

05,12,13

## Планарные ансамбли многослойных пленочных микроэлементов на основе компонент Cu/FeNi

© Г.Ю. Мельников<sup>1</sup>, В.Н. Лепаловский<sup>1</sup>, А.В. Свалов<sup>1</sup>, Р. Lazpita<sup>2</sup>, Н.А. Бузников<sup>3</sup>, Г.В. Курляндская<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup> University of the Basque Country UPV/EHU, Department of Electricity and Electronics, 48940 Leioa, Spain

<sup>3</sup> Научно-исследовательский институт природных газов и газовых технологий — Газпром ВНИИГАЗ, Развилка, Московск. обл., Россия

E-mail: grisha2207@list.ru

Поступила в Редакцию 29 апреля 2022 г.

В окончательной редакции 29 апреля 2022 г.

Принята к публикации 12 мая 2022 г.

Планарные ансамбли многослойных периодических квадратных микроэлементов типа  $[\text{Cu}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(100 \text{ nm})]_5$  были получены методом ионно-плазменного распыления на стеклянные подложки с использованием сетчатых медных масок. Особенности поверхности микроэлементов анализировались с помощью стилусного профилометра, оптической и сканирующей электронной микроскопии. Статические магнитные свойства и особенности магнитной доменной структуры исследовались с использованием магнитооптического Керр-эффекта. Полученные планарные ансамбли могут использоваться как составная часть пленочных элементов детекторов слабых магнитных полей, работающих на основе магнитного импеданса (МИ), для повышения чувствительности МИ отклика к внешнему магнитному полю.

**Ключевые слова:** многослойные пленочные структуры, ансамбли микроэлементов, периодические структуры, гигантский магнитоимпедансный эффект.

DOI: 10.21883/FTT.2022.09.52814.10NN

### 1. Введение

Магнитные пленочные элементы с периодической структурой привлекают особое внимание, как с теоретической точки зрения, так и в свете различных приложений, таких, как устройства магнитной памяти, магнотонные кристаллы, материалы с особенностями магнитокалорического эффекта, магнитные сенсоры и др. [1–4].

Магнитный импеданс (МИ) является одним из явлений, эффективно используемых для создания сенсоров слабых магнитных полей [5]. МИ заключается в изменении импеданса ферромагнитного проводника во внешнем магнитном поле при протекании по нему высокочастотного тока [6]. В качестве пленочных МИ элементов используются симметричные или несимметричные многослойные структуры (например, на основе компонент Cu/FeNi, Ti/FeNi, Ag/FeNi и др.) в форме полосок, ориентированных вдоль короткой стороны пленочного элемента [6–8].

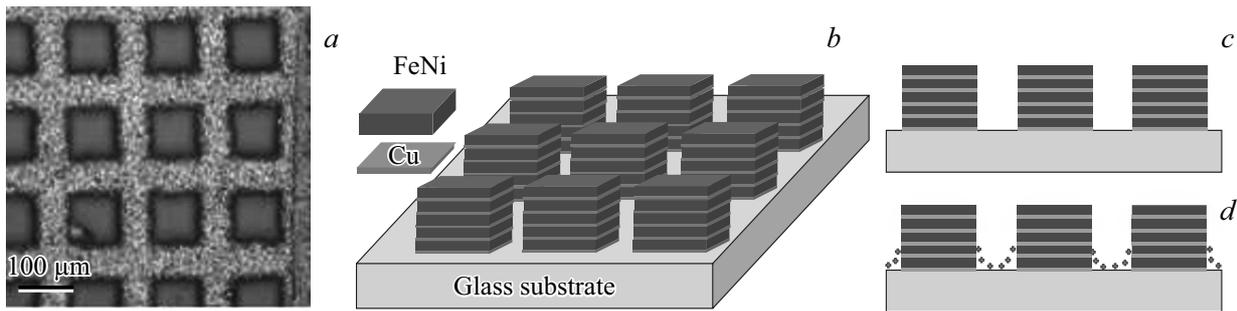
В работе [9] было теоретически предсказано, что создание несимметричных МИ пленочных структур в виде традиционной многослойной конфигурации  $[\text{Cu}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(100 \text{ nm})]_5/\text{Cu}(500 \text{ nm})$  и ансамбля многослойных пленочных микроэлементов с периодической структурой в качестве верхнего магнитного слоя над медным центральным слоем позволит увеличить чувствительность МИ (подразумевается изменение модуля МИ соотношения без учета сдвига фазы) по отношению

к внешнему магнитному полю. При этом, в качестве верхнего магнитного слоя предлагалось использовать ансамбль многослойных пленочных микроэлементов с той же периодической структурой, что и структура нижнего слоя при ориентации прямоугольных микроэлементов вдоль короткой стороны основной МИ структуры. Дополнительно следует отметить, что периодическая структура верхнего слоя увеличивает эффективную площадь поверхности элемента, что имеет большое значение для осуществления процесса функционализации поверхности в сфере магнитного биодетектирования [9]. Таким образом, поиск оптимальной периодической структуры верхнего магнитного слоя МИ элементов и создание стабильной технологии получения таких структур является важной задачей.

В настоящей работе был предложен способ получения ансамблей квадратных многослойных пленочных микроэлементов с периодической структурой на основе компонент Cu/FeNi, получены примеры таких материалов, а также исследованы особенности их геометрии, структура и магнитные свойства, включая особенности доменной структуры).

### 2. Методики измерений и образцы

Ансамбли квадратных многослойных пленочных микроэлементов были получены на стеклянных подложках



**Рис. 1.** Фотография сетки для электронной микроскопии, использованной в качестве маски для получения планарных ансамблей многослойных пленочных микроэлементов (оптическая микроскопия) (a); схематическое изображение идеального планарного ансамбля многослойных пленочных микроэлементов MPFA (b) — вид сбоку и (c) — фронтальная проекция; схематическое изображение реального планарного ансамбля многослойных пленочных микроэлементов MPFB (d).

Corning толщиной 0.2 mm методом ионно-плазменного распыления сплавной мишени состава  $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ . Использовали следующие рабочие параметры: начальное давление в камере  $1.0 \cdot 10^{-7}$  mbar, рабочее давление аргона  $3.8 \cdot 10^{-3}$  mbar, технологическое магнитное поле напряженностью 250 Oe было приложено в плоскости образцов во время их получения для создания наведенной одноосной магнитной анизотропии.

Пленочные образцы трех типов (общая площадь каждого типа не менее  $(7 \times 7 \text{ mm})$ ) были получены и исследованы. Контрольные образцы представляли собой сплошную многослойную пленочную структуру  $[\text{Cu}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(100 \text{ nm})]_5$ , данный тип образцов в дальнейшем будет обозначаться как MF. Ансамбли квадратных многослойных пленочных элементов  $[\text{Cu}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(100 \text{ nm})]_5$ , были осаждены на подложки с использованием медной сетки для электронной микроскопии в качестве маски (размер квадратных ячеек был около  $70 \mu\text{m}$ , а расстояние между ними — около  $30 \mu\text{m}$  (рис. 1, a)). Внешнее технологическое магнитное поле прикладывалось вдоль одной из сторон медной сетки. Закрепление медной сетки на различном расстоянии между маской и подложкой позволяло получать ансамбли различного типа. Ансамбли микроэлементов, преимущественно не соприкасающихся друг с другом, в дальнейшем будут обозначаться как MPFA, ансамбли микроэлементов, большинство из которых соприкасалось друг с другом в основании (на поверхности подложки) — как MPFB. На рис. 1, b–c приведено схематическое изображение идеального планарного ансамбля многослойных пленочных микроэлементов MPFA, а также схема реального планарного ансамбля микроэлементов с указанием зон возможных отклонений геометрии: округление формы вблизи острых углов, возможное осаждение материала в зонах затенения. Кроме того, возможно некоторое уменьшение толщины всех слоев многослойной структуры.

Особенности структуры были исследованы методом рентгенофазового анализа с использованием автоматического диффрактометра Philips X'pert PRO (рабочие

параметры 40 kV и 40 mA) в конфигурации тета-2тета с использованием вторичного монохроматора и излучения  $\text{Cu}-K\alpha$  (длина волны составила  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ).

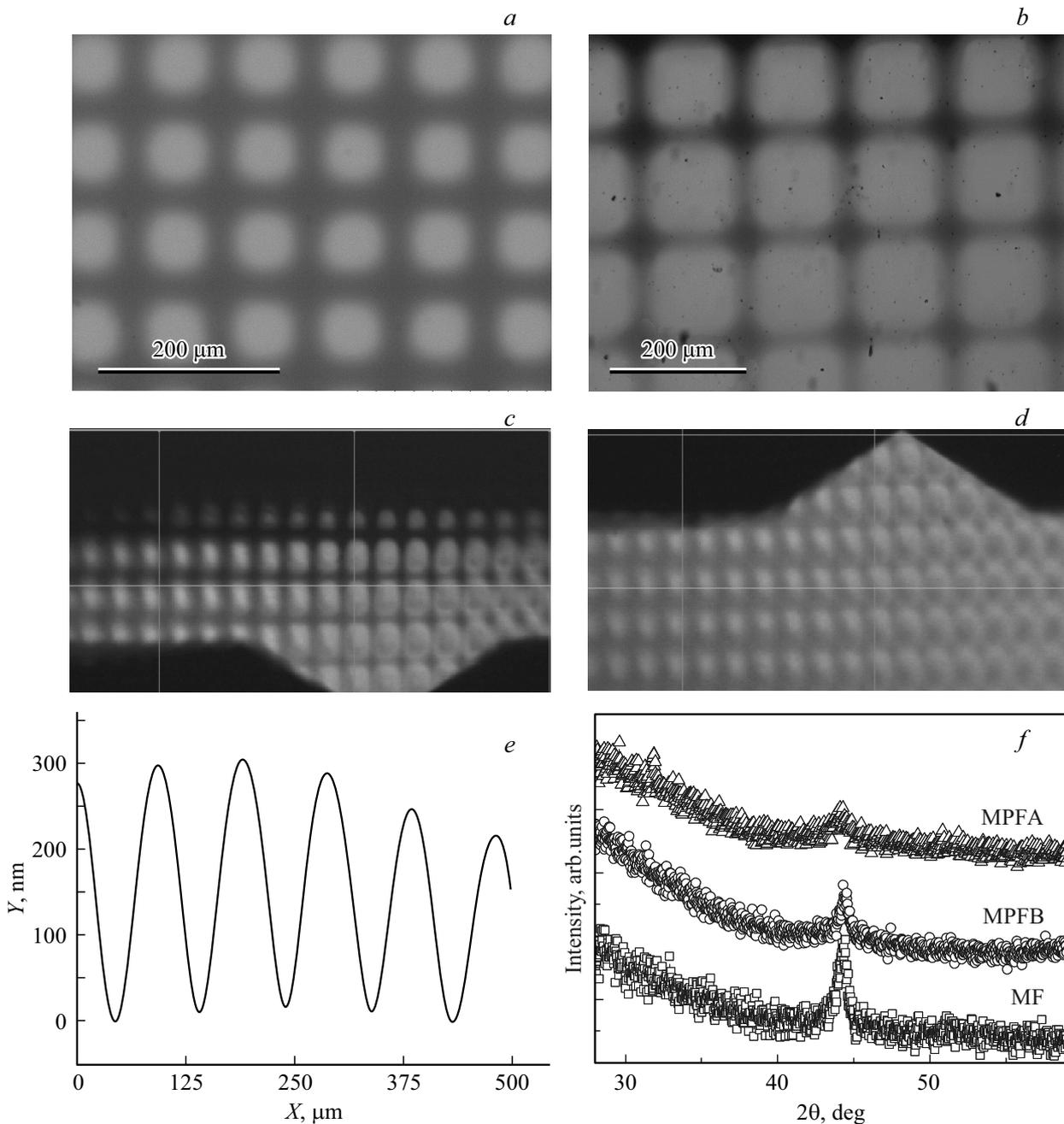
Магнитные свойства (локальные петли магнитного гистерезиса, т.е. зависимость намагниченности от величины приложенного внешнего магнитного поля  $M(H)$ , и особенности магнитной доменной структуры) были исследованы с помощью магнитооптического Керр-микроскопа Evico magnetics GmbH при комнатной температуре в диапазоне внешнего магнитного поля от  $-100$  Oe до 100 Oe.

### 3. Результаты и обсуждение

#### 3.1. Особенности геометрии поверхностного слоя и структуры

На рис. 2 представлены результаты структурных исследований полученных образцов. Анализ средних размеров микроэлементов с помощью оптической и электронной микроскопии показал, что размер элементов MPFA типа близок к  $70 \pm 10 \mu\text{m}$ , т.е. к размеру прорезей маски. В случае MPFB элементов средний размер превышает  $100 \mu\text{m}$ . При этом, мы столкнулись с большими сложностями определения точной геометрии латеральных сторон элементов, т.к. при высоте порядка 500 nm и близком расположении соседних элементов возникают как проблемы с глубиной резкости изображения, так и рассеяния света и электронного пучка соседними элементами. Тем не менее, хорошо видно (рис. 2, a–b), что получаются ансамбли микроэлементов близкой к квадратной формы со скругленными углами.

Данные профилометрии также подтверждают факт, что действительно удалось получить два типа ансамблей пространственно разделенных микроэлементов и микроэлементов, соприкасающихся друг с другом в основании. Хотя по данным профилометрии высота отдельных микроэлементов варьировалась в диапазоне от 100 до 300 nm в зависимости от расстояния между маской и подложкой, данные об общей толщине каж-



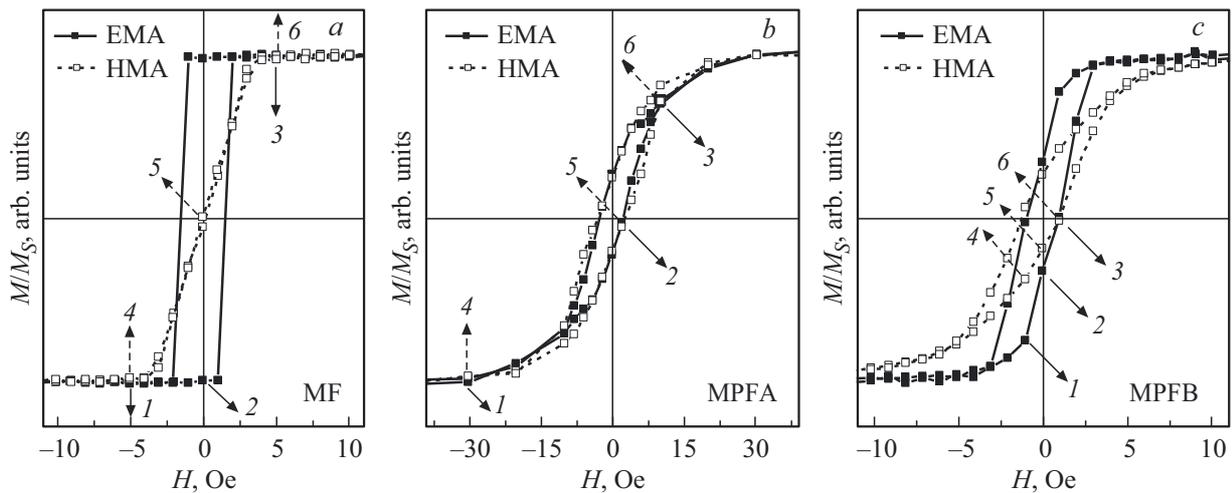
**Рис. 2.** Особенности геометрии ансамблей периодических элементов на основе компонент Cu/FeNi: растровая электронная микроскопия, ансамбль MPFB (a) оптическая микроскопия, ансамбль типа MPFA (b). Пример профиля стилусного профилометра, ансамбль типа MPFA (c) и MPFB (d–e). Результаты рентгенофазового анализа сплошной многослойной структуры MF и ансамблей многослойных элементов MPFA и MPFB (f).

дого элемента ансамбля следует считать качественной оценкой, т.к. разрешение в данной геометрии ограничено и погрешность определения высоты пика может составлять до 100 nm. Тем не менее, вывод о том, что общая толщина микроэлемента при осаждении через маску оказывается меньше, чем толщина контрольной многослойной структуры соответствует ожиданию.

Рентгеновские спектры сплошной структуры MF содержат пик (111) FeNi, что соответствует ГЦК решет-

ке. Расчет по формуле Шеррера [10] позволяет оценить средний размер кристаллитов, который составлял  $15 \pm 3$  nm. Однако Cu пики в спектре наблюдать не удалось, т.к. толщина прослоек очень мала (6 nm), и, следовательно, общий объем материала, участвующего в РФА анализе недостаточен для получения интенсивных пиков.

Размер зерна FeNi в ансамблях периодических элементов оказывается несколько меньше по сравнению



**Рис. 3.** Петли магнитного гистерезиса: (а) — многослойная сплошная структура MF; (б) — многослойная периодическая структура разделенных элементов MPFA; (с) — многослойная периодическая структура элементов MPFB. Цифрами отмечены магнитные поля, в которых получены фотографии магнитных доменов на рис. 4, 5 и 6. ЕМА — ось легкого намагничивания, НМА — ось трудного намагничивания.

с FeNi в сплошном пленочном элементе и составляет порядка  $8 \pm 3$  nm. Этот факт может указывать на то, что толщина слоев FeNi в ансамблях элементов несколько меньше, по крайней мере в зонах затенения вблизи подложки. Дополнительно отметим, что ранее с уменьшением толщины FeNi факт уменьшения размера зерна при толщине близких к 20 nm наблюдался неоднократно [11–13].

### 3.2. Магнитные свойства

Контрольный образец в виде многослойной сплошной структуры MF на основе компонент Cu/FeNi имеет четко выраженную одноосную эффективную магнитную анизотропию с осью легкого намагничивания (ЕМА), ориентированной в направлении внешнего технологического поля, приложенного во время получения образцов. Перемагничивание вдоль ЕМА происходит за счет смещения доменных границ (рис. 3, а), коэрцитивная сила ( $H_c$ ) составляет примерно 1.5 Oe. При перемагничивании вдоль оси трудного намагничивания (НМА) процесс перемагничивания близок к чистому вращению магнитных моментов.

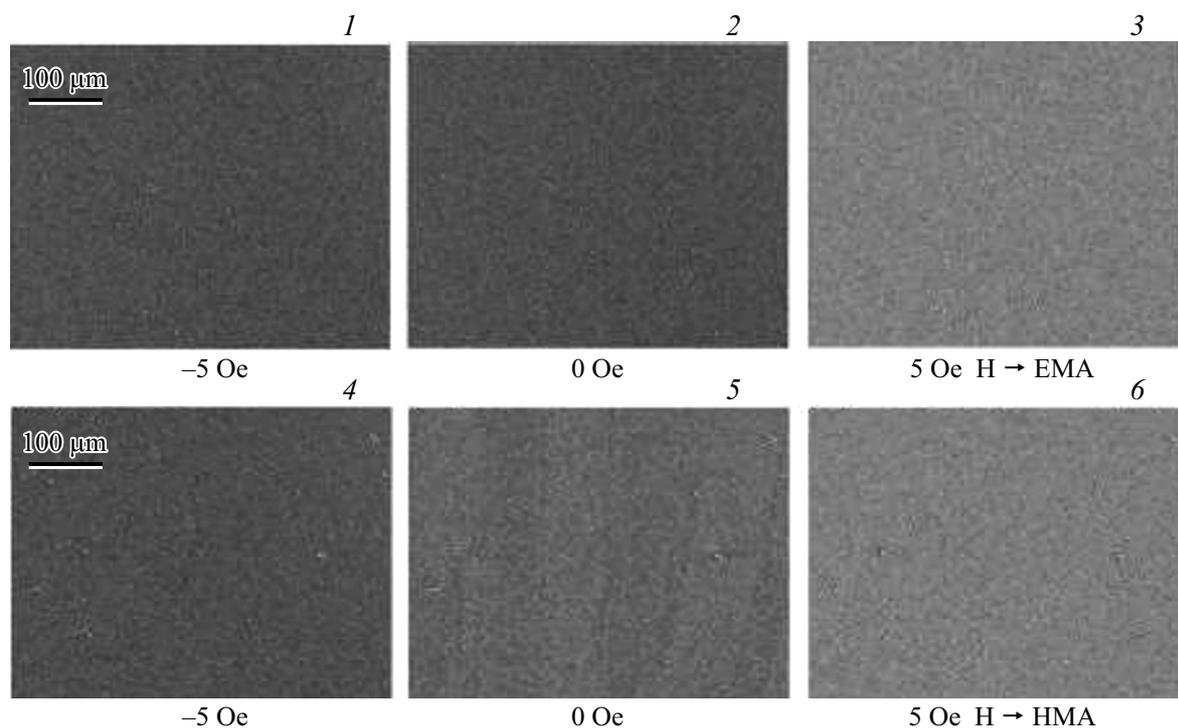
Процессы перемагничивания образца MPFA (с пространственным разделением микроэлементов ансамбля (рис. 3, б) существенно отличаются от процессов перемагничивания многослойной структуры MF. Во-первых, при приложении магнитного поля вдоль направлений, соответствующих сторонам квадратных элементов петли магнитного гистерезиса становятся очень близки по всем параметрам — отсутствует магнитная анизотропия. Во-вторых, усложняется форма петли гистерезиса, которая становится S-образной, с выраженным гистерезисом ( $H_c \approx 3$  Oe) и полем магнитного насыщения выше 30 Oe. При такой форме петли гистерезиса перемагничивание

должно осуществляться сложным образом при вовлечении как процессов вращения магнитных моментов, так и смещения доменных границ.

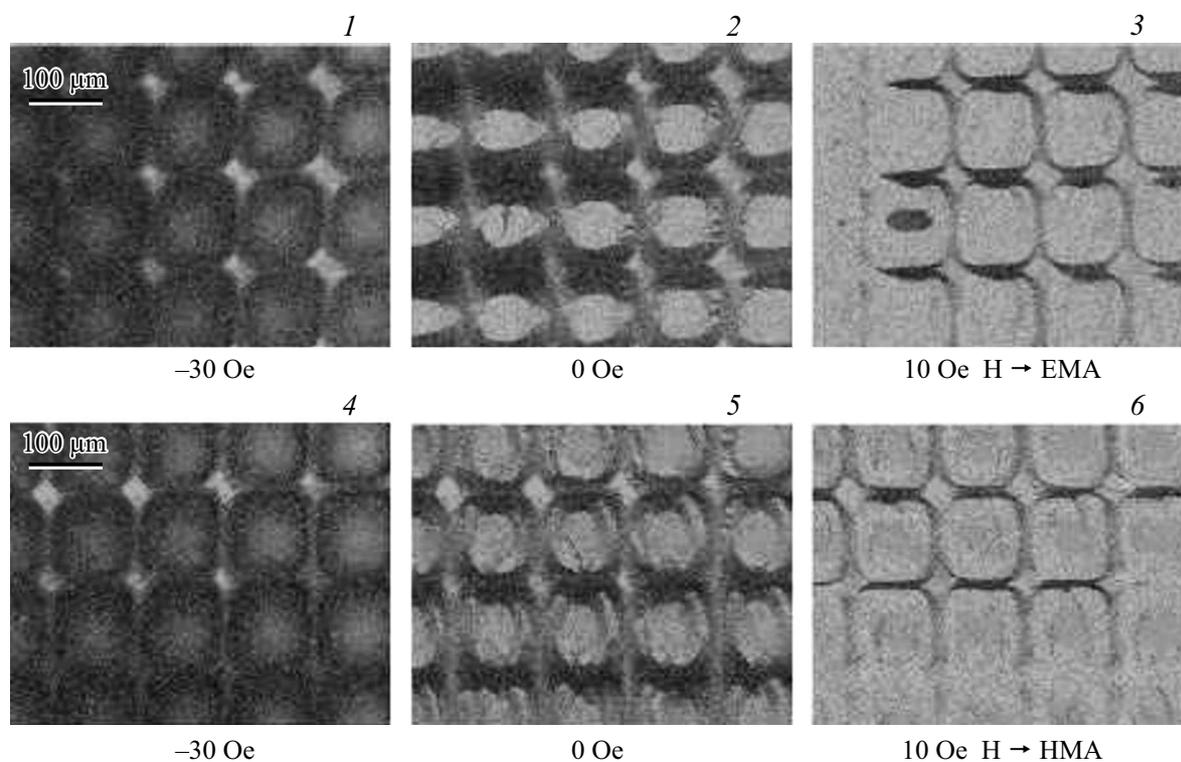
Особенности эффективной магнитной анизотропии и доминирующие процессы перемагничивания образца MPFB (без пространственного разделения микроэлементов ансамбля (рис. 3, с) отличаются как от случая MF, так и от MPFA. Образец MPFB характеризуется наличием эффективной магнитной анизотропии смешанного типа (петли магнитного гистерезиса, измеренные в плоскости ансамбля элементов в направлении ранее прикладываемого технологического поля и поперек ему имеют различные основные характеристики). Величина коэрцитивной силы в обоих случаях составляет примерно 1.5 Oe. Форма петли магнитного гистерезиса, измеренной в направлении ранее прикладываемого технологического поля, слегка наклонная, но достаточно прямоугольная при быстром насыщении в поле около 4 Oe. Перемагничивание вдоль данной оси происходит преимущественно за счет процессов смещения доменных границ (рис. 3, с). Форма петли магнитного гистерезиса, измеренной в перпендикулярном направлении, приближается к S-образной, но характеризуется выраженным гистерезисом и полем магнитного насыщения выше 10 Oe. При такой форме петли гистерезиса процессы вращения магнитных моментов должны иметь значительный вклад, хотя вполне вероятны и смещения доменных границ, и процессы необратимого вращения (рис. 3, с).

На рис. 4 приведены характерные особенности магнитной доменной структуры ансамбля элементов типа MF.

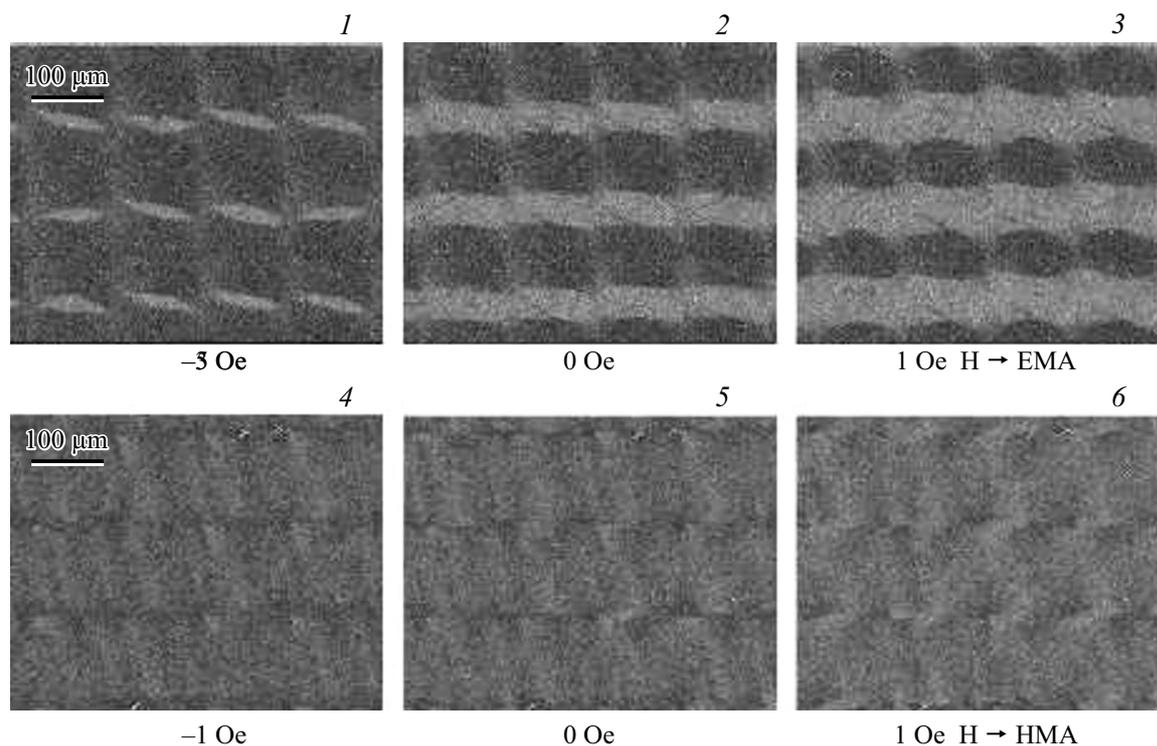
Хорошо видно, что магнитная структура является однородной. Как и следовало ожидать, перемагничивание вдоль ЕМА проходит путем смещения доменных границ,



**Рис. 4.** Магнитная доменная структура сплошной многослойной структуры (MF). Внешние поля, отмеченные цифрами (1–6), выбраны в соответствии с обозначениями на рис. 3, *a*. EMA — ось легкого намагничивания, HMA — ось трудного намагничивания.



**Рис. 5.** Магнитная доменная структура ансамбля периодических элементов типа MPFA. Внешние поля, отмеченные цифрами (1–6), выбраны в соответствии с обозначениями на рис. 3, *b*. EMA — ось легкого намагничивания, HMA — ось трудного намагничивания.



**Рис. 6.** Магнитная доменная структура ансамбля периодических элементов типа MPFB. Внешние поля, отмеченные цифрами (1–6), выбраны в соответствии с обозначениями на рис. 3, с. EMA — ось легкого намагничивания, HMA — ось трудного намагничивания.

а вдоль HMA — путем вращения векторов спонтанной намагниченности.

На рис. 5 приведены характерные особенности магнитной доменной структуры ансамбля элементов типа MPFA.

По фотографиям магнитных доменов видно, что периодическая геометрия элементов задает упорядоченную периодическую магнитную структуру с очень близкими особенностями доменов в каждом отдельном элементе, что характерно для всех рассматриваемых магнитных полей (рис. 5). Границы между отдельными микроэлементами хорошо очерчены как вдоль вертикали, так и по горизонтали. Перемагничивание вдоль EMA проходит путем смещения доменных границ, ориентированных в направлении магнитного поля. При этом, в областях на краях, где происходит разрыв нормальной компоненты вектора спонтанной намагниченности, по-видимому, возникает сложное внутреннее замыкание магнитного потока с формированием магнитной структуры типа вихря. Перемагничивание перпендикулярно EMA имеет сложный характер и проходит как путем вращения намагниченности, так и путем смещения доменных границ. Однако, в нулевом поле достоверно наблюдаются циркулярные области, в которых магнитная анизотропия и анизотропия формы примерно компенсируют друг друга.

На рис. 6 приведены характерные особенности магнитной доменной структуры ансамбля элементов типа MPFB.

По фотографиям доменов видно, что приложение внешнего поля вдоль EMA задает упорядоченную периодическую магнитную структуру в виде вертикальной полосовой структуры с шириной близкой к ширине осажденных элементов. Границы между столбцами отдельных микроэлементов демонстрируют магнитную структуру без заметных особенностей в вертикальных областях между осажденными элементами. Однако соседние микроэлементы в каждом столбце при перемагничивании вдоль EMA оказываются разделенными продольными доменами, длина которых близка к длине элементов, а намагниченность ориентирована под небольшим углом к EMA. Дальнейшее увеличение внешнего поля вдоль EMA приводит к возникновению продольных доменов, длина которых близка к длине элементов, а намагниченность ориентирована под небольшим углом к EMA, но противоположного знака. Приложение внешнего поля вдоль HMA задает упорядоченную периодическую магнитную структуру в виде горизонтальных полос с шириной близкой к высоте осажденных элементов. Перемагничивание проходит путем вращения векторов спонтанной намагниченности.

Следует отметить, что для более полного понимания процессов перемагничивания полученных 3D магнитных текстур необходимы дополнительные исследования, в том числе и с привлечением микромагнитного моделирования. Как отмечалось ранее, использование ансамбля многослойных пленочных микроэлементов с той же

периодической структурой, что и структура нижнего слоя при ориентации прямоугольных микроэлементов вдоль короткой стороны основной МИ структуры может иметь большое значение для приложения в сфере магнитного биодетектирования [9]. Кроме того, получение 3D магнитных микротекстур различного типа [14–15] в последние годы вызывает особый интерес.

#### 4. Заключение

В настоящей работе были получены и исследованы структура и магнитные свойства ансамблей многослойных пленок типа  $[\text{Cu}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(100 \text{ nm})]_5$  и ансамблей многослойных периодических квадратных микроэлементов на их основе. В зависимости от расстояния между маской и подложкой получены структуры разного типа: ансамбль разделенных между собой квадратных элементов или ансамбль квадратных элементов, нижние части граней которых сливаются в зонах затенения. Периодические структуры ансамблей микроэлементов задают упорядоченные магнитные структуры, особенности перемагничивания которых были сравнительно проанализированы.

#### Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, проект № FEUZ 2020-0051. Частично эта работа была поддержана финансированием Исследовательской группы GMMM Университета Страны Басков. Отдельные исследования были проведены в SPEAKER services UPV-EHU. Авторы благодарят доктора Айтона Ларранагу за особую поддержку.

#### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

#### Список литературы

- [1] T. Shinjo, T. Okuno, R. Hassdorf, K. Shigeto, T. Ono. *Science* **289**, 5481, 930 (2000).
- [2] J.A. Johnson, M. Grimsditch. *Appl. Phys. Lett.* **77**, 26, 4410 (2000).
- [3] D. Doblaz, L.M. Moreno-Ramírez, V. Franco, A. Conde, A.V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya. *Mater. Des.* **114**, 214 (2017).
- [4] С.А. Никитов, Д.В. Калябин, И.В. Лисенков, А.Н. Славин, Ю.Н. Барабаненков, С.А. Осокин, А.В. Садовников, Е.Н. Бегинин, М.А. Морозова, Ю.П. Шарасевский, Ю.А. Филимонов, Ю.В. Хивинцев, С.Л. Высоцкий, В.К. Сахаров, Е.С. Павлов. *УФН* **185**, 1099 (2015).
- [5] N.A. Buznikov, A.P. Safronov, I. Orue, E.V. Golubeva, V.N. Lepalovskij, A.V. Svalov, A.A. Chlenova, G.V. Kurlyandskaya. *Biosens. Bioelectron.* **117**, 366 (2018).
- [6] Н.А. Бузников, А. В. Свалов, Г. В. Курляндская. *Физика металлов и металловедение* **122**, 3, 241 (2021) [N.A. Buznikov, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya. *Phys. Met. Metallogr.* **122**, 223 (2021).]
- [7] M.A. Corrêa, F. Bohn, C. Chesman, R.B. da Silva, A.D.C. Viegas, R.L. Sommer. *J. Phys. D* **43**, 295004 (2010).
- [8] В.О. Васильковский, П.А. Савин, С.О. Волчков, В.Н. Лепаловский, Д.А. Букреев, А.А. Бучкевич. *ЖТФ* **83**, 1, 110 (2013).
- [9] Н.А. Бузников, Г.В. Курляндская. *Физика металлов и металловедение* **122**, 8, 809 (2021) [N.A. Buznikov, G.V. Kurlyandskaya, *Phys. Met. Metallogr.* **122**, 8, 755 (2021).]
- [10] М.Л. Лобанов, А.С. Юровских, Н.И. Кардолина, Г.М. Русаков. *Методы исследования текстур в материалах*. Изд-во Урал. ун-та, Екатеринбург (2014). 115 с.
- [11] M.A. Akhter, D.J. Mapps, Y.Q. Ma Tan. *J. Appl. Phys.* **81**, 8, 4122 (1997).
- [12] N.V. Alzola, G.V. Kurlyandskaya, A. Larranaga, A.V. Svalov. *IEEE Transact. Magn.* **48**, 4, 1605 (2012).
- [13] R. López Antón, J.A. González, J.P. Andrés, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya. *Nanomater.* **8**, 10, 780 (2018).
- [14] C. Donnelly, M. Guizar-Sicairos, V. Scagnoli, S. Gliga, M. Holler, J. Raabe, L.J. Heyderman. *Nature* **547**, 7663, 328 (2017).
- [15] A. Fernández-Pacheco, R. Streubel, O. Fruchart, R. Hertel, P. Fischer, R.P. Cowburn. *Nature Commun.*, **8**, 15756 (2017).

Редактор Ю.Э. Кутаев