in nanostructured FeNi/Ti multilayers with different thicknesses of the magnetic layers / E. Fernandez, A.V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, A. Garcia-Arribas, *IEEE Transactions on Magnetics*. – 2013. – Vol. 49, I. 1. – P. 18-21.
49. Vas'kovskij V. O. Sandwich magnetoresistive films based on 3d-transition metal alloys / V. O. Vas'kovskij, V. N. Lepalovskij, V. G. Muhchametov, Ju. M. Jarmoshenco // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1995. – Vol. 148. – P. 325-326.
50. Vas'kovskij V. O. Variety of interlayer coupling in sandwiches / V.O. Vas'kovskij, P.A. Savin, V.N. Lepalovskij // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1998. – Vol. 185. – P. 246-248.
51. Васьковский, В. О. Многоуровневое межслойное взаимодействие в слоистых пленочных структурах / В. О. Васьковский, П. А. Савин, В. Н. Лепаловский, А. А. Рязанцев // *Физика Твердого Тела*. – 1997. – Вып. 12. – С. 2191-2194.
52. Hellman, F. Interface-induced phenomena in magnetism / F. Hellman, A. Hoffmann, Y. Tserkovnyak, G. S. D. Beach, E. E. Fullerton, C. Leighton, A. H. Macdonald, D.C. Ralph, D.A. Arena, H. A. Dürr, P. Fischer, J. Grollier, J. P. Heremans, T. Jungwirth, A.V. Kimel, B. Koopmans, I.N. Krivorotov, S. J. May, A. K. Petford-Long, J. M. Rondinelli, N. Samarth, I.K. Schuller, A.N. Slavin, M.D. Stiles, O. Tchernyshyov, A. Thiaville, B.L. Zink // *Reviews of Modern Physics*. – 2017. – Vol. 89, I. 2. – P. 025006 (79 pp.).
53. Kowalewski M. The effect of Ta on the magnetic thickness of permalloy ( $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ ) films / M. Kowalewski, W.H. Butler, N. Moghadam, G. M. Stocks, T. C. Schulthess, K. J. Song, J. R. Thompson, A. S. Arrott, T. Zhu, J. Drewes, R. R. Katti,

- M. T. McClure, O. Escorcía // *Journal of Applied Physics*. – 2000. – Vol. 87, I. 9. – P. 5732-5734.
54. Panina, L.V. Magneto-impedance in multilayer films / L.V. Panina, K. Mohri // *Sensors and Actuators*. – 2000. – Vol. 81. – P. 71-77.
55. Kurlyandskaya, G.V. Magnetoimpedance of sandwiched films: experimental results and numerical calculations / G.V. Kurlyandskaya, J. L. Munoz J. M. Barandiaran, A. Garcia-Arribas, A. V. Svalov, V. O. Vas'kovskiy // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2002. – Vol. 242–245, P. 1. – P. 291-293.
56. Hubert A. *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures* / A. Hubert, R. Schafer. – Springer, 2008. – P. 719.
57. Компания Corning: сайт. Режим доступа: <https://www.corning.com/ru/ru.html> (дата обращения: 07.07.2020).
58. Shanglin, Y. Comparison of soft magnetic properties of Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> film with different substrates used for microfluxgate / Y. Shanglin, L. Shibin, G. Bo, F. Wenguan, H. Xiaowei // *Micro and Nano Letters*. – 2013. – Vol. 8, I. 10. – P. 602-605.
59. Guittoum, A. Structural, electrical and magnetic properties of evaporated permalloy thin films: Effect of substrate and thickness / A. Guittoum, A. Bourzami, A. Layadi, G. Schmerber // *The European Physical Journal Applied Physics*. – 2012. – Vol. 58, I. 2. – 20301(6 pp.).
60. Fernandez, E. High performance magnetoimpedance in FeNi/Ti nanostructured multilayers with opened magnetic flux / E. Fernández, A. V. Svalov, A. Garcia-Arribas, J. Feuchtwanger, J. M. Barandiaran, G. V. Kurlyandskaya // *Journal Of Nanoscience and Nanotechnology*. – 2012. – Vol. 12. – P. 7496-7500.
61. Shiryayev, A. O. Magnetic resonances and microwave permeability in thin Fe films on flexible polymer substrates / A. O. Shiryayev, 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.

62. Saito, N. A new type magnetic domain in negative magnetostriction Ni-Fe films / N. Saito, H. Fujiwara, Y. Sugita // Journal of the Physical Society of Japan. – 1964. – Vol. 19, № 7. – P. 1116-1125.
63. Endo, Y. Influence of Magnetostriction on Damping Constant of  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$  Film With Various Ni Concentrations (x) / Y. Endo, Y. Mitsuzuka, Y. Shimada, M. Yamaguchi // Journal of Applied Physics. – 2011. – Vol. 109. – P. 07D336 (3 pp.).
64. McGuire, T. R. Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys / T. R. McGuire, R. I. Potter // IEEE Transactions on Magnetics. – 1975. – Vol. MAG-11, I. 4. – P. 1018-1038.
65. Yelon, A. Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent / A. Yelon, D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu // Applied Physics Letters. – 1996. – Vol. 69, I. 20. – P. 3084-3085.
66. Salikhov, R. Enhanced spin-orbit coupling in tetragonally strained Fe-Co-B films / R. Salikhov, L. Reichel, B. Zingsem, R. Abrudan, A. Edström, D. Thonig, J. Ruzs, O. Eriksson, L. Schultz, S. Fahler, M. Farle, U. Wiedwald // Journal of physics: Condensed matter. – 2017. – V. 29, I. 275802. – P. 1-9.
67. Farle, M. Ferromagnetic resonance of ultrathin metallic layers / M. Farle // Reports on Progress in Physics. – 1998. – Vol. 61, N. 7. – P. 755-826.
68. Chlenova, A. A. Magnetoimpedance effect in the FeNi/Ti-based multilayered structure: A pressure sensor prototype / A. A. Chlenova, G. Yu. Melnikov, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // AIP: Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1767. – P. 020004 (5 pp.).
69. Getman, A. Static and dynamic magnetic properties of Fe films / A. Getman, A. Sivov, N. S. Perov, I. T. Iakubov, K. N. Rozanov, I. A. Ryzhikov, S. N. Starostenko // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2004. – Vol. 272–276. – P. e909–e910.
70. Beketov, I. V. In situ modification of Fe and Ni magnetic nanopowders produced by the electrical explosion of wire / I. V. Beketov, A. P. Safronov, A. V. Bagazeev, A.

- Larrañaga, G. V. Kurlyandskaya, A. I. Medvedev // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2013. – Vol. 586, S. 1. – P. 483-488.
71. Safronov, A. P. Carbon deposition from aromatic solvents onto active intact 3d metal surface at ambient conditions / A. P. Safronov, G. V. Kurlyandskaya, A. A. Chlenova, M. V. Kuznetsov, D. N. Bazhin, I. V. Beketov, M. B. Sanchez-Illarduya, A. Martinez-Amesti // *Langmuir*. – 2014. – Vol. 30. – P. 3243-3253.
72. Glaser, R. *Biophysics* / R. Glaser. – Heidelberg: Springer Verlag, 1999. – P. 407.
73. Baselt, D.R. A biosensor based on magnetoresistance technology / D. R. Baselt, G. U. Lee, M. Natesan, S.W. Metzger, P. E. Sheehan, R. J. Colton // *Biosensors and Bioelectronics*. – 1998. – Vol. 13. – P. 731-739.
74. Grossman, J. H. Nanotechnology in cancer medicine / J. H. Grossman, S. E. McNeil // *Physics Today*. – 2012. – Vol. 65, I. 8. – P. 38-42.
75. Kurlyandskaya, G.V. Nanoparticles for magnetic biosensing systems / G. V. Kurlyandskaya, Iu. P. Novoselova, V. V. Schupletsova, R. Andrade, N. A. Dunec, L. S. Litvinova, A. P. Safronov, K. A. Yurova, N. A. Kulesh, , A. N. Dzyuman, I. A. Khlusov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2017. – Vol. 431. – P. 249-254.
76. Devkota, J. Synthesis, inductive heating, and magnetoimpedance-based detection of multifunctional Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoconjugates / J. Devkota, M. T. Trang, K. Stojak, P. T. Ha, H. N. Pham, T. L. Ngo, N. X. Phuc, P. Mukherjee, H. Srikanth, M. H. Phan // *Sensors and Actuators B: Chemical*. – 2014. – Vol. 190. – P. 715-722.
77. Wang, T. Magnetic impedance biosensor: a review / T. Wang, Y. Zhou, Ch. Lei, J. Luo, Sh. Xie, H. Pu // *Biosensors and Bioelectronics*. – 2017. – Vol. 90. – P. 418-435.
78. Huang, S. Sequential detection of salmonella typhimurium and bacillus anthracis spores using magnetoelastic biosensors / S. Huang, H. Yang, R. S. Lakshmanan, M. L. Johnson, J. Wan, I.-H. Chen, H. C. Wickle, V. A. Petrenko, J. M. Barbaree, B. A. Chin // *Biosensors and Bioelectronics*. – 2009. – Vol. 24. – P. 1730-1736.

79. Blanc-Beguín, F., Cytotoxicity and GMI bio-sensor detection of maghemite nanoparticles internalized into cells / F. Blanc-Béguin, S. Nabily, J. Gieraltowski, A. Turzo, S. Querellou, P. Y. Salaun // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2009. – Vol. 321. – P. 192-197.
80. Yang, H. Giant magnetoimpedance-based microchannel system for quick and parallel genotyping of human papilloma virus type 16/18 / H. Yang, L. Chen, C. Lei, J. Zhang, D. Li, Z. M. Zhou, C. C. Bao, H. Y. Hu, X. Chen, F. Cui, S. X. Zhang, Y. Zhou, D. X. Cui // *Applied Physics Letters*. – 2010. – Vol. 97. – P. 043702 (3 pp.).
81. Kurlyandskaya, G. Magnetic Dynabeads® detection by sensitive element based on giant magnetoimpedance / G. Kurlyandskaya, V. Levit // *Biosensors and Bioelectronics*. – 2005. – Vol. 20. – P. 611-616.
82. Wong, J. Direct force measurements of the streptavidin–biotin interaction / J. Wong, A. Chilkoti, V. T. Moy // *Biomolecular Engineering*. – 1999. – Vol. 16. – P. 45-55.
83. Kurlyandskaya, G.V. Giant magnetoimpedance biosensor for ferrogel detection: Model system to evaluate properties of natural tissue / G. V. Kurlyandskaya, E. Fernandez, A. P. Safronov, A. V. Svalov, I. Beketov, A. Burgoa Beitia, A. Garcia-Arribas, F. A. Blyakhman // *Applied Physics Letters*. – Vol. 106. – P. 193702 (5 pp.).
84. Safronov, A.P. Polyacrylamide ferrogels with magnetite or strontium hexaferrite: Next step in the development of soft biomimetic matter for biosensor applications / A. P. Safronov, E. A. Mikhnevich, Z. Lotfollahi, F. A. Blyakhman, T. F. Sklyar, A. Larrañaga Varga, A. I. Medvedev, S. Fernández Armas, G. V. Kurlyandskaya // *Sensors*. – 2018. – Vol. 18. – P. 257 (24 pp.).
85. Компания Zeon: сайт. Режим доступа: [http://www.zeon.co.jp/business\\_e/enterprise/speplast/speplast2.html](http://www.zeon.co.jp/business_e/enterprise/speplast/speplast2.html) (дата обращения 20.12.2020).

86. Гришечкин, М. И. Влияние тонких прослоек меди на свойства плёнок Ni-Fe / М. И. Гришечкин, Ю. А. Дурасова, Р. В. Телеснин. – Иркутск: Физика магнитных плёнок, – 1968. – С.201-206.
87. Компания Aist-Nt: сайт. Режим доступа: <http://www.aist-nt.com/products/smartsptm-1000> (дата обращения: 07.07.2020).
88. Уэндландт, У. Термические методы анализа / У. Уэндландт. – М. : Мир, 1978. - С. 145-209.
89. Rave, W. Quantitative observation of magnetic domains with the magneto-optical Kerr effect / W. Rave, R. Schafer, A. Hubert // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1987. – Vol. 65, № 1. – P. 7-14.
90. Савин П.А., Доменная структура и магнитные свойства пленок на основе Fe, Co, Ni, предназначенных для магниторезистивных элементов: автореф. канд. физ. Наук / УрГУ. – Свердловск, 1975. – 20 с.
91. 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.
92. Атабеков, Г.И. Теоретические основы электротехники. Линейные электрические цепи: Учебное пособие / Г. И. Атабеков. – 7-е изд., стер. – СПб. : Издательство «Лань», 2009. – 592 с.
93. Баскаков, С. И. Электродинамика и распространение радиоволн: Учеб. Пособие для вузов по спец. «Радиодотехника» / С. И. Баскаков. – М. : Высш. шк., 1992. – С. 201-218.
94. Волчков, С. О. Автоматизация измерительного комплекса магнитоимпедансной спектроскопии, адаптированного для исследований широкого класса магнитных структур с наведенной магнитной анизотропией / С. О. Волчков, А. Е. Духан, Е. И. Духан // Научное приборостроение. – 2013. – Т. 23, Вып. 4. – С. 112-118.

95. Bhagat, S. M. Ferromagnetic Resonance: Material characterisation / S. M. Bhagat; ed. R. E. Whan. – 9th ed. –Metals Park, Ohio: American Society of Metals, 1986. – Vol. 10. – P. 267-276 (Metals Handbook).
96. Vazhenina, I. G. Spin-wave resonance in chemically deposited fe-ni films: measuring the spin-wave stiffness and surface anisotropy constant / I. G. Vazhenina, R. S. Iskhakov, L. A. Chekanova // Physics of the Solid State. – 2018. – Vol. 60, I. 2. – P. 292-298.
97. Patil, S. I. Ferromagnetic resonance in Ni–Mn–Ga films / S. I. Patil, Deng Tan, S. E. Lofland, S. M. Bhagat, I. Takeuchi, O. Famodu, J. C. Read, K.-S. Chang, C. Craciunescu, M. Wuttig // Applied Physics Letters. – 2002. – Vol. 81, No. 7. – P. 1279-1281.
98. Семиров, А.В. Автоматизированный измерительный комплекс магнитоимпедансной спектроскопии магнитомягких материалов / А.В. Семиров, А. А. Моисеев, Д.А. Букреев, В.О. Кудрявцев, А.А. Гаврилюк, Г.В. Захаров, М.С. Деревянко // Научное приборостроение. – 2010. – Вып. 20, № 2. – С. 42-45.
99. Buznikov, N. A. Modelling of magnetoimpedance response of thin film sensitive element in the presence of ferrogel: Next step toward development of biosensor for in-tissue embedded magnetic nanoparticles detection / N. A. Buznikov, A. P. Safronov, I. Orue, E. V. Golubeva, V. N. Lepalovskij, A. V. Svalov, A. A. Chlenova, G. V. Kurlyandskaya // Biosensors and Bioelectronics. – 2018. – Vol. 117. – P. 366-372.
100. Svalov, A. V. Structure and magnetic properties of thin permalloy films near the “transcritical” state / 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. – V. 46, I. 2. – P. 333-336.
101. Safronov, A. P. Spherical magnetic nanoparticles fabricated by lasertar get evaporation / A. P. Safronov, I. V. Beketov, S. V. Komogortsev, G. V.

- Kurlyandskaya, A. I. Medvedev, D. V. Leiman, A. Larranaga, S. M. Bhagat // American Institute of Physics Advances. – 2013. – Vol. 3. – 052135 (18 pp.).
102. Арест-Якубович, А. А. Галогензамещенные углеводородов // Химическая энциклопедия: в 5 т. / А. А. Арест-Якубович, И. Л. Кнунянц. – М. : Большая Российская энциклопедия, 1992. – Т. 3: Меди–Полимерные. – С. 637–638.
103. Kraus, L. Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy with uniaxial magnetic anisotropy / L. Kraus // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – Vol. 195, I. 3. – P. 764-778.
104. De Cos, D. Longitudinal and transverse magnetoimpedance in FeNi/Cu/FeNi multilayers with longitudinal and transverse anisotropy / D. de Cos, J. M. Barandiarán, A. García-Arribas, V. O. Vas'kovskiy, and G. V. Kurlyandskaya // IEEE Transactions on Magnetics. – 2008. – Vol. 44, I. 11. – P. 3863-3866.
105. Антонов, А. С. Асимметричный магнитоимпеданс в двухфазных ферромагнитных пленочных структурах / А. С. Антонов, Н. А. Бузников // Письма в Журнал технической физики. – 2016. – Т. 42, № 15. – С. 86-94.
106. Volchkov, S.O. Modelling of thin film magnetoimpedance sensitive element designed for biodetection / S. O. Volchkov, A. A. Chlenova, V. N. Lepalovskij // EPJ: Web of Conferences. – 2018. – Vol. 185. – P. 10005 (4 pp.).
107. Антонов, А. С. Гигантский магнитоимпеданс в аморфных и нанокристаллических мультислоях / А. С. Антонов, С. Н. Гадецкий, А. Б. Грановский, А. Л. Дьячков, В. П. Парамонов, Н. С. Перов, А. Ф. Прокошин, Н. А. Усов, А. Н. Лагарьков // Физика металлов и металловедение. – 1997. – Т. 83, № 6. – С. 61-71.
108. Членова, А. А. Гигантский магнитный импеданс многослойных пленочных структур с особенностями симметрии / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, В. Н. Лепаловский, А. В. Свалов // Сварка и диагностика 2014: сборник докладов международного форума. – Екатеринбург: УрФУ, 2015. – С. 208-213.

109. Членова, А. А. Асимметричные многослойные пленочные элементы для магнитного детектирования / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, А. В. Свалов // Сварка и диагностика 2015: сборник докладов международного форума. – Екатеринбург: УрФУ, 2015. – С. 373-378.
110. Buznikov, N. A. Magnetoimpedance in symmetric and non-symmetric nanostructured multilayers: a theoretical study / N. A. Buznikov, G. V. Kurlyandskaya // Sensors. – 2019. – Vol. 19. – 1761 (14 pp.).
111. Gong, H. Highly oriented NiFe soft magnetic films on Si substrates / H. Gong, M. Rao, D. E. Laughlin, D. N. Lambeth // Journal of Applied Physics. – 1999. – Vol. 85, I. 8 II B. – P. 5750-5752.
112. Agra, K. Dynamic magnetic behavior in non-magnetostrictive multilayered films grown on glass and flexible substrates / K. Agra, T. J. A. Mori, L. S. Dorneles, V. M. Escobar, U. C. Silva, C. Chesman, F. Bohn, M. A. Correa // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2014. – Vol. 355. – P. 136-141
113. Щербинин, С.В. Система измерения высокочастотных параметров магнитных тонких пленочных структур на базе векторного анализатора цепей ZVA-67 / С. В. Щербинин, С. О. Волчков, В. Н. Лепаловский, А. А. Членова, Г. В. Курляндская // Дефектоскопия. – 2017. – № 3. – С. 41-49.
114. Chlenova, A. A.  $Fe_xNi_{100-x}$  Thin film systems with slight deviations from zero magnetostriction compositions: focus on pressure sensor applications / A. A. Chlenova, I. P. Novoselova, R. Salikhov, M. Farle, V. N. Lepalovskij, G. J. Totoricaguena, G. V. Kurlyandskaya // Key Engineering Materials. – 2019. – Vol. 826. – P. 11-18.
115. Sugita, Y. Critical thickness and perpendicular anisotropy of evaporated permalloy films with stripe domains / Y. Sugita, H. Fujiwara, T. Sato // Applied Physics Letters. – 1967. – Vol. 10. – P. 229-231.
116. Swartzendruber, L. J. Phase diagrams of binary iron alloys / L. J. Swartzendruber, V. P. Itkin, C. B. Alcock; ed. H. Okamoto. – Ohio: ASM International, 1993. – P. 340-361.

117. Imamura, N. Determination of exchange stiffness constant of permalloy thin films by a pulse switching technique / N. Imamura, S. Chikazumi // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1968. – Vol. 24. – P. 648.
118. Chlenova, A. A. Magnetoimpedance effect in multilayered permalloy structure with different magnetostriction: Small-pressure sensor / A. A. Chlenova, V. N. Lepalovsky, V. O. Vas'kovskiy, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // *AIP: Conference Proceedings*. – 2017. – Vol. 1886. – P. 020005 (6 pp.).
119. Li, B. Flexible magnetoimpedance sensor / B. Li, M. N. Kavaldzhiev, J. Kosel // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2015. – Vol. 378. – P. 499-505.
120. Членова, А. А. Особенности гигантского магнитоимпедансного эффекта в пленочных структурах на основе пермаллоя в интервале температур, важных для практических приложений / А. А. Членова, А. А. Моисеев, М. С. Дервянко, А. В. Семиров, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // *Журнал технической физики*. – 2018. – Т. 88, Вып. 1. – С. 69-74.
121. Sommer, R. L. Role of magnetic anisotropy in the magnetoimpedance effect in amorphous alloys / R. L. Sommer and C. L. Chien // *Applied Physics Letters*. – 1995. – Vol. 67. – P. 857-859.
122. Cho, W.-S. Incremental permeability and magnetoimpedance effect in mumetal film annealed by using rapid temperature annealing technique / W.-S. Cho, H. Lee, C.-O. Kim // *Thin Solid Films*. – 2000. – Vol. 375. – P. 51-54.
123. Phan, M. H. Effect of annealing temperature on permeability and giant magnetoimpedance of Fe-based amorphous ribbonet / M. H. Phan, H. X. Peng, M. R. Wisnom, S. C. Yu, C. G. Kim, N. H. Nghi // *Sensors and Actuators A*. – 2006. – Vol. 129. – P. 62-65.
124. Nishibe, Y. Thin film magnetic field sensor utilizing magneto impedance effect / Y. Nishibe, H. Yamadera, N. Ohta, K. Tsukada, Y. Nonomura // *Sensors and actuators A: physical*. – 2000. – Vol. 82, I. 1–3. – P.155-160.
125. Katada, H. High mobility of surface atoms and induced uniaxial anisotropy in very thin permalloy films / H. Katada, T. Shimatsu, H. Watanabe, I. Watanabe, H.

- Muraoka, Y. Nakamura, Y. Sugita // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 2002. – Vol. 38, I. 5. – 2664-2666.
126. Tsunashima, S. Annealing behavior of as-deposited permalloy / S. Tsunashima, T. Fujii, S. Uchiyama // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 1975. – Vol. 14, I. 10. – P. 1501-1506.
127. Uchiyama, S. Isothermal annealing behavior of zero-magnetostrictive permalloy films I theoretical / S. Uchiyama, M. Takayasu, T. Fujii // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1974. – Vol. 10, I. 3. – P. 548-551.
128. Volchkov, S. O. Temperature dependence of magnetoimpedance in FeNi/Cu/FeNi film structures with different geometries / S. O. Volchkov, D. A. Bukreev, V. N. Lepalovskij, A. V. Semirov, G. V. Kurlyandskaya // *Solid State Phenomena*. – 2010. – Vols. 168-169. – P. 292-295.
129. Cortes, M. High aspect ratio magnetoimpedance sensors fabricated by micromolding / M. Cortes, T. Peng, M. Woytasik, J. Moulin // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 2015. – Vol. 51, № 1. – P. 4000804 (4 pp.).
130. Chlenova, A. A. Permalloy-based thin film structures: magnetic properties and the giant magnetoimpedance effect in the temperature range important for biomedical applications / A. A. Chlenova, A. A. Moiseev, M. S. Derevyanko, A. V. Semirov, V. N. Lepalovsky, G. V. Kurlyandskaya // *Sensors*. – 2017. – Vol. 17, I. 8. – P. 1900 (12 pp.).
131. Членова, А.А. Исследование особенностей низкотемпературного осаждения углеродных покрытий на поверхность пленок пермаллоя в нормальных условиях при взаимодействии с ароматическими сольвентами / А. А. Членова, А. В. Свалов, С. Н. Шевырталов, К. А. Чичай, В. В. Родионова, Г. В. Курляндская // *Известия высших учебных заведений. Физика*. – 2017. – Т. 60, № 1. – С. 134-139.
132. Chlenova, A. A. Surface modification of thin iron films in aromatic solvents at ambient conditions / A. A. Chlenova, S. Fernandez Armas, G. V. Kurlyandskaya, A.

- P. Safronov, A. Larrañaga, I. Zalbidea Arechaga, V. N. Lepalovskij // *Solid State Phenomena*. – 2015. – Vol. 233-234. – P. 657-661.
133. Safronov, A. P. Active surface modification for iron nanopowders produced by wire electrical explosion / A. P. Safronov, A. V. Bagazeev, T. M. Demina, A. V. Petrov, I. V. Beketov // *Nanotechnologies in Russia*. – 2012. – Vol. 7, I. 83. – P. 268–275.
134. Kotov, Yu. A. Electric explosion of wires as a method for preparation of nanopowders / Yu. Kotov // *Journal of Nanoparticle Research*. – 2003. – Vol. 5. – P. 539-550.
135. Garcia-Arribas, A. Tailoring the magnetic anisotropy of thin film permalloy microstrips by combined shape and induced anisotropies / A. Garcia-Arribas, E. Fernandez, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, A. Barrainkua, D. Navas, J. M. Barandiaran // *European Physical Journal B*. – 2013. – Vol. 86. – P. 136 (7 pp.).
136. Makhnovskiy, D. P. Effect of induced anisotropy on magnetoimpedance characteristics in NiFe/Au/NiFe sandwich thin films / D. P. Makhnovskiy, N. Fry, L. V. Panina, D. J. Mapps // *Journal of Applied Physics*. – 2004. – Vol. 96. – P. 2150-2158.
137. Kurlyandskaya, G. V. Nanostructured materials for magnetic biosensing / G.V. Kurlyandskaya, D. S. Portnov, I. V. Beketov, A. Larrañaga, A. P. Safronov, I. Orued, A. I. Medvedev, A. A. Chlenova // *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - General Subjects*. – 2017. – Vol. 1861, I. 6. – P. 1494-1506.
138. Членова, А. А. Детектирование совокупных полей рассеяния наночастиц феррогелей с помощью прототипа магнитоимпедансного датчика: Модельные представления и эксперимент / А. А. Членова, Н. А. Бузников, А. П. Сафронов, Е. В. Голубева, В. Н. Лепаловский, Г. Ю. Мельников, Г. В. Курляндская // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2019. – Т. 83, Вып. 7. – С. 906-908.

## СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА

Публикации по теме диссертации, индексируемые в международных базах данных WoS, Scopus и входящие в список ВАК:

1. Chlenova, A. A. Demagnetization processes in multilayered permalloy-based film structures / 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.
2. Kurlyandskaya, G. V. Nanostructured magnetoimpedance multilayers with different thickness of FeNi components / G. V. Kurlyandskaya, A. A. Chlenova, S. O. Volchkov, V. N. Lepalovskij, R. El Kammouni // *Solid State Phenomena*. – 2014. – Vol. 215. – P. 342-347.
3. Kurlyandskaya, G. V. FeNi-based flat magnetoimpedance nanostructures with open magnetic flux: New topological approaches / G. V. Kurlyandskaya, A. A. Chlenova, E. Fernandez, K. J. Lodewijk // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2015. – Vol. 383. – P. 220-225.
4. Chlenova, A. A. Magnetoimpedance of FeNi-based asymmetric sensitive elements / A. A. Chlenova, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, S. O. Volchkov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2016. – Vol. 415. – P. 87-90.
5. Chlenova, A. A. Magnetoimpedance effect in the FeNi/Ti-based multilayered structure: A pressure sensor prototype / A. A. Chlenova, G. Yu. Melnikov, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // *AIP: Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1767. – P. 020004 (5 pp.).
6. Chlenova, A. A. Peculiarities of the giant magnetoimpedance in permalloy-based film structures in the important temperature range for practical applications / A. A. Moiseev, M. S. Derevyanko, A. V. Semirov, V. N. Lepalovskij, G. V. Kurlyandskaya // *Technical Physics*. – 2018. – Vol. 63. – P. 67-72.
7. Chlenova, A. A. Magnetoimpedance effect in multilayered permalloy structure with different magnetostriction: Small-pressure sensor / A. A. Chlenova, V. N.

Lepalovsky, V. O. Vas'kovskiy, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // AIP: Conference Proceedings. – 2017. – Vol. 1886. – P. 020005 (6 pp.).

8. Chlenova, A. A.  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  thin film systems with slight deviations from zero magnetostriction compositions: focus on pressure sensor applications / A. A. Chlenova, I. P. Novoselova, R. Salikhov, M. Farle, V. N. Lepalovskij, G. J. Totoricaguena, G. V. Kurlyandskaya // Key Engineering Materials. – 2019. – Vol. 826. – P. 11-18.

9. Chlenova, A. A. Magnetic properties of thin films  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{100-x}$  ( $x = 20, 17, 15\%$ ): focus on high frequency sensor applications / A. A. Chlenova, E. V. Golubeva, Yu P. Novoselova, R. I. Salikhov, V. N. Lepalovskii, G. V. Kurlyandskaya // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – Vol. 11, I. 1. – P. 223-231.

10. Safronov, A. P. Carbon deposition from aromatic solvents onto active intact 3d metal surface at ambient conditions / A. P. Safronov, G. V. Kurlyandskaya, A. A. Chlenova, M. V. Kuznetsov, D. N. Bazhin, I. V. Beketov, M. B. Sanchez-Ilarduya, A. Martinez-Amesti // Langmuir. – 2014. – Vol. 30. – P. 3243-3253.

11. Chlenova, A. A. Surface modification of thin iron films in aromatic solvents at ambient conditions / A. A. Chlenova, S. Fernandez Armas, G. V. Kurlyandskaya, A. P. Safronov, A. Larrañaga, I. Zalbidea Arechaga, V. N. Lepalovskij // Solid State Phenomena. – 2015. – Vol. 233-234. – P. 657-661.

12. Chlenova, A. A. Investigation of the special features of low-temperature carbon coating deposition on the permalloy film surface under normal conditions during interaction with aromatic solvents / A. A. Chlenova, A. V. Svalov, S. N. Shevyrtalov, K. A. Chichai, V. V. Rodionova, G. V. Kurlyandskaya // Russian Physics Journal. – 2017. – Vol. 60, № 1. – P. 157-162.

13. Kurlyandskaya, G. V. Nanostructured materials for magnetic biosensing / G.V. Kurlyandskaya, D. S. Portnov, I. V. Beketov, A. Larrañaga, A. P. Safronov, I. Orued, A. I. Medvedev, A. A. Chlenova // Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - General Subjects. – 2017. – Vol. 1861, I. 6. – P. 1494-1506.

14. Buznikov, N. A. Modelling of magnetoimpedance response of thin film sensitive element in the presence of ferrogel: Next step toward development of biosensor for in-

tissue embedded magnetic nanoparticles detection / N. A. Buznikov, A. P. Safronov, I. Orue, E. V. Golubeva, V. N. Lepalovskij, A. V. Svalov, A. A. Chlenova, G. V. Kurlyandskaya // Biosensors and Bioelectronics. – 2018. – Vol. 117. – P. 366-372.

15. Chlenova, A. A. Detecting the total stray fields of ferrogel nanoparticles using a prototype magnetoimpedance sensor: modeling and experiment / 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. – Т.83, Вып. 7. – С. 906-908.

### **Другие публикации в рецензируемых изданиях:**

1. Членова, А. А. Асимметричные многослойные пленочные элементы для магнитного детектирования / А. А.Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, А. В. Свалов // Сварка и диагностика 2015: сборник докладов международного форума. – Екатеринбург: УрФУ, 2015. – С. 373-378.

2. Членова, А. А. Гигантский магнитный импеданс многослойных пленочных структур с особенностями симметрии / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, В. Н. Лепаловский, А. В.Свалов // Сварка и диагностика 2014: сборник докладов международного форума. – Екатеринбург: УрФУ, 2015. – С. 208-213.

3. Голубева, Е. В. Феррогели – модельная система для создания тонкопленочного чувствительного элемента магнитоимпедансного биосенсора / Е. В. Голубева, А. А. Членова, А. П. Сафронов, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения: Материалы III Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов [электронный ресурс], Екатеринбург, 3-5 апреля 2018 г. – Екатеринбург: Изд-во УГМУ, 2018. – Том 1. – С. 195-199.

4. Волчков, С. О. Модельное описание динамического поведения феррожидкости в канале: детектирование с помощью магнитоимпедансного датчика слабых полей / С. О. Волчков, А. А. Членова, Г. В. Курляндская // Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения:

Материалы III Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов [электронный ресурс], Екатеринбург, 3-5 апреля 2018 г. – Екатеринбург: Изд-во УГМУ, 2018. – Том 1. – С. 190-194.

**Материалы и тезисы конференций по теме диссертации:**

1. Chlenova, A. A. Nanostructured magnetoimpedance multilayers with different thickness of FeNi components / A. A. Chlenova, G. V. Kurlyandskaya, S. O. Volchkov, V. N. Lepalovskij, R. El Kammouni // V Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism": Nanomagnetism (EASTMAG-2013): Abstracts. – Vladivostok, Directorate of publishing activities of Far Eastern University, 2013. – P. 81.
2. Членова, А.А. Симметричные  $[\text{FeNi/Cu}]_x\text{FeNi/Cu}/[\text{FeNi/Cu}]_x\text{FeNi}$  ГМИ наноструктуры с различной толщиной магнитных слоев / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, В. Н. Лепаловский, С. О. Волчков // VII Всероссийская научно-техническая конференция (г. Екатеринбург, 11-15 ноября 2013 г.): сборник тезисов докладов. – Екатеринбург: УрФУ, 2013. – С. 4.
3. Членова, А.А. Симметричные  $[\text{FeNi/Cu}]_x\text{FeNi/Cu}/[\text{FeNi/Cu}]_x\text{FeNi}$  ГМИ наноструктуры с различной толщиной магнитных слоев / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, В. Н. Лепаловский, С. О. Волчков // XIV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния: Тезисы докладов. – Екатеринбург: ИФМ, 2013. – С. 115.
4. Членова, А.А. Модификация поверхности металлов в ароматических сольвентах в нормальных условиях: фокус на сенсорные приложения / А. А. Членова, А. П. Сафронов, В. Н. Лепаловский, П. А. Савин, Г. В. Курляндская, Arechaga Zalbidea // XXIV Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии»: Тезисы докладов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. – С. 303-304.
5. Chlenova, A. A. Surface modified nanostructured magnetoimpedance multilayers / A. A. Chlenova, G. V. Kurlyandskaya, A. P. Safronov, V. N. Lepalovskij, A.

Martinez-Amesti // Abstracts of 6th Baikal International Conference. – Irkutsk: Publishing of Irkutsk State University, 2014. – P. 148.

6. Chlenova A. A. Surface modification of thin iron films in aromatic solvents at ambient conditions / A. A. Chlenova, G. V. Kurlyandskaya, A. P. Safronov, A. Larranaga, S. Fernandez Armas, I. Zalbidea Arechaga, V. N. Lepalovskij // Moscow International Symposium on Magnetism: Book of abstracts. – Moscow, 2014. – P. 769.

7. Членова А. А. Аттестация пленочных наноструктур на основе FeNi/Cu компонент с высоким магнито-импедансным эффектом / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, В. Н. Лепаловский // XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния: Тезисы докладов. – Екатеринбург: ИФМ, 2014. – С. 201.

8. Членова А. А. Гигантский магнитный импеданс многослойных пленочных структур с особенностями симметрии / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, С. О. Волчков, В. Н. Лепаловский, А. В. Свалов // XXVII Уральская конференция «Физические методы неразрушающего контроля (Янусовские чтения)»: Тезисы докладов. – Екатеринбург: УрФУ, 2014. – С. 208.

9. Членова, А. А. Влияние буферного слоя на структуру и магнитные свойства тонких пленок FeNi / А. А. Членова, Г. В. Курляндская, П. А. Савин // XXV Российская молодежная научная конференция «Проблемы теоретической и экспериментальной химии», 22-24 апреля 2015: Тезисы докладов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2015. – С. 315.

10. Членова, А. А. Конденсация углерода на пленках пермаллоя в ароматических сольвентах при нормальных условиях / А. А. Членова, С. Н. Шевырталов, К. А. Чичай // XVI Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния: Тезисы докладов. – Екатеринбург: ИФМ, 2015. – С. 131.

11. Членова, А. А. Магнитоимпедансные пленочные структуры на гибких основах / А. А. Членова, Г. Ю. Мельников, А. В. Свалов, Г. В. Курляндская // Проблемы теоретической и экспериментальной химии: тез. докл. XXVI Рос.

молодеж. науч. конф., Екатеринбург, 27-29 апреля 2016 г. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2016. – С. 353.

12. Членова, А. А. Особенности магнитных свойств и магнитоимпеданса пленочных структур / А. А. Членова, Г. В. Курляднская, А. В. Свалов // IV Конкурс научных работ студентов Института Естественных наук (18-21 апреля 2016 г.). – г. Екатеринбург : УрФУ, 2016. – С. 64.

13. Chlenova A. A. Structure and magnetic properties of magnetron sputtered permalloy films prepared at different deposition rates and for selected buffer layers / A. A. Chlenova, A. V. Svalov, P. A. Savin, A. Larranaga, G. V. Kurlyandskaya // III Международная конференция «Физика. Технологии. Инновации», 16-20 мая 2016 г., сборник тезисов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2016. – С. 134.

14. Chlenova A. A. Magnetoimpedance and magnetic properties of soft magnetic CoFeNiCrSiB amorphous ribbons in different states / A. A. Chlenova, R. El Kammouni, E. A. Stepanova // VI Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism" (EASTMAG-2016): Abstracts. – Krasnoyarsk, Kirensky Institute of Physics, Russian Academy of Sciences, Siberian Branch, 2016 – P. 267.

15. Chlenova A. A. Ferrogel detection: next step in the development of giant magnetoimpedance biosensor / A. A. Chlenova, G. Yu. Melnikov, A. P. Safronov, I. V. Beketov, S. O. Volchkov, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // ФГБОУ ВО «ИГУ»; [отв. ред. А. Л. Семенов]. – Иркутск: Изд-во ООО «Репроцентр А1», 2016. – С. 193-194. – (Магнитные материалы. Новые технологии: тез. докл. VII Байкальской Международной конференции. Пос. Листвянка, Иркутская область, Рос. Федерация, 22–26 августа 2016 г.).

16. Melnikov, G.Yu. Magnetoimpedance pressure sensors / G. Yu. Melnikov, A. A. Chlenova, R. El Kammouni, A. V.Svalov, S. O. Volchkov, G. V. Kurlyandskaya // ФГБОУ ВО «ИГУ»; [отв. ред. А. Л. Семенов]. – Иркутск: Изд-во ООО «Репроцентр А1», 2016. – С. 99. – (Магнитные материалы. Новые технологии: тез. докл. VII Байкальской Международной конференции. Пос. Листвянка, Иркутская область, Рос. Федерация, 22–26 августа 2016 г.).

17. Членова, А. А. Температурная зависимость гигантского магнитного импеданса многослойных пленочных структур на основе пермаллоя / А. А. Членова, А. А. Моисеев, М. С. Деревянко, А. В. Семиров, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // Тезисы докладов, XVII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества, СПФКС-17 Екатеринбург: Институт Физики Металлов, Уральское Отделение Академии Наук, 2016. – С. 153.
18. Членова, А. А. Сравнительные исследования технологически важных параметров тонокпленочного сенсорного элемента с гигантским магнитоимпедансным эффектом, полученных экспериментально и моделированием при помощи Comsol / А. А. Членова, С. О. Волчков, Г. В. Курляндская // Материалы конференции, Двадцать вторая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых, ВНКСФ-23 Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 253-254.
19. Голубева, Е. В. Влияние низкотемпературной конденсации полициклических ароматических углеводородов на магнитные свойства и магнитоимпеданс аморфных лент на основе кобальта / Е. В. Голубева, А. А. Членова, С. О. Волчков, Е. А. Степанова, Г. В. Курляндская // Материалы конференции, Двадцать вторая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых, ВНКСФ-23 Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 228-229
20. Членова, А. А. Температурные особенности магнитных свойств и магнитоимпедансного эффекта пленочных структур на основе пермаллоя / А. А. Членова, А. А. Моисеев, М. С. Деревянко, А. В. Семиров, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // Проблемы теоретической и экспериментальной химии : тез. докл. XXVII Рос. молодеж. науч. конф., Екатеринбург, 26-28 апреля 2017 г. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 354-355.
21. Голубева, Е. В. Магнитные свойства и магнитный импеданс аморфных лент на основе кобальта с покрытием, полученным методом низкотемпературной

конденсации углерода в ароматических сольвентах / Е. В. Голубева, А. А. Членова, Е. А. Степанова, Г. В. Курляндская // Проблемы теоретической и экспериментальной химии: тез. докл. XXVII Рос. молодеж. науч. конф., Екатеринбург, 26-28 апреля 2017 г. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 352-353.

22. Chlenova, A. A. Permalloy-based magnetic nanostructures for magnetoimpedance pressure sensors / A. A. Chlenova, V. N. Lepalovsky, V. O. Vas'kovskiy, A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya // Тезисы докладов IV Международной молодежной научной конференции (Секция 1): Физика. Технологии. Инновации ФТИ-2017 (15–19 мая 2017 г.); отв. за вып. А. В. Ищенко. Екатеринбург: УрФУ, 2017, – С. 139-140.

23. Golubeva, E.V. Condensation of carbon in aromatic solvents as a factor of influence on the magnetic properties of co-based ribbons / E. V. Golubeva, A. A. Chlenova, E. A. Stepanova, S. O. Volchkov // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM) 1-5 July 2017, Book of abstracts. – Moscow, 2017. – P. 546.

24. Volchkov, S.O. Fem-modelling of thin film magnetoimpedance sensitive element designed for biodetection / S. O. Volchkov, A. A. Chlenova, V. N. Lepalovskij // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM) 1-5 July 2017, Moscow Book of abstracts. – Moscow, 2017. – P. 542.

25. Голубева, Е. В. Феррогели - модельная система для создания тонкопленочного чувствительного элемента магнитоимпедансного биосенсора / Е. В. Голубева, А. А. Членова, А. П. Сафронов, В. Н. Лепаловский, Г.В. Курляндская // Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения: Материалы III Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов [электронный ресурс], Екатеринбург, 3-5 апреля 2018 г. – Екатеринбург: Изд-во УГМУ, 2018. – Том 1. – С. 195-199.

26. Волчков, С. О. Модельное описание динамического поведения феррожидкости в канале: детектирование с помощью магнитоимпедансного датчика слабых полей / С. О. Волчков, А. А. Членова, Г. В. Курляндская //

Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения: Материалы III Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов [электронный ресурс], Екатеринбург, 3-5 апреля 2018 г. – Екатеринбург: Изд-во УГМУ, 2018. – Том 1. – С. 190-194.

27. Chlenova A. A. Magnetic properties of carbon coated permalloy films / A. A. Chlenova, Iu. P. Novoselova, R. Salikhov, M. Farle, G. V. Kurlyandskaya // Проблемы теоретической и экспериментальной химии : тез. докл. XXVII Рос. молодеж. науч. конф., посвящ. 175-летию со дня рожд. проф. Н.А. Меншуткина, Екатеринбург, 26–28 апр. 2017 г. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 255.

28. Chlenova A. A. Ferromagnetic resonance of thin permalloy films with varying thicknesses / A. A. Chlenova, E. V. Golubeva, Iu. P. Novoselova, R. Salikhov, M. Farle, V. N. Lepalovskij, G. V. Kurlyandskaya // Магнитные материалы. Новые технологии; отв. ред. М. С. Деревянко. – Иркутск: Изд-во ООО «Репроцентр А1», 2018. – С. 163. – (тез. докл. VIII Байкальской Международной конференции. г. Иркутск, Иркутская область, Рос. Федерация, 24–28 августа 2018 г.).

29. Chlenova A. A. Magnetization processes in multilayered permalloy films / A. A. Chlenova, D. S. Neznakhin, G. Yu. Melnikov, V. N. Lepalovskij, G. V. Kurlyandskaya // Магнитные материалы. Новые технологии; отв. ред. М. С. Деревянко. – Иркутск: Изд-во ООО «Репроцентр А1», 2018. – С. 186. – (тез. докл. VIII Байкальской Международной конференции. г. Иркутск, Иркутская область, Рос. Федерация, 24–28 августа 2018 г.).

30. Бляхман, Ф. А. Детектирование магнитных наночастиц в кровеносных сосудах / Ф. А. Бляхман, С. О. Волчков, К. Р. Мехдиева, С. Ю. Соколов, А. А. Членова // Магнитные материалы. Новые технологии; отв. ред. М. С. Деревянко. – Иркутск: Изд-во ООО «Репроцентр А1», 2018. – С. 14. – (тез. докл. VIII Байкальской Международной конференции. г. Иркутск, Иркутская область, Рос. Федерация, 24–28 августа 2018 г.).

31. Мельников Г. Ю. Процессы перемагничивания в многослойных пленочных структурах на основе пермаллоя / Г. Ю. Мельников, А. А. Членова, Д. С.

Незнахин, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // Тезисы докладов XIX Всероссийской школы- семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, г. Екатеринбург, 15-22 ноября 2018 г. : Институт Физики Металлов, Уральское Отделение Академии Наук, 2018. – С. 63.

32. Членова А. А. Многослойный элемент с гигантским магнитоимпедансным эффектом: детектирование металлического объекта / А. А. Членова, А. В. Тимофеева, Н. В. Козлов, В. Н. Лепаловский, Г. В. Курляндская // Актуальные вопросы современной медицинской науки и здравоохранения: Материалы IV Международной научно-практической конференции молодых ученых и студентов [электронный ресурс], Екатеринбург, 10-12 апреля 2019 г. – Екатеринбург: Изд-во УГМУ, 2019. – Том 1. – С. 240-245.

33. Chlenova, A. A. Permalloy-based multilayered structures for non-destructive testing / A. A. Chlenova, A. V. Timofeeva, V. N. Lepalovskij, Zh. Yang, G. V. Kurlyandskaya // Проблемы теоретической и экспериментальной химии : тез. докл. XXIX Рос. молодеж. науч. конф., Екатеринбург, 23-26 апреля 2019 г. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2017. – С. 239.

34. Chlenova, A. A. Thin film based magnetoimpedance sensor for magnetic needle position identification / A. A. Chlenova, A. V. Timofeeva, V. N. Lepalovskij, Z. Yang, G. V. Kurlyandskaya // VI Международная конференция «Физика. Технологии. Инновации», 20-24 мая 2019 г., сборник тезисов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2019. – С. 667-668.

35. Kurlyandskaya, G. V. Magnetic materials for thin film based magnetoimpedance biosensing / G. V. Kurlyandskaya, S. V. Shcherbinin, N. A. Buznikov, A. A. Chlenova, A. V. Svalov // VII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG–2019 September 08–13, 2019, Ekaterinburg, Russia; Book of abstracts. Volume II. – P. 508-509.

36. Chlenova, A. A. Multilayered magnetoimpedance sensitive element with carbon coating / A. A. Chlenova, V. N. Lepalovskij, G. V. Kurlyandskaya // VII Euro-Asian

Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG–2019 September 08–13, 2019, Ekaterinburg, Russia; Book of abstracts. Volume II. – P. 183-184.

37. Kozlov N. V. Design and development of small chamber for ferrogel studies using magnetoimpedance effect / N. V. Kozlov, A. A. Chlenova, S. V. Shcherbinin, A. P. Safronov, G. V. Kurlyandskaya // VII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG–2019 September 08–13, 2019, Ekaterinburg, Russia; Book of abstracts. Volume II. – P. 492-493.

38. Timofeeva A. V. Determination of the measurement mode for magnetoimpedance thin films with symmetry features / A. V. Timofeeva, A. A. Chlenova, V. N. Lepalovskij, Zh. Yang, G.V. Kurlyandskaya // VII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG–2019 September 08–13, 2019, Ekaterinburg, Russia; Book of abstracts. Volume II. – P. 494-495.

39. Козлов Н. В. Гигантский магнитный импеданс в многослойных тонких плёнках: сравнительный анализ результатов моделирования Comsol Multiphysics и эксперимента / Н. В. Козлов, А. А. Членова, С. О. Волчков, Г. В. Курляндская // Тезисы докладов XX Юбилейной Всероссийской школы–семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, г. Екатеринбург, 21-28 ноября 2019 г. – С. 61.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает уважение и искреннюю признательность научному руководителю, доктору физико-математических наук, профессору-исследователю КММН ИЕНиМ УрФУ Галине Владимировне Курляндской за всестороннюю поддержку и действенное внимание к работе диссертанта.

Автор благодарит Отдел магнетизма твердых тел НИИ ФПМ и Кафедру магнетизма и магнитных наноматериалов ИЕНиМ УрФУ за предоставленную возможность для профессионального роста и отзывчивость в работе. Особую благодарность автор выражает заведующему кафедрой Васьковскому Владимиру Олеговичу за поддержку диссертанта на пути научных исследований. Автор выражает отдельную благодарность Владимиру Николаевичу Лепаловскому и Андрею Владимировичу Свалову за синтез всех тонкопленочных структур, исследуемых в работе, и деятельное участие. Автор благодарит С. О. Волчкова, П. А. Савина, А. П. Сафронова, Ф. А. Бляхмана, А. М. Мурзакаева и И. В. Бекетова за опыт междисциплинарного сотрудничества, а также Н. А. Бузникова за сотрудничество по вопросам моделирования и аналитическую проницательность.

Автор благодарит сотрудников Иркутского государственного университета М. С. Деревянко, А. А. Моисеева и А. В. Семирова за радушный прием и сотрудничество. Автор благодарит коллег из Балтийского федерального университета за опыт совместной работы в рамках гранта РФФИ. Отдельную признательность автор выражает коллегам из университета Дуйсбург-Эссен профессору М. Фарле (M. Farle), Р. Салихову и Ю. Новоселовой. Автор благодарит А. С. Незнахина за измерения, выполненные с помощью магнитоизмерительного комплекса MPMS XL7, и Н. А. Кулеша за помощь в аттестации состава полученных пленок на малоугловом спектрометре.

Автор выражает благодарность А. Ларранага (A. Larrañaga) за помощь в проведении рентгеноструктурных исследований. Автор благодарен всем зарубежным соавторам и особо Zh. Yang (постдок УрФУ-2018), R. El Kammouni (постдок УрФУ-2017), A. Martínez-Amesti, I. Orúe, M. B. Sánchez-Plárduya за опыт

работы в мировом научном сообществе. Автор благодарен сотрудникам Института физики металлов УрО РАН за поддержку.

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФИ-18-19-00090.

Автор выражает признательность всем членам своей семьи за поддержку и свободу выбора.