

08

## Спектры импеданса и тангенса угла потерь в диапазоне частот 10 Hz–10 MHz и в интервале температур 120–420 K и магнитная структура композитных пленок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>)

© М.П. Ласёк<sup>1</sup>, Л.Н. Котов<sup>1</sup>, Ю.Е. Калинин<sup>2</sup>, А.В. Ситников<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Сыктывкарский государственный университет,  
Сыктывкар, Россия

<sup>2</sup> Воронежский государственный технический университет,  
Воронеж, Россия

E-mail: mplasek@yandex.ru

Поступила в Редакцию 30 апреля 2024 г.

В окончательной редакции 28 октября 2024 г.

Принята к публикации 30 октября 2024 г.

Методом импедансной спектроскопии были получены температурные и частотные зависимости вещественной и мнимой частей импеданса и тангенса угла потерь композитных пленок (CoFeB+SiO<sub>2</sub>) на лавсановой подложке с концентрациями металлического сплава  $x = 0.62–0.92$  в диапазоне частот 10 Hz–10 MHz и в интервале температур 120–420 K. Получены изображения рельефа поверхности и магнитного фазового контраста пленок с помощью атомно-силового микроскопа. Показано, что вещественная часть импеданса композитных пленок с концентрациями 0.62–0.92 экспоненциально уменьшается с ростом частоты от 10 Hz до 10 MHz во всем исследованном интервале температур. На зависимостях тангенса угла потерь композитных пленок наблюдается максимумы, связанные с микроструктурой пленок.

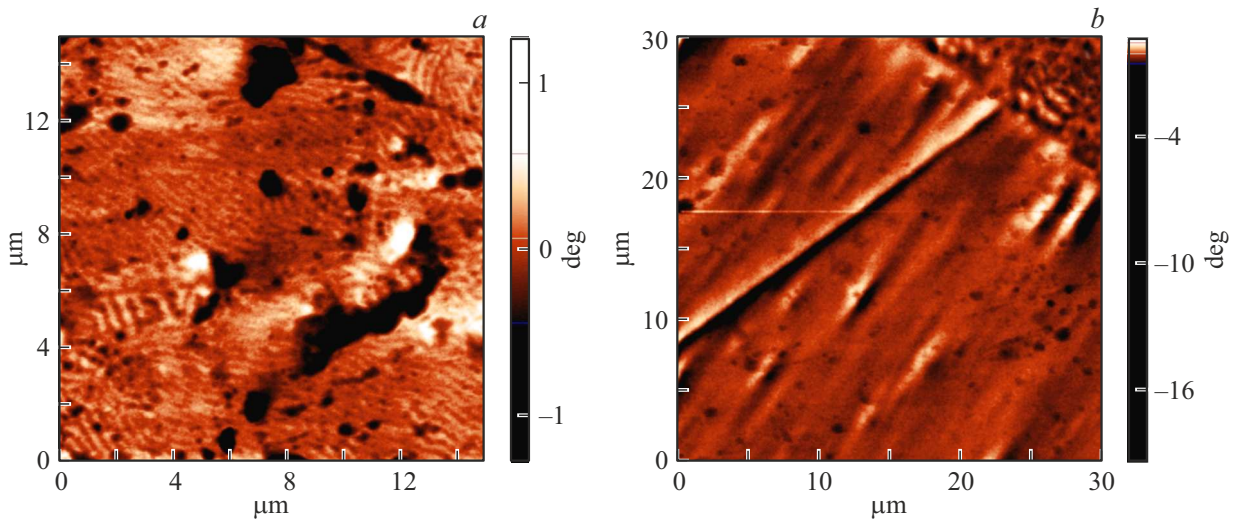
**Ключевые слова:** композитные металл-диэлектрические пленки, магнитная структура, импедансная спектроскопия, тангенс угла диэлектрических потерь.

DOI: 10.61011/FTT.2024.12.59577.6564PA

Композитные металл-диэлектрические пленки привлекают большое внимание научных исследователей благодаря обширному спектру их применений, таких как магнитно-резистивные сенсоры для устройств магнитной записи и чтения данных, как материалы для электромагнитного экранирования и нелинейных фильтров, микроэлектроники и спинтроники [1–8]. Такие пленки активно исследуются уже несколько десятилетий, что связано с их разнообразными магнитными, транспортными, оптическими и магнитооптическими свойствами. В качестве примеров можно привести гигантское магнитосопротивление, аномальный эффект Холла, усиленный магнитооптический эффект Керра и другие [2–6]. Одной из актуальных проблем создания новых композитных материалов с уникальными свойствами остается задача определения связи структурных статистических параметров пленок с их электродинамическими и микромагнитными свойствами. Это обстоятельство связано с их сложной и разнообразной структурой в зависимости от состава, толщины и метода изготовления пленок. Известно, что метод импедансной спектроскопии является очень информативным для исследования различных материалов [9,10]. В тоже время металл-диэлектрические композитные пленки методом импедансной спектроскопии в широком интервале температур практически не исследовались.

Композитные пленки, исследованные в настоящей работе, были получены методом ионно-лучевого рас-

пыления мишеней из металлических пластинок сплава Co<sub>41</sub>Fe<sub>39</sub>B<sub>20</sub> и диэлектрика SiO<sub>2</sub> на лавсановую пленку толщиной 30 μm в атмосфере аргона при давлении 26.7 mPa [2]. Сплав Co<sub>41</sub>Fe<sub>39</sub>B<sub>20</sub> известен как материал с хорошими магнитотранспортными и магнитомягкими свойствами [3,4]. Более того, сплавы CoFeB демонстрируют более высокую спиновую поляризацию, чем металлы Co, Fe и Ni (до 65% против примерно 45%) [5]. С применением электронно-сканирующего микроскопа TESCAN MIRA 3 (СЭМ) были определены доли атомов химических элементов и толщины пленок. Используя острое лезвие с торца пленки соскребались микроскопические частички пленки с подложкой на предметный столик с двухсторонним углеродным скотчем. С помощью СЭМ на основе таких приготовленных образцов были получены электронные изображения торцов пленок и далее измерены толщины пленок с точностью до единиц нанометров. Анализ элементного состава показал, что соотношение атомов Co, Fe в композитных пленках близко к соотношению тех же атомов в пластинках из сплава Co<sub>41</sub>Fe<sub>39</sub>B<sub>20</sub> установленных на мишенях. Соотношение атомов Si, O близко к соотношению атомов в пластинках SiO<sub>2</sub>. Процент атомов бора B в композитных пленках, относительно количества атомов металлического сплава варьировался от 10 до 25%. Для исследуемых в данной работе пленок концентрация атомов металлического сплава  $x$  изменялась от 0.62 до 0.92, где  $x$  определяло суммарную долю атомов Co,



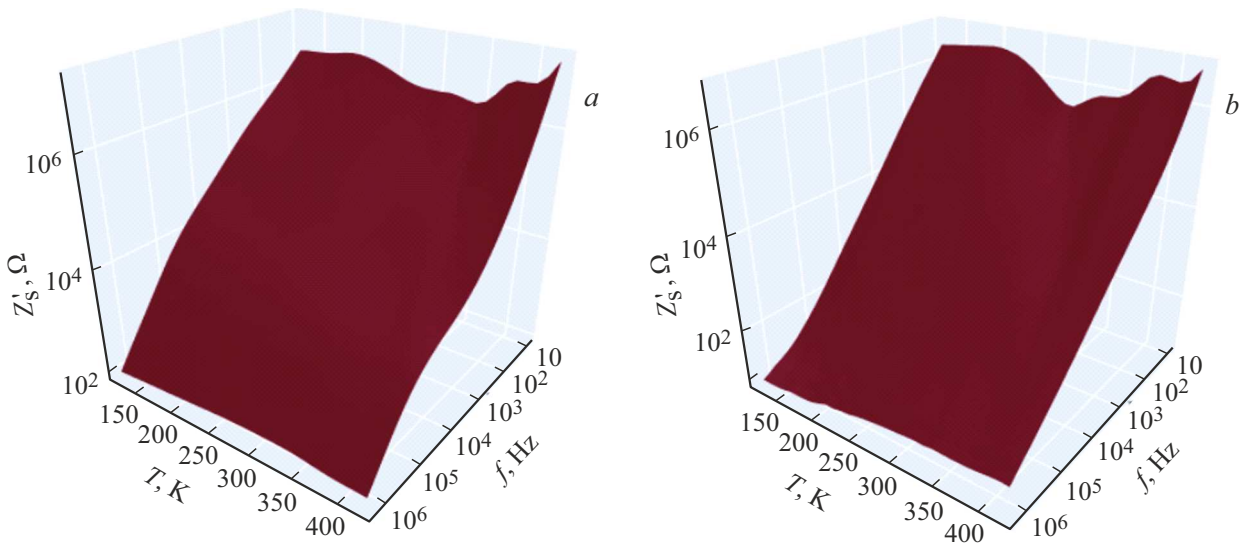
**Рис. 1.** Изображения магнитно-фазового контраста поверхности композитных пленок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) с концентрациями металлического сплава  $x = 0.64$  (a) и  $0.90$  (b). Справа по вертикальной шкале показаны в цвете значения сдвига фаз в градусах.

Fe, В, содержащихся в композитных пленках. Толщины пленок находились в интервале от  $0.6$  до  $0.85 \mu\text{m}$ . Изображения рельефа поверхности и магнитного фазового контраста были получены с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) INTEGRA Prima (NT-MDT, Россия). В микроскопе использовался силиконовый зонд, покрытый магнитным сплавом  $\text{CoCr}$ , толщиной  $40 \text{ nm}$ . Радиус закругления кончика зонда составлял  $20 \text{ nm}$ . Частота колебаний внешней силы, действующей на кантилевер с зондом, подбиралась в диапазоне частот  $47\text{--}90 \text{ kHz}$ . В микроскопе регистрировалось изменение фазы колебаний зонда, которое изменялась в зависимости от силы взаимодействия зонда с поверхностью пленок. Температурные и частотные исследования импеданса и тангенса угла потерь пленок проводились в Центре диагностики функциональных материалов для медицины, фармакологии и наноэлектроники Научного парка СПбГУ с применением анализатора импеданса ALPNA-AT и криосистемы Quatro в диапазоне частот от  $10 \text{ Hz}$  до  $10 \text{ MHz}$  и в интервале температур от  $120$  до  $420 \text{ K}$ . Композитные пленки устанавливались между электродами в форме диска диаметром  $8 \text{ mm}$ . Один электрод прижимался к поверхности композитного слоя пленки, а второй к поверхности подложки.

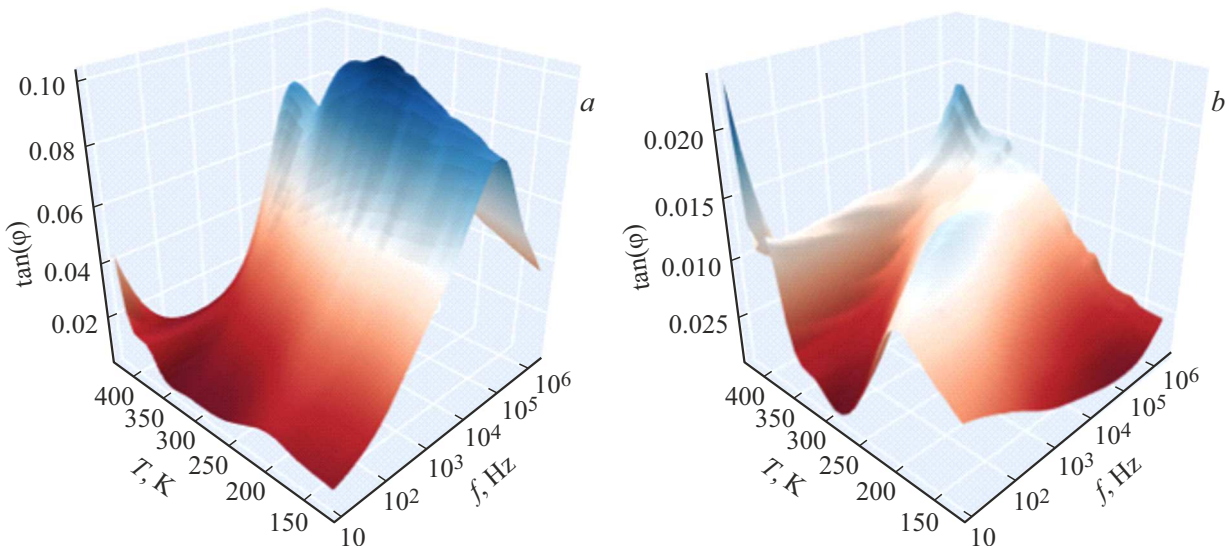
В результате исследований рельефа и магнитной структуры с помощью атомно-силовой микроскопии было обнаружено, что для композитных пленок с концентрациями металлического сплава  $0.46\text{--}0.49$  свойственна гранулярная структура с размерами гранул  $20\text{--}50 \text{ nm}$ , а для пленок с концентрациями  $0.50\text{--}0.77$  наблюдалась гранулярно-перколяционная структура [5,6]. Для пленок с концентрацией  $0.62\text{--}0.75$  характерна полосовая магнитная структура с шириной  $0.2 \mu\text{m}$  и длиной полос более  $3 \mu\text{m}$  (рис. 1, a). Структура композитных пленок с большой концентрацией металлического сплава

$x = 0.85\text{--}0.92$  представляла собой металлическую матрицу с включениями диэлектрических частиц (рис. 1, b).

В результате проведенных исследований пленок методом импедансной спектроскопии были получены температурные и частотные зависимости вещественной и мнимой частей импеданса, а также тангенса угла потерь в диапазоне частот  $10 \text{ Гц}\text{--}10 \text{ МГц}$  и в интервале температур  $120\text{--}420 \text{ K}$  композитных пленок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) с концентрациями  $x = 0.62\text{--}0.92$  (рис. 2, 3). Во всем исследуемом диапазоне частот вещественная часть импеданса композитных пленок с  $x = 0.62\text{--}0.92$  убывала с ростом частоты в широком интервале температур  $120\text{--}420 \text{ K}$  (рис. 2). В диапазоне частот  $10 \text{ Hz}\text{--}1 \text{ kHz}$  наблюдались минимумы вещественной части импеданса при температурах  $120$  и  $300 \text{ K}$  для пленок с  $x$  от  $0.62$  до  $0.92$ , соответственно. Различие в положениях температурных минимумов вещественной части импеданса для этих пленок, по-видимому, связан с их разной микроструктурой (рис. 1). Частотная зависимость вещественной части импеданса может быть связана с неоднородным распределением емкостей и сопротивлений по объему пленки на лавсановой подложке, расположенной между электродами [10]. В этом случае в эквивалентной электрической схеме пленки между электродами можно использовать частотно-зависимый элемент, который можно сопоставить с частотно-зависимой емкостью, которая формируется за счет накопления и релаксации зарядов за полупериод электрического поля на границах проводящих конгломератов, разделенных диэлектриком. Такое скопление зарядов будет экранировать внешнее электрическое поле, что будет проявляться в эксперименте как кажущееся низкочастотное возрастание емкости и диэлектрической проницаемости по механизму Максвелла-Вагнера [9]. Абсолютное значение мнимой части импеданса в диапазоне частот от  $10 \text{ Hz}$



**Рис. 2.** Температурные и частотные зависимости вещественной части импеданса композитных пленок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) с концентрациями  $x = 0.62$  (a) и  $0.88$  (b).



**Рис. 3.** Зависимость тангенса угла потерь композитных пленок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) от температуры и частоты при концентрациях металлического сплава  $x = 0.62$  (a) и  $0.88$  (b).

до 1 kHz монотонно возрастает с ростом температуры и экспоненциально убывает с увеличением частоты для композитных пленок с  $x = 0.62-0.92$ .

Для пленок с концентрациями металлического сплава от 0.62 до 0.72 в диапазоне частот от 10 kHz и выше, для которых наблюдалась полосовая магнитная структура, на частотных зависимостях тангенса угла потерь наблюдался широкий максимум во всем исследуемом интервале температур 120–420 K (рис. 3, a). Этот температурный максимум тангенса угла потерь сдвигался по частоте от 70 kHz в сторону высоких частот при росте температуры от 120 до 420 K и концентрации  $x$ . На температурных зависимостях тангенса угла потерь

при концентрациях  $x$  от 0.62 до 0.92 на частоте тока до 10 kHz при температурах 250 и 370 K наблюдались дополнительные максимумы тангенса угла потерь (рис. 3, b). С ростом частоты эти максимумы сдвигались в сторону высоких температур и сливались в один пик в мегагерцовом диапазоне частот.

Таким образом в данной работе методом импедансной спектроскопии были получены температурные и частотные зависимости тангенса угла потерь, вещественной и мнимой частей импеданса композитных пленок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) на лавсановой подложке с концентрациями металлического сплава 0.62–0.92 в диапазоне частот 10 Hz–10 MHz и в интервале температур

120–420 К. Анализ изображений МФК показывает, что для композитных металл-диэлектрических пленок с малыми концентрациями  $x < 0.62$  характерна гранулярно-перколяционная структура, а для  $x = 0.62–0.75$  полосовая магнитная структура, а для пленок с большими  $x > 0.85$  наблюдается металлическая матрица с диэлектрическими включениями. Анализ температурных и частотных зависимостей вещественной части импеданса и тангенса угла потерь показывает, что поведение этих зависимостей сильно отличаются для композитных пленок с разной микроструктурой. Результаты исследований композитных пленок в этой работе показывают, что метод импедансной спектроскопии является достаточно информативным для исследования электрических свойств и выявления связи этих свойств со структурой композитных металл-диэлектрических пленок на полимерной подложке, но расширения диапазона частот до СВЧ, позволило бы улучшить качество исследований.

### Финансирование работы

Исследования выполнены за счет гранта Российского научного фонда, проект № 21-72-20048

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] S. Yang, J. Zhang, *Chemosensors* **9**, 8, 211 (2021). DOI: 10.3390/chemosensors9080211
- [2] V.V. Rylkov, A.V. Emelyanov, S.N. Nikolaev, K.E. Nikiruy, A.V. Sitnikov, E.A. Fadeev, V.A. Demin, A.B. Granovsky. *J. Exp. Theor. Phys.* **131**, 160–176 (2020). DOI: 10.1134/S1063776120070109
- [3] G.V. Swamy, P.K. Rout, H. Pandey, B. Riscob, G.A. Basheed. *Nano Express* **4** 045002 (2023). DOI: 10.1088/2632-959X/acfd46
- [4] Y. Takamura, H. Nitta, K. Kawahara, T. Kaneko, R. Ishido, T. Miyazaki, N. Hosoda, K. Fujisaki, S. Nakagawa. *IEEE Trans. Magn.* **59**, 11, 1–4 (2023). DOI: 10.1109/TMAG.2023.3291879
- [5] A.S. Silva, S.P. Sá, S.A. Bunyaev, C. Garcia, I.J. Sola, G.N. Kakazei, H. Crespo, D. Navas. *Sci. Rep.* **11**, 43 (2021). DOI: 10.1038/s41598-020-79632-0
- [6] Л.Н. Котов, В.А. Устюгов, В.С. Власов, А.А. Уткин, Ю.Е. Калинин, А.В. Ситников. *Изв. РАН. Сер. физ.* **87**, 3, 441–445 (2023). DOI: 10.31857/S0367676522700776
- [7] L.N. Kotov, M.P. Lasek. *J. Phys.: Conf. Ser.* **2315**, 012021 (2022). DOI: 10.1088/1742-6596/2315/1/012021
- [8] C. Mingming, D. Guifu, C. Ping, Z. Congchun, Z. Xiaomin, L. Zhe. *Micromachines* **8**, 5, 151 (2017). DOI: 10.3390/mi8050151
- [9] И.А. Маркевич, Н.А. Дрокин, Г.Е. Селютин. *ЖТФ* **89**, 9 1400–1407 (2019). DOI: 10.21883/JTF.2019.09.48066.42-19
- [10] E. Barsoukov, J.R. Macdonald. *Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications*. John Wiley & Sons, NJ (2018). P. 528.

Редактор Ю.Э. Кутаев