

ОТЗЫВ

Официального оппонента на диссертационную работу Членовой Анны Александровны «Магнитные свойства и гигантский магнитный импеданс многослойных пленочных элементов на основе пермаллоя», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.11 – «Физика магнитных явлений»

Актуальность работы

Датчики слабых магнитных полей востребованы практикой, как необходимый ингредиент новой цифровой реальности. Здесь актуальна разработка магнитных датчиков с улучшенной чувствительностью, способностью работать в различных средах. Особенную актуальность представляет разработка датчиков пригодных для приложений в биомедицине.

Важным достижением последних десятилетий являются детекторы слабых полей на основе эффекта гигантского магнитного импеданса. Датчики на основе магнитных аморфных лент и микропроводов, использующие этот эффект, уже заняли многочисленные прикладные ниши. Поисковые работы в области новых магитоимпедансных сенсоров весьма актуальны. Такие сенсоры в форме тонких пленок исследованы и внедрены гораздо меньше, чем сенсоры в виде лент и микропроводов, хотя актуальность работы несомненна в виду необходимости интегрировать датчики в планарные системы обработки информации. Движение в этом направлении, как правило, требует решения комплекса технологических, материаловедческих и экспериментальных задач. Данная диссертация, посвящена приготвлению и исследованию магнитных пленочных датчиков с усложненной многомасштабной архитектурой, сочетающей структуру типа сэндвич на масштабе порядка одного микрометра и многослойную магнитную пленку на масштабе нескольких нанометров. Обнаружение, детальное исследование и оптимизация эффекта гигантского магнитного импеданса таких элементов, а также изучение возможностей их применения в биомедицине делают эту работу весьма актуальной.

Оценка проведенного исследования и полученных результатов

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы.

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы ее задачи, отмечена новизна, научное и практическое значение результатов, а также приведены сведения об апробации работы.

В 1-й главе представлен обзор сведений касающихся эффекта магнитного импеданса, в частности гигантского магнитного импеданса. Рассмотрены

особенности технологии получения пленок с высокой магнитной проницаемостью. Также дается информация о поведении магнитоимпедансных свойств многослойных тонких пленок при изменении температуры. Обсуждаются исследования гигантского магнитного импеданса и ферромагнитного резонанса, как методик изучения свойств магнитного материала в области сверхвысоких частот. Рассмотрены особенности и перспективы содержащих углерод покрытий для сенсоров на основе магнитных пленок. Дан краткий обзор возможных применений магнитных пленок с гигантским магнитным импедансом для детектирования слабых магнитных полей

Во 2-й главе описаны детали приготовления исследуемых в работе многослойных пленочных элементов методом высокочастотного ионно-плазменного распыления в атмосфере аргона. Приводится обоснование для выбора диапазонов толщин, количества и состава нанослоев многослойной пленочной структуры, а так же толщин и состава слоев на микронном масштабе (сэндвич структура) исходя из задачи приготовления элемента с гигантским магнитным импедансом. Приводятся перечни параметров полученных образцов, разделенных на серии, на основе идей дальнейших экспериментальных исследований связи структуры и состава сенсорного элемента с его свойствами. Также описано приготовление пленок и проведение экспериментов по осаждению углеродсодержащего покрытия на их поверхность. Далее дано детальное описание использованных методов и подходов к исследованию структуры, особенностей морфологии и магнитных свойств пленок. Описаны также детали приготовления и состав феррогелей специально приготовленных для модельного исследования полей наночастиц в живой ткани.

В 3-й главе приведены результаты исследования статических и динамических магнитных свойств как пленочных элементов со сложной архитектурой, так и составляющих ее многослойных пленок. Здесь было показано, что для всех исследованных пленочных структур, построенных на основе слоев железоникелевого сплава тождественного либо близкого к пермаллою, при ориентации поля вдоль длинной стороны прямоугольного пленочного элемента, петли характеризуются низким магнитным гистерезисом, квазилинейным поведением намагниченности вплоть до поля насыщения ($5 \div 8 \text{ Э}$). Дальнейшие исследования во-первых, обнаруживают эффект гигантского магнитного импеданса (ГМИ), во-вторых, они показали, что поле насыщения всегда очень близко к полю, при котором наблюдается максимум ГМИ эффекта. Далее детальными исследованиями ГМИ эффекта в образцах содержащих разное количество субслоев в слоях композитного сэндвича, от толщины железоникелевого слоя в составе субслоев, установлены структуры, где достигаются оптимальные параметры ГМИ сенсора для различных частот переменного тока.

Методом ферромагнитного резонанса демонстрируется наличие оси легкого намагничивания направленной перпендикулярно длинной стороне полоски. Оценены величины эффективной намагниченности, которые в сравнении с намагниченностью

насыщения, определенной из магнитометра, позволяют оценить магнитоупругий вклад в константу анизотропии пленок с составом субслоев отличающимся от состава пермаллоя. Определение этого вклада и изучение ГМИ эффекта для слоев Fe-Ni разного состава дает основания оценить составы наиболее пригодные для создания тензодатчиков. Показано, что повышение температуры от 25 до 50 °С приводит к заметному увеличению ГМИ эффекта и чувствительности сенсора, при этом, такое изменение температуры не оказывает видимого эффекта на кривые намагничивания.

В 4-й главе автор демонстрирует, что выдержка пленок Fe и FeNi в жидком метилбензоле при комнатной температуре приводит к образованию и росту углеродсодержащего покрытия на их поверхности. Различными методами элементного анализа продемонстрировано, что количество атомов углерода в данном покрытии растет со временем выдержки в метилбензоле (до 12 недель) практически линейно. Само покрытие, являясь, по-видимому, сплошным уже на начальных стадиях выдержки (рис. 4.3), характеризуется неоднородным рельефом, особенности которого изучены с помощью атомного силового микроскопа. Обсуждается возможная химическая реакция (окисление по методу Шолла), приводящая к росту покрытия, а также вероятная структура и состав покрытия «дефектная сеть из ароматических бензольных колец». Оказалось, что нанесение такого покрытия заметно изменяет полевую зависимость ГМИ, при этом максимальные значения ГМИ эффекта остаются неизменными. Показано, что установленный характер изменений ГМИ эффекта, после нанесения покрытия, позволяет увеличить чувствительность ГМИ-элемента.

В 5-й главе приводятся результаты исследования магнитоимпедансных свойств пленочных элементов с надструктурой сэндвича и подструктурой многослойной пленки, полученных как на жестких, так и на гибких подложках, при приложении внешнего давления. Показано, что небольшая одноосная сжимающая нагрузка (до 40 Па) уменьшает максимальную величину ГМИ пленочных элементов (на полимерной подложке 6 %/Па и на 12 %/Па для элементов на стеклянной подложке). Такая чувствительность означает возможность использования данных элементов в датчиках давления.

Далее, размещая слой геля или феррогеля, имитирующего живую ткань, на поверхности сенсорного элемента, автор изучает влияние такого соседства на ГМИ эффект. В частности, ставится вопрос о возможности оценки полей рассеяния магнитных наночастиц оксида железа, входящих в состав феррогеля. Максимальная достигнутая чувствительность сенсора составила 1,3 % ГМИ на массовый процент наночастиц оксида железа. Этого достаточно, чтобы смотреть на результат, как на разработку прототипа магнитоимпедансного биосенсора.

К наиболее важным **научным результатам**, полученным диссертантом, можно отнести следующее:

Детальные исследования ГМИ эффекта в зависимости от количества субслоев в разных частях композитного сэндвича, от толщины железоникелевого слоя в составе субслоев, позволили установить структуры, где достигаются оптимальные параметры ГМИ сенсора для различных частот переменного тока. Можно сказать, что установлены оптимальные параметры композитной пленочной структуры для датчика данного типа.

Впервые описано наблюдение роста углеродсодержащего слоя на поверхности пленок Fe и FeNi в жидком метилбензоле при комнатной температуре.

Практическая значимость работы

Параметры установленной оптимальной для датчика композитной пленочной структуры не всегда оказывались на границах исследуемых диапазонов. Это означает, что технологическая проблема поиска оптимальной структуры далеко не тривиальна и была бы невозможна без проведения комплексных поисковых исследований, подобных выполненным в данной работе. Сама же работа, помимо прочего, может рассматриваться как методический задел для дальнейших поисковых работ в этом направлении.

Среди других находок работы, имеющих очевидные прикладные перспективы, можно выделить:

- обнаружено увеличение чувствительности ГМИ-элемента после выдержки в метилбензоле;
- обнаружено увеличение величины магнитоимпедансного эффекта в пленочных элементах при повышении температуры от 25 до 50°C;
- показана возможность использования разработанных пленочных ГМИ элементов в детекторах малых давлений и малых полей, в частности в биомедицинских детекторах.

Рецензируемая работа не свободна от отдельных недостатков.

1. В тексте есть некоторая нечеткость в обозначении величины ГМИ эффекта. Так формулы 2.4 ÷ 2.6 даны для отношения $\Delta Z/Z(H_{\max})$. Если H_{\max} это поле, где достигается максимум ГМИ эффекта, то величина ГМИ, не может превысить 100%. Если H_{\max} это максимальное поле, использованное в измерениях, то величина эффекта зависит от произвола выбора этой границы полевого диапазона. Сразу за этим, обсуждается отношение $\Delta Z/Z(H)$, которое далее приводится на всех графиках, касающихся ГМИ. Далее часто встречается обозначение $\Delta Z/Z_{\max}$ « – максимальное значение $\Delta Z/Z$ при фиксированной

- частоте». Хотя разъяснение и дано в подписи к табл.3.1., во избежание путаницы, следовало бы обозначить эту величину как $(\Delta Z/Z)_{\max}$.
2. В методической главе дана формула (2.11) связывающая количество субслоев в разных слоях сэндвича с величиной ГМИ эффекта. К сожалению, в дальнейшем тексте нет ни одной отсылки к этой формуле.
 3. Подробное обсуждение происхождения ступенек на петлях гистерезиса в 3-й главе (70-75 с.), где предполагается рассмотрение свойств либо физических явлений, завершается комментарием автора, что ступеньки, по-видимому, являются измерительным артефактом использованного для измерений режима СКВИД магнитометра. Учитывая такое заключение, это обсуждение следовало бы поместить в методическую главу.
 4. Утверждение, что поле насыщения, при приложении поля вдоль длинной стороны полоски, равно полю наведенной магнитной анизотропии, используется для обсуждений с начала 3-й главы. Лишь спустя 28 страниц в пункте 3.4. дано экспериментальное подтверждение этого (рис. 3.13 и 3.15).
 5. На стр.101 приводятся некоторые утверждения, об обменной жесткости пленок исходя из данных спин-волнового резонанса. К сожалению ни самих данных по обменной жесткости, ни объяснений, как они оценивались, не дано.
 6. В таблице 4.3 результаты анализа химического состава приведены с точностью до 0.001%. Как автор объясняет изменение относительного содержания железа и никеля в пленке со временем травления (изменяется от 1:4 до 1:3)?
 7. На рис.4.5 дана «Концентрационная зависимость количества углерода на поверхности для пленок..». На мой взгляд, выбор единицы измерения концентрации «вес.%» делает этот результат непонятным, поскольку не указана толщина поверхностного слоя в пределах которого «взвешено» относительное количество атомов. Понимание размерности важно, в виду утверждений автора об изучении кинетики. Тангенс наклона на рис.4.5 должен давать скорость реакции, однако смысл количественной величины этой скорости в единицах [вес% за неделю] остается туманным. Величина стандартного отклонения скорости, данная на вставке к рис.4.5, выглядит переоцененной.

Данные замечания носят рекомендательный либо дискуссионный характер и не портят общего положительного впечатления от интересной и очень емкой работы.

Общий вывод

Анализ диссертации Членовой А.А. позволяет сделать заключение о достаточно высоком научном уровне и практической значимости полученных в ней результатов. Материал подается автором в последовательности, продиктованной

поставленной целью и раскрывающими ее задачами. Выполненные оценки и расчеты хорошо согласуются с экспериментальными данными, что указывает на их достоверность. Результаты работы хорошо опубликованы и прошли всестороннюю апробацию на российских и международных конференциях.

В целом, считаю, что работа Членовой А.А. представляет собой самостоятельное законченное исследование, в котором содержится решение важной научной задачи, связанной с приготовлением и исследованием магнитных пленочных датчиков с усложненной многомасштабной архитектурой. Автореферат полностью отражает содержание диссертации и представленные в ней выводы. Профиль диссертации соответствует формуле специальности 01.04.11– (физика магнитных явлений), а сама работа по своему научному уровню, значению и достоверности результатов полностью соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Таким образом, Членова Анна Александровна заслуживает присуждения ученой степени кандидата физ.-мат. наук по указанной выше специальности.

Официальный оппонент

доктор физико-математических наук, доцент,
заведующий лабораторией физики магнитных плёнок


_____ Комогорцев Сергей Викторович
03.12.2020

Институт физики им. Л. В. Киренского Сибирского отделения
Российской академии наук – обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН

- Адрес: 660036, г. Красноярск, Академгородок, д. 50, стр. 38
Тел. +7(391) 243-26-35
Факс +7(391)243-89-23
E-mail: komogor@iph.krasn.ru

Ученый секретарь

Института физики им. Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской академии
наук – обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН

к.ф.-м.н.




_____ Злотников А.О.