

На правах рукописи

Уткин Александр Андреевич

**Состав, структура и температурные, полевые зависимости проводящих,  
магнитных свойств метал-диэлектрических композитных плёнок**

1.3.8. Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук

Сыктывкар, 2023

Работа выполнена на кафедре радиофизики и электроники ФГБОУ ВО «Сыктывкарский государственный университет имени Питирима Сорокина».

**Научный руководитель:** доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой радиофизики и электроники Котов Леонид Нафанаилович.

**Официальные оппоненты:**

**Коледов Виктор Викторович**, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г. Москва;

**Абдулвахидов Камалудин Гаджиевич**, доктор физико-математических наук, доцент, главный научный сотрудник Международного исследовательского института интеллектуальных материалов Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования "Южный Федеральный университет", г. Ростов-на-Дону.

**Ведущая организация:** Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Воронежский государственный технический университет". г. Воронеж.

Защита состоится 1 марта 2024 г. в 16 ч. 00 мин. на заседании диссертационного совета 24.2.431.01 при Челябинском государственном университете по адресу: 454001, г. Челябинск, ул. Братьев Кашириных, 129, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Челябинского государственного университета.

Автореферат диссертации разослан \_\_\_\_\_ 2024 года

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
доктор физ.-мат. наук, доцент

Загребин М.А.

## Общая характеристика работы

**Актуальность темы.** Физика композиционных наноструктурных материалов является сегодня быстро развивающейся научной областью. Перспективными материалами для новых исследований в области СВЧ магнитоэлектроники являются гетерогенные структуры – тонкие композитные плёнки, состоящие из металлических и диэлектрических областей. Интерес для исследований представляют собой электрические и магнитные свойства таких плёнок, а в связи с ними – исследование микро- и наноструктуры этих плёнок, и их размерных эффектов. Особый интерес представляют собой исследования наногранулированных композитов с аморфной металлической фазой в контексте их сравнения с уже известными фундаментальными механизмами электропереноса, присущими наногранулированным композитам с кристаллическими металлическими гранулами. Знание магнитных и электрических свойств тонких композитных плёнок необходимо также для понимания вклада в эти свойства нано- и микроструктуры композитных плёнок и объяснения механизмов отражения, поглощения электромагнитных волн. Особая привлекательность исследований композитов заключается в возможности создания материалов с уникальными свойствами, такими как, сильное изменение электрических и магнитных свойств под действием ультракоротких импульсов электрических и магнитных полей. Экспериментальные исследования и моделирование структурных параметров, химического состава композитных пленок, поиск связи материальных параметров (толщина плёнок, размер гранул) с магнитными и электрическими свойствами, позволят в будущем оптимизировать процессы промышленного синтеза подобных материалов для конкретных практических применений. Перечисленные свойства композитных плёнок, а также их большая устойчивость к коррозии и к окислению, может открыть новые возможности их применения в различных областях, таких как электроника, энергетика, сенсорика и каталитические процессы. Для получения полной картины о физических свойствах и процессах, сопровождающих синтез таких

композитов, важно исследовать параметры их образования и механизмы релаксации, происходящие в ходе синтеза этих плёнок.

**Целью работы** являлось установление закономерностей магнитных, проводящих, магнито-проводящих и ферромагнитных резонансных свойств и их связей с составом, микро- и наноструктурой композитных металл-диэлектрических плёнок. Для достижения поставленной цели надо было решить **следующие задачи:**

1. Определение составов и толщин композитных метал-диэлектрических плёнок шести серий с различными концентрациями металлического сплава.
2. Получить изображения рельефа и магнито-фазового контраста композитных плёнок на лавсановой подложке следующих составов:  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2)$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$ ,  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ .
3. Провести измерения температурных зависимостей магнитных и проводящих свойств и рассчитать температурные зависимости магнитной проводимости для композитных плёнок  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2)$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$  в интервале температур 2 - 400 К и в интервале магнитных полей 0 - 5 Тл.
4. Провести измерения магнито-полевых спектров и рассчитать концентрационные и угловые зависимости параметров (ширины и положения линии) ферромагнитного резонанса (ФМР) композитных плёнок, содержащих различные металлические сплавы  $\text{CoFeV}$ ,  $\text{CoTaNb}$ ,  $\text{CoFeZr}$  и диэлектрики  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{ZrO}$ .

#### **Основные положения, выносимые на защиту**

1. Изображения рельефа и магнито-фазового контраста металл-диэлектрических композитных плёнок трёх серий с составами  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2)$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$ ,  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ . При малых концентрациях металлического сплава  $x = 0.23 - 0.33$  композитные плёнки имеют гранулированную микроструктуру с размерами гранул 20 - 50 нм. Для средних концентраций  $x = 0.4 - 0.7$  плёнкам свойственна

гранулярно-перколяционная микроструктура. Для больших концентраций  $x = 0.75 - 0.88$  композитные плёнки имеют перколяционную микроструктуру.

2. Температурные зависимости намагниченности и удельной проводимости композитных плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ), ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) с концентрациями металлического сплава  $x = 0.33 - 0.7$  в интервале температур 2 - 400 К и в интервале магнитных полей 0 - 5 Тл. Для композитных плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ), находящихся в магнитном поле 5 Тл, наблюдается монотонное уменьшение намагниченности с ростом температуры от 2 до 400 К. Наибольшее значение намагниченности наблюдается для плёнок с максимальной  $x = 0.52$ , а наименьшее значение - для плёнок с минимальной  $x = 0.33$ . Для плёнок этой серии наблюдается линейное увеличение удельной проводимости с ростом температуры от 80 до 400 К. Это свидетельствует о том, что композитные плёнки в этом интервале температур обладают полупроводниковым характером проводимости.
3. Для плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) при концентрации  $x = 0.46$ , для которых характерна гранулированная структура, наблюдается положительная магнитная проводимость в интервале температур 100 - 400 К, которая достигает 120 % при температуре  $T = 220$  К. Для плёнок с  $x = 0.52$ , для которой преобладает перколяционная структура в интервале температур 100 - 400 К наблюдается отрицательная магнитная проводимость, которая достигает 20 % при  $T = 320$  К. Для плёнок с другими концентрациями, имеющих гранулярно-перколяционную структуру, характерны малые значения магнитной проводимости до 5 %, а их температурное поведение в интервале 2 - 300 К имеет не монотонный характер.
4. Экспериментальные и теоретические функциональные зависимости параметров (положения (резонансного поля) и ширины линии) ферромагнитного резонанса (ФМР) от концентрации металлического

сплава  $x$  композитных плёнок с составами  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{MgO})$ . В теоретических формулах параметры ФМР выражены через внутренний коэффициент размагничивания метал-диэлектрической плёнки, который находится через концентрацию  $x$  и пористость плёнки.

5. Концентрационные зависимости параметров ФМР при углах из интервала  $0 - 90^\circ$  между направлением постоянного магнитного поля и плоскостью плёнки при  $T = 300 \text{ K}$ . Угловые зависимости в интервале концентраций  $0.25 - 0.88$  для композитных плёнок с составами:  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ ,  $(\text{CoTaNb}+\text{SiO}_2)$ . Параметры ФМР в большей степени определяются типом микроструктуры плёнок, среди которых можно выделить: гранулированную, перколяционную, гранулярно-перколяционную микроструктуры.

#### **Научная новизна работы**

1. Впервые микроструктура композитных плёнок разделена на следующие основные типы: гранулярная, гранулярно-перколяционная и перколяционная микроструктуры. Определены интервалы составов плёнок, для которых характерны эти микроструктуры на примере плёнок с составами  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2)$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$ ,  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ .
2. Получены температурные зависимости намагниченности и удельной проводимости композитных плёнок  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2)$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$  в интервале температур  $2 - 400 \text{ K}$  и в интервале магнитных полей  $0 - 5 \text{ Тл}$ . Результаты этих исследований являются новыми и уникальными, поскольку получены на современном научном оборудовании мирового уровня.
3. Для композитных плёнок  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$  при концентрации  $x = 0.46$ , для которых характерна гранулированная структура, выявлена большая по величине положительная магнитная проводимость в интервале температур  $100 - 400 \text{ K}$ , которая достигает  $120 \%$  при температуре  $T = 220 \text{ K}$ .

4. Получены экспериментальные и теоретические функциональные зависимости параметров (положения (резонансного поля) и ширины линии) ферромагнитного резонанса (ФМР) от концентрации металлического сплава  $x$  композитных плёнок с составами  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ ,  $(\text{CoFeV}+\text{MgO})$ .
5. Впервые получены угловые зависимости в интервале концентраций 0.25 - 0.88 для композитных плёнок  $(\text{CoTaNb}+\text{MgO})$ ,  $(\text{CoTaNb}+\text{SiO}_2)$ . Концентрационные зависимости параметров ФМР при углах из интервала  $0 - 90^\circ$  между направлением постоянного магнитного поля и плоскостью плёнки при  $T = 300 \text{ K}$ . Показано, что параметры ФМР в большей степени определяются типом микроструктуры плёнок, среди которых можно выделить: гранулированную, перколяционную, гранулярно-перколяционную микроструктуры.

#### **Практическая значимость исследования**

1. Разработана методика измерений химического состава и толщины композитных плёнок. На основе разработанной методики измерений толщины композитных плёнок подана заявка на патент.
2. Обнаружена большая по величине положительная магнитная проводимость, достигающая 120 % в композитных плёнках  $(\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2)$ , что позволяет создавать на основе композитных плёнок различные СВЧ переключающие устройства.
3. Выявлена функциональная связь параметров ФМР с микроструктурой плёнок, которая позволит предсказывать микроструктуру композитных плёнок на основании измерений спектров ФМР.

**Достоверность**, представленных в диссертации результатов, подтверждается их воспроизводимостью, надёжностью применённых методов исследования и обработки данных, а также использованием установок и оборудования мирового уровня в научном центре СПбГУ. Полученные результаты были признаны научной общественностью при обсуждениях на

специализированных конференциях и опубликованы в рецензируемых научных журналах.

**Личный вклад автора** состоит в разработке методик и проведение экспериментов по определению химического состава, толщины плёнок и по исследованию композитных плёнок методом ферромагнитного резонанса (ФМР). Сделаны расчёты температурных зависимостей магнитной проводимости, концентрационных и угловых зависимостей характеристик ФМР. Автором были выполнена обработка экспериментальных результатов измерений температурных зависимостей магнитных и проводящих характеристик композитным плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ), ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ), выполненных в ресурсном центре научного парка СПбГУ. Был сделан анализ, проведено обсуждение результатов и оформления их в виде научных публикаций.

**Апробация работы.** Основные результаты работы и защищаемые положения диссертационной работы были доложены на конференциях: VIII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» (Казань, 2022); International Conference «Functional Materials», ICFM (Симферополь, 2021, 2013); XXIV международная конференция «Новое в магнетизме и в магнитных материалах» (Москва, 2021); Международная конференция «Фазовые переходы, критические и нелинейные явления в конденсированных средах» (Челябинск, 2015; Махачкала, 2023); II Всероссийская школа-семинар молодых учёных (Махачкала, 2012); XV Всероссийская научная конференция студентов-радиофизиков, (Санкт-Петербург, 2009, 2010); Региональная конференция «Наука молодых - устойчивое развитие» (Сыктывкар, 2022).

**Научные проекты, связанные с диссертацией.** Диссертационная работа выполнялась в рамках гранта РФФИ «Электромагнитные, магнитоакустические свойства плёнок и многослойных структур» (№17-02-01138а, 2015-2017 г.г.); проекта российско-научного фонда РФ «СВЧ магнитоэлектроника композитных пленок и планарных структур». (№ 21-72-20048, 2021-2023 г.г.).

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано 21 научная работа, в том числе: 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК РФ, из них 2 статьи, индексируемых в базе SCOPUS; 6 статей в журналах, индексируемых в базе РИНЦ; 12 тезисов докладов в сборниках материалов конференций.

**Объём и структура работы.** Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и списка цитированной литературы из 123 наименований. Объём диссертации составляет 119 страниц с 54 рисунками и 6 таблицами.

### **Краткое содержание работы**

**Во введении** кратко обоснована актуальность темы, сформулированы цели и задачи диссертации, описана научная и практическая значимость полученных результатов, и сформулированы основные положения, выносимые на защиту кандидатской диссертации.

**Первая глава** представляет собой обзор литературы по теме исследования. Первая глава содержит пять разделов, в каждом разделе описываются различные свойства композитных плёнок. В разделе 1.1 рассматривается влияние элементного химического состава композитных плёнок на их микроструктуру. Показано, что в композитных металл-диэлектрических плёнках возникает фазовое расслоение частиц металла и диэлектрика и создаются различные структурные неоднородности. На примере композита ( $\text{CoTaNb}+\text{SiO}_2$ ) рассмотрены методы синтеза в присутствии активных газов, которые позволяют уменьшать нежелательную магнитную анизотропию, а образование оксидных оболочек на гранулах может способствовать стабилизации структуры композитных материалов. В разделе 1.2 рассмотрены механизмы взаимодействия микро- и нано-гранул с магнитным полем на основе плотности энергии магнитного кристалла. В разделе 1.3 рассмотрены основные механизмы проводимости в композитных металл-диэлектрических плёнках - металлический и неметаллический режим. Дано определение перколяции, рассмотрено взаимодействия частиц с магнитным полем в области перколяции. Раздел 1.4 посвящён описанию

магнитосопротивления и магнитной проводимости. Рассмотрены условия и механизмы возникновения туннельного магниторезистивного эффекта и гигантского магнитосопротивления. В разделе 1.5 описано влияние структуры композитных гранулированных плёнок на спектральные и динамические свойства ферромагнитного резонанса (ФМР). Рассмотрены уравнения, используемые для учета магнитной анизотропии при изучении ФМР-спектров в гранулированных тонких композитных плёнках. Основой для анализа магнито-полевых спектров ФМР является информация о свободной энергии ферромагнетика и уравнение Ландау-Лифшица-Гильберта для вектора намагниченности. Показано, что в монокристаллических образцах может иметь место зависимость ширины линии поглощения от ориентации внешнего магнитного поля по отношению к кристаллографическим осям.

**Во второй главе** приведено описание экспериментального оборудования, методики и техники проведённых экспериментов. Разделы 2.1 и 2.2 посвящены методам сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и рентгеновскому энергодисперсионному анализу (ЭДС). Измерения линейных размеров композитных плёнок проводились на сканирующем электронном микроскопе СЭМ TESCAN MIRA3 LMN с катодом Шоттки, в комбинированном режиме вторичных и обратно отражённых электронов, позволяющем получать изображение с высоким фазовым контрастом. Для исследования химического состава была применена приставка для ЭДС с использованием программного обеспечения AZTEC (Oxford Instruments). Так же в этом разделе описана новая методика измерения толщин плёнок, на которую подана заявка на патент. В разделе 2.3 описан принцип работы атомно-силового микроскопа с использованием метода магнитно-силовой микроскопии (МСМ) для исследования рельефа и магнито-фазового контраста поверхности плёнок. Метод МСМ позволяет получать информацию о однородных участках намагниченности поверхности и их размерах. Изображение рельефа и магнитного фазового контраста поверхности плёнок осуществлялось с помощью атомно-силового микроскопа Интегра Prima (NT-

MDT, Россия) с кантилевером MFM10. В микроскопе регистрировалась разность фаз  $\Delta\phi$ , которая изменялась в зависимости от силы магнитного взаимодействия зонда с поверхностью плёнок. Притяжение и отталкивание зонда к участку поверхности, соответствовало разным знакам  $\Delta\phi$ . Полученная зависимость  $\Delta\phi$  от координат поверхности плёнок преобразовывалась в изображение рельефа или магнитного фазового контраста, отображающем размеры и форму областей с постоянным сдвигом фаз (рис. 1). В разделе 2.4 рассмотрена методика низкотемпературных измерений магнитного момента образцов при помощи СКВИД магнетометра (Superconducting Quantum Interference Device – "сверхпроводящий квантовый интерферометр"). Температурные зависимости намагниченности плёнок были измерены в двух режимах: режим нагрева после предварительного охлаждения образца до 2 К в нулевом внешнем магнитном поле (или режим ННМП) и в процессе последующего охлаждения образца в ненулевом внешнем магнитном поле (или ОМП). Температура плёнок задавалась в интервале 2 - 400 К. Магнитное поле было направлено параллельно поверхности плёнки, а величина индукции поля изменялась в интервале от -5 до 5 Тл. При снятии зависимости магнитного момента от величины приложенного магнитного поля, магнитное

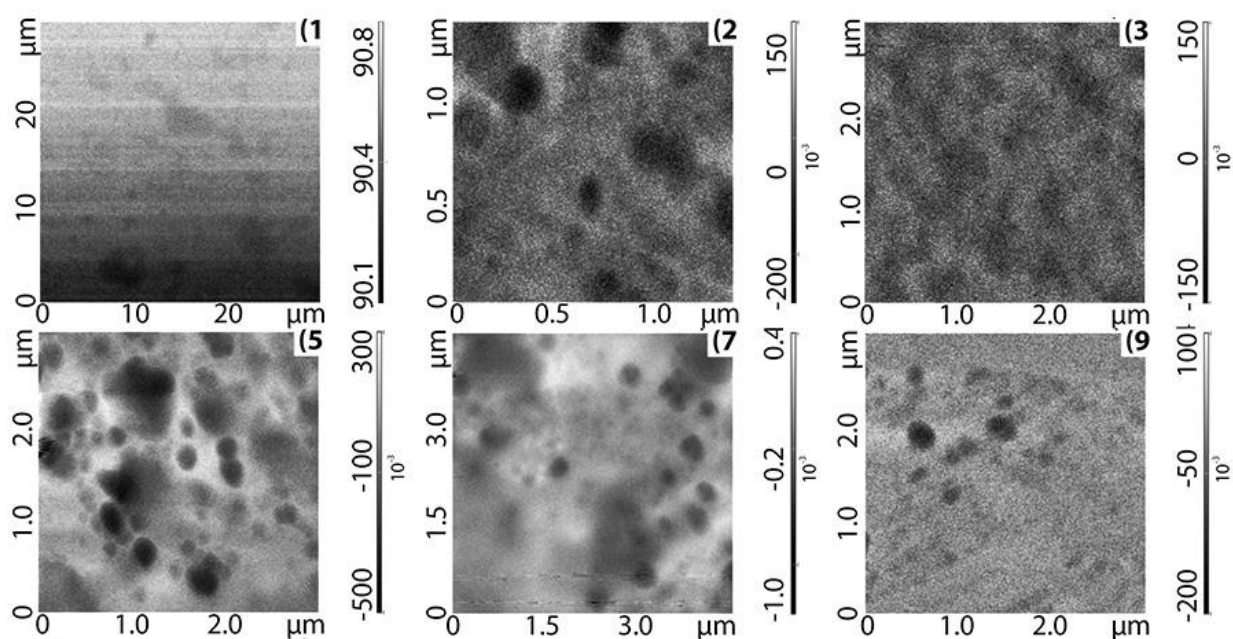


Рис. 1. Изображения магнито-фазового контраста плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ):  
1 -  $x = 0.46$ , 2 - 0.50, 3 - 0.51, 5 - 0.50, 7 - 0.42, 9 - 0.34.

поле вначале увеличивалось от 0 до 5 Тл, а затем уменьшалось до - 5 Тл и далее увеличивалось от - 5 до 5 Тл. Раздел 2.5 посвящён методике и технике низкотемпературных измерений проводимости. Измерения проводились с использованием четырёх контактного метода подключения образцов на измерительном комплексе (ППМС – 9 + EverCool - II), оснащённым сверхпроводящим магнитом с индукцией  $\pm 9$  Тесла, в широком интервале температур от 2 до 400 К. В разделе 2.6 описана методика синтеза композитных плёнок методом ионно-лучевого распыления, их структура, состав и толщины. Напыление осуществлялось на лист полиэтилентерефталата формата А4 размером 297x210 мм<sup>2</sup> методом ионной бомбардировки мишеней в установке, которая представляет собой модернизированный вакуумный напылительный пост УВН-2М. Для экспериментальных исследований было получено шесть серий композитных плёнок: (CoFeB+SiO<sub>2</sub>), (CoFeB+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>), (CoTaNb+MgO/SiO<sub>2</sub>), (CoFeB+MgO), (CoFeZr+ZrO+N<sub>2</sub>). Для двух серий плёнок в качестве рабочего

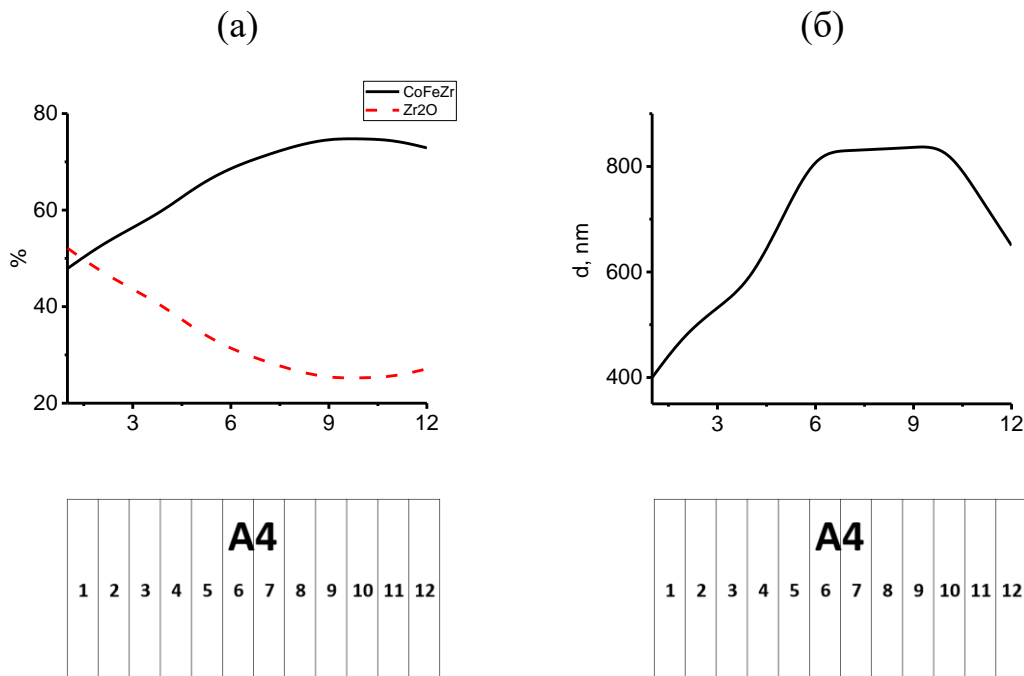


Рис. 2. Зависимости концентрации металлической и диэлектрической фаз (а) и толщины (б) плёнок (CoFeZr+Zr<sub>2</sub>O+N<sub>2</sub>) от номера полоски. Снизу показан лавсановый лист формата А4 со слоем композитной плёнки и его деление на полоски.

газа использовался аргон с добавкой газа азота. Пучок ионов аргона выбивал частицы из металлических и диэлектрических мишеней. Полет частиц, выбитых из мишеней в атмосфере азота, приводил к образованию на поверхности частиц тонкого слоя молекул азота. Такая методика напыления позволяла создавать композитные пленки с гранулированной структурой, простирающейся за пределы перколяционной области (рис. 1, 1). В процессе подготовки образцов для исследований лист из полиэтилентерефталата формата А4 с нанесенным слоем композита разрезалась на 10 - 12 полос образцов (рис. 2). Применяется следующая методика напыления плёнок: чем выше номер пленки, тем больше должна быть концентрация металлического сплава. Однако из-того, что при увеличении времени напыления, росла температура металлических и диэлектрических мишеней, поэтому концентрация металлического сплава с ростом номера полосок (плёнок), сначала увеличивалась, а затем уменьшалась (рис. 2, а). Для измерения магнитного момента, электрического сопротивления, параметров ФМР и характеристик магнито-силовой и электронной микроскопии из каждой полосы вырезался небольшой кусочек пленки на лавсановой подложке размером  $5 \times 3 \text{ мм}^2$ .

**В третьей главе** представлены результаты исследований магнитных и проводящих свойств исследуемых композитных плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) от температуры и магнитного поля. В разделе 3.1 описана температурная зависимость намагниченности для плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ). Обнаружена корреляция намагниченности с концентрацией металлического сплава  $x$  с ростом номера плёнок. На рис. 4 приведены графики зависимостей концентрации  $x$ , намагниченности в магнитных полях при 5 мТл и 1 Тл для двух температур 100 и 300 К. В разделе 3.2 приведены зависимости намагниченности от магнитного поля для плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) при двух температурах 2 К и 400 К.

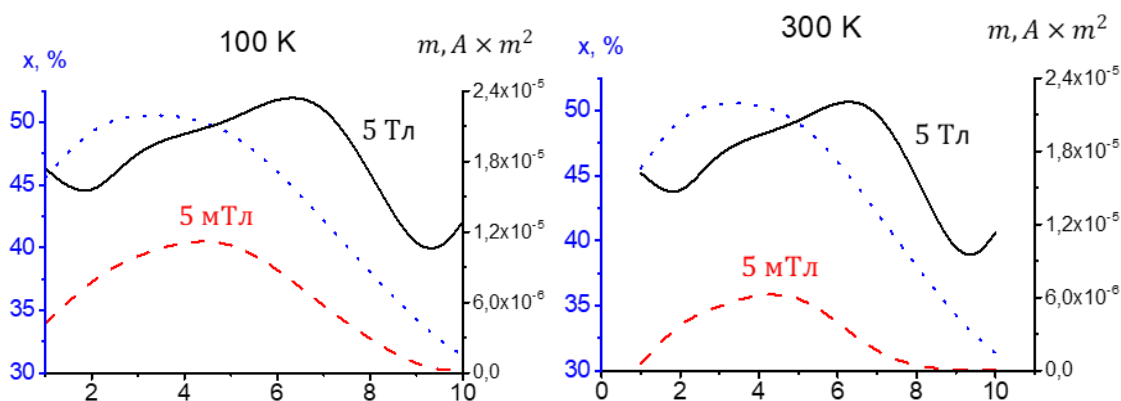


Рис. 3. Зависимости намагниченности и концентрации  $x$  (синяя штриховая кривая) композитных плёнок ( $CoFeB+SiO_2+N_2$ ) в полях 5 мТл и 5 Тл при температурах 100 К (а) и 300 К (б) от номера плёнок. Синяя штрихпунктирная кривая показывает зависимость концентрации металлического сплава  $x$  от номера плёнок при  $T=300$  К.

В разделе 3.3 представлены экспериментальные результаты температурных зависимостей проводимости композитных плёнок ( $CoFeB+SiO_2+N_2$ ) в магнитных полях 0 и 1 Тл (рис. 4). Можно выделить две характерные области на температурной зависимости проводимости 2 -100 К, 100 -400 К.

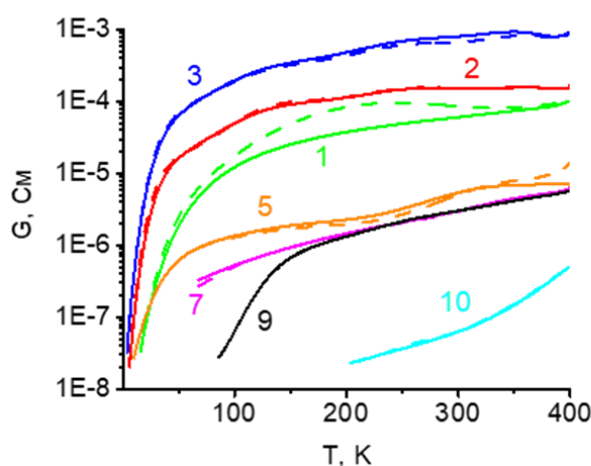


Рис. 4. Зависимость проводимости плёнок ( $CoFeB+SiO_2+N_2$ ) от температуры. Сплошная линия – проводимость без внешнего магнитного поля, пунктирная – проводимость в поле с индукцией 1 Тл. Номер кривых соответствует номеру плёнок на рис. 3.

Первая область характеризуется экспоненциальным ростом, а для второй области наблюдается линейный рост проводимости с температурой. Такое температурное поведение проводимости соответствует полупроводниковому типу этих композитных плёнок. В разделе 3.4 приведены графики относительной магнитной проводимости, которая представляет собой разницу между проводимостью плёнок в магнитном поле с индукцией 1 Тл и проводимостью без воздействия магнитного поля. Обнаружено высокое значение положительной магнитной проводимости в 120 % для плёнки ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) с концентрацией  $x = 0.46$ , которая имеет гранулированную структуру. В то время как плёнки с большими перколяционными областями и при концентрациях  $x > 0.50$  проявляют отрицательную магнитную проводимость до 20 %. В разделе 3.5 приведена температурная зависимость намагниченности для плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) в интервале температур 2 - 400 К. Аналогично плёнкам ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) наблюдается такая же корреляция как на рис.3 между намагниченностью и концентрацией металлического сплава. В разделе 3.6 построены петли гистерезиса для намагниченности плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) от внешнего поля, при температурах 2, 100, 300 и 400 К. Наибольшее значение коэрцитивной силы наблюдается для плёнок с гранулированной структурой при температуре 2 К. С увеличением температуры микроструктура плёнки перестаёт вносить значительный вклад в коэрцитивную силу. В разделе 3.7 описаны графики зависимости проводимости плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2$ ) с концентрациями  $x = 0.45, 0.49$  от температуры в магнитных полях 1 и 5 Тл. Для всех кривых наблюдается монотонный рост, что свидетельствует о полупроводниковом характере проводимости данных плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ). В разделе 3.8 построены температурные зависимости магнитной проводимости плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) с концентрациями 0.45, 0.49, 0.81 в полях 1, 5 и 9 Тл. Обнаружено высокое значение положительной магнитной проводимости в 230 % для композитной плёнки с концентрацией  $x = 0.45$ . В то время как

плёнка с концентрацией  $x = 0.81$  не показывает значительного изменения магнитной проводимости с ростом температуры.

**В четвёртой главе** приведены экспериментальные результаты исследований композитных плёнок методом ферромагнитного резонанса (ФМР). В разделе 4.1 описана методика проведения измерений спектров ФМР на радиоспектрометре РЭ 1306. Сняты магнито-полевые спектры и на их основе построены концентрационные зависимости для шести серий композитных плёнок при температуре 300 К. Показано, что при увеличении концентрации металлического сплава  $x$  значение резонансного поля уменьшается (рис.5). Такое поведение резонансного поля от  $x$  может быть связано с изменением среднего размагничивающего фактора металлических гранул, форма которых изменяется от слабо вытянутой к сильно сплюснутой. Увеличение металлического сплава, начиная с  $x = 0.50$ , приводит к упорядочиванию структуры за счет образования крупных агрегатов, путем слияния мелких гранул, что снижает вклад в ширину линии ФМР случайных полей размагничивания. В разделе 4.2 приведены результаты исследования, направленные на изучение взаимосвязи интенсивности поглощения электромагнитных полей композитной плёнкой в зависимости от угла  $\phi$ , между направлением постоянного магнитного поля и плоскостью плёнки. Угловые зависимости параметров ФМР были получены для двух серий композитных плёнок со столбчатой структурой с разными диэлектриками ( $\text{CoTaNb}+\text{SiO}_2$ ) и ( $\text{CoTaNb}+\text{MgO}$ ). Обнаружено сильное увеличение резонансного поля при углах более  $60^\circ$ , что может быть связано с наличием выделенного направления для ориентаций металлических гранул в композитных плёнках. Кроме того, отмечено постепенное уменьшение ширины линии ФМР при увеличении концентрации металлического сплава  $x$ . В разделе 4.3 приведено сравнение экспериментальных спектров ФМР с расчётными кривыми, полученными на основе уравнений магнитной динамики (рис.5). Для сравнения выбраны композитные плёнки ( $\text{CoTaNb}+\text{MgO}$ ) с колоннообразной структурой гранул и плёнки

(CoFeV+MgO), которые не имеют такую структуру. При переходе через порог перколяции ( $x = 0.45 - 0.55$ ) в пленках с колоннообразной структурой наблюдается резкое увеличение ширины линии ФМР из-за объединения крупных частиц. Плёнки с колоннообразной структурой показывают более резкий перколяционный переход из-за объединения вытянутых частиц и ориентированных перпендикулярно плоскости плёнки (рис.5).

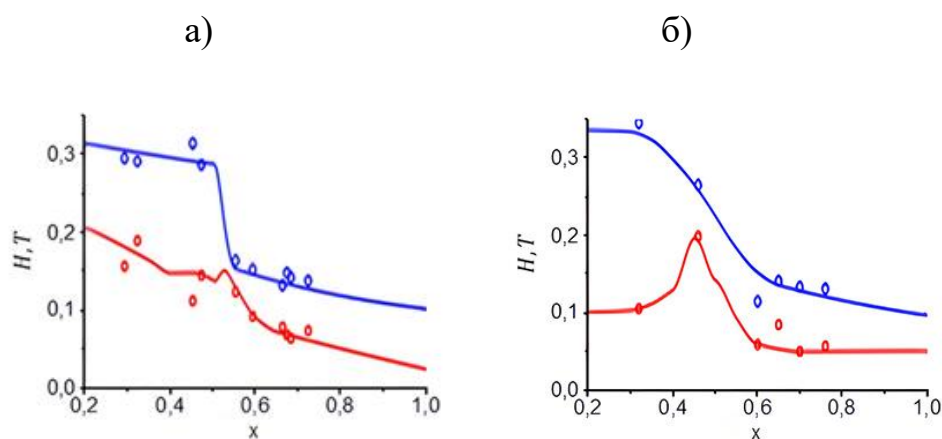


Рис. 5. Экспериментальные и теоретические зависимости резонансного поля  $H_p$  (синяя линия и круги) и ширины линии  $\Delta H$  (красная линия и круги) от объемной доли металла  $x$  для композитных пленок (CoFeV+MgO) (а) и (CoTa Nb+MgO) (б).

**В заключении** приведены основные результаты работы:

1. Получены изображения рельефа и магнито-фазового контраста метал-диэлектрических композитных плёнок трёх серий с составами: (CoFeV+SiO<sub>2</sub>), (CoFeV+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>), (CoTa Nb+MgO). Анализ изображений магнито-фазового контраста показал, что при малых концентрациях металлического сплава  $x = 0.23 - 0.33$  композитные плёнки имеют гранулированную микроструктуру с размерами гранул 20 - 50 нм. Для средних концентраций  $x = 0.4 - 0.7$  плёнкам свойственна гранулярно-перколяционная микроструктура. Для больших концентраций  $x = 0.75 - 0.88$  композитные плёнки имеют перколяционную микроструктуру.

2. Получены температурные зависимости намагниченности и удельной проводимости композитных плёнок (CoFeV+SiO<sub>2</sub>), (CoFeV+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>) с

концентрациями металлического сплава  $x = 0.33 - 0.8$  в интервале температур 2 - 400 К и в интервале магнитных полей 0 - 5 Тл. Для композитных плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ), находящихся в магнитном поле 5 Тл, наблюдается монотонное уменьшение намагниченности с ростом температуры от 2 до 400 К. Наибольшее значение намагниченности наблюдается для плёнок с концентрацией  $x = 0.52$ , а наименьшее значение - для плёнок с концентрацией  $x = 0.33$ . Для плёнок этой серии наблюдается линейное увеличение удельной проводимости с ростом температуры от 80 до 400 К. Это свидетельствует о том, что композитные плёнки ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) в этом интервале температур обладают полупроводниковым характером проводимости.

3. На основе рассчитанных температурных зависимостей магнитной проводимости было выявлено, что для плёнок ( $\text{CoFeB}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) при концентрации  $x = 0.46$ , для которых характерна гранулированная структура, наблюдается положительная магнитная проводимость в интервале температур 100 - 400 К, которая достигает 120 % при температуре  $T = 220$  К. Для плёнок с  $x = 0.52$ , для которой преобладает перколяционная структура, в интервале температур 100 - 400 К наблюдается отрицательная магнитная проводимость, которая достигает 20 % при  $T = 320$  К. Для остальных плёнок этой серии, имеющих гранулярно-перколяционную структуру, характерны малые значения магнитной проводимости до 5 %, а их температурное поведение в интервале 2 - 300 К имеет не монотонный характер.

4. В работе получены экспериментальные и теоретические функциональные зависимости параметров (положения (резонансного поля) и ширины линии) ФМР от концентрации металлического сплава  $x$  композитных плёнок с составами ( $\text{CoFeB}+\text{MgO}$ ), ( $\text{CoTaNb}+\text{MgO}$ ). В теоретических формулах параметры ФМР выражены через внутренний коэффициент размагничивания метал-диэлектрической плёнки, который находится через концентрацию  $x$  и пористость плёнки.

5. Получены концентрационные зависимости параметров ФМР при углах из интервала 0 - 90° между направлением постоянного магнитного поля и

плоскостью плёнки при  $T = 300$  К. Построены угловые зависимости в интервале концентраций 0.25 - 0.88 для композитных плёнок ( $\text{CoTaNb}+\text{SiO}_2$ ), ( $\text{CoTaNb}+\text{MgO}$ ). Параметры ФМР в большей степени определяются типом микроструктуры плёнок, среди которых можно выделить: гранулированную, перколяционную, гранулярно-перколяционную микроструктуры.

### **Авторский список литературы**

#### **Статьи в журналах, рекомендованные ВАК РФ**

1. Котов, Л. Н. Структура и ФМР характеристики магнитных композитных пленок ( $\text{CoFeV}+\text{SiO}_2$ ) / Л. Н. Котов, В. А. Устюгов, В. С. Власов, А. А. Уткин, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников // Известия РАН. Серия физическая. – 2023. – Том. 87, №. 3. – С. 435-439;

Kotov, L. N. Structure and FMR Characteristics of ( $\text{CoFeV} + \text{SiO}_2$ ) Magnetic Composite Films / L. N. Kotov, V. A. Ustyugov, V. S. Vlasov, A. A. Utkin, Yu. E. Kalinin, A. V. Sitnikov // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2023. – Vol. 87, №. 3. – pp. 385-388.

2. Котов, Л. Н. Влияние магнитного поля на СВЧ импеданс композитных пленок ( $\text{FeCoV}+\text{SiO}_2$ ) / Л. Н. Котов, М. П. Ласёк, В. С. Власов, А. А. Уткин, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников, В. В. Темнов // Известия РАН. Серия физическая. – 2022. – Том. 86, №. 5. – С. 705-709;

Kotov, L. N. Effect of Magnetic Fields on the Microwave Impedance of  $\text{FeCoV} + \text{SiO}_2$  Composite Films / L. N. Kotov, M. P. Lasek, V. S. Vlasov., A. A. Utkin, Yu. E. Kalinin, A. V. Sitnikov, V. V. Temnov // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2022. – Vol. 86, No. 5. – pp. 588–591.

3. Котов, Л. Н. Магнитные, проводящие и магнитопроводящие свойства композитных плёнок ( $\text{CoFeV}+\text{SiO}_2+\text{N}_2$ ) в интервале температур 2-400 К и магнитных полей 0, 1 и 5 Тл / Котов Л.Н., Уткин А. А., Калинин Ю. Е., Ситников А. В. // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия «Математика. Механика. Физика». – 2023. – Том. 15. №, 4. – С. 85-92.

### **Статьи, индексируемые в РИНЦ**

4. Уткин, А. А. Магнитная проводимость композитных плёнок (CoFeV+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>), напылённых в атмосфере азота / А. А. Уткин, Л. Н. Котов, М. П. Ласёк, П. Д. Ковалёв, Д. В. Заварин // ИТ АРКТИКА. – 2023. – № 3. – С. 13-26.
5. Уткин, А. А. Особенности гранулированной структуры и магнитные свойства композитных пленок (CoFeV+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>), напылённых в атмосфере азота / А. А. Уткин, В. А. Устюгов, Л. Н. Котов, П. Д. Ковалёв, В. К. Турков, З. Н. Блинов // ИТ АРКТИКА. – 2023. – № 3. – С. 3-12.
6. Заварин, Д. В. Угловые зависимости характеристик ФМР композитных плёнок с разными металлическими сплавами / Д.В. Заварин, А.А. Уткин, Л.Н. Котов, П.Д. Ковалёв, В.К. Турков, С.И. Гаврилюк // ИТ АРКТИКА. – 2023. – № 4. – С. 3-18.
7. Котов, Л. Н. О влиянии градиента концентрации металла на ФМР в композитных пленках / Л. Н. Котов, В. С. Власов, В. А. Устюгов, А. А. Уткин, П. Д. Ковалёв // Сборник научных трудов студентов и магистрантов. Наука молодых - устойчивое развитие Республики Коми. – Сыктывкар. 2022. – С. 239-242.
8. Котов, Л. Н. Разработка методик исследования тонких плёнок методами сканирующей электронной микроскопии / А. А. Уткин, Л. Н. Котов, С. А. Попов // Сборник научных трудов студентов и магистрантов. Наука молодых - устойчивое развитие Республики Коми. – Сыктывкар. 2022. – С. 242-246.
9. Котов, Л. Н. Разработка методик исследования тонких плёнок методами сканирующей электронной микроскопии / Л. Н. Котов, А. А. Уткин, А. М. Уляшев // ИТ АРКТИКА. – 2020. – №4. – С. 77-84.

### **Труды и материалы конференций**

10. Уткин, А. А. Составы, структура, магнитные свойства и характеристики ФМР композитных плёнок FeCoV+SiO<sub>2</sub> / Л. Н. Котов, А. А. Уткин, // Сборник трудов межд-й конференции «Фазовые переходы,

критические и нелинейные явления в конденсированных средах». – Челябинск. 2023. – С. 175-178.

11. Kotov, L. N. Magnetic conductivity of composite films (CoFeB+SiO<sub>2</sub>+N<sub>2</sub>) in temperature range 2–400 K / L. N. Kotov, A. A. Utkin, V. S. Vlasov, Yu. E. Kalinin, A. V. Sitnikov // VIII Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism”. – Kazan. 2022. – P. 127-128.

12. Kotov, L. N. Ferromagnetic resonance spectra of nanocomposite metal-dielectric films / L. N. Kotov, A. A. Utkin, V. S. Vlasov, V. A. Ustyugov, M. P. Lasek, P. D. Kovalev, Yu. E. Kalinin, A. V. Sitnikov // VIII Euro-Asian Symposium “Trends in MAGnetism”. – Kazan. 2022. – P. 190-191.

13. Utkin, A. A. Development of a technique for studying thin films by scanning electron microscopy / A. A. Utkin, L. N. Kotov, V. V. Urban // International Conference «Functional Materials ICFM 2021». – Симферополь. – 2021. P. 225.

14. Котов, Л. Н. ВЧ спектры магнитной проницаемости и структура композитных плёнок (FeCoB)/(SiO<sub>2</sub>) / Л. Н. Котов, М. П. Ласёк, А. А. Уткин, Р. И. Королёв, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников // XXIV международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах (НМММ)»: Сборник трудов. – Москва. 2021. – С. 24-27.

15. Котов, Л. Н. СВЧ магнетосопротивление и структура композитных плёнок (FeCoB)/(SiO<sub>2</sub>) / Л. Н. Котов, М. П. Ласёк, А. А. Уткин, В. С. Власов, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников, В. В. Темнов // XXIV международная конференция НМММ: сборник трудов. – Москва. 2021. – С. 29-33.

16. Котов, Л. Н. ВЧ магнитные спектры, микро- и наноструктура металл-диэлектрических композитных пленок / Л. Н. Котов, Д. В. Богачук, М. П. Ласек, А. А. Уткин, О. А. Кирпичева, Е. А. Голубев, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников // XXIII международная конференция НМММ: сборник трудов. – Москва. 2018. – С. 263-264.

17. Уткин, А. А. Особенности СВЧ-отражения и проводимости композитных и многослойных плёнок / А. А. Уткин, Л. Н. Котов, О. А. Кирпичёва, И. В. Антонец, Ю. Е. Калинин, А. В. Ситников // «Фазовые переходы, критические и нелинейные явления в конденсированных средах». – Челябинск. 2015. – С. 175.
18. Utkin, A. A. Investigations reflection and transmission of radio-waves of a centimetric range from composite and multipart films / A. A. Utkin, L. N. Kotov // International Conference «Functional Materials ICFM 2013». – Simferopol DIP. 2013. – P. 321.
19. Уткин, А. А. Исследование СВЧ отражения от композитных и многослойных плёнок / А. А. Уткин // Физика фазовых переходов: сборник трудов II Всероссийской школы-семинара молодых учёных. – Махачкала. 2012. – С. 87-88.
20. Уткин, А. А. Исследование СВЧ отражения от композитных и многослойных плёнок / А. А. Уткин // XV Всероссийская научная конференция студентов-радиофизиков. – Санкт-Петербург: изд-во «Соло». – 2010. С. – 125-127.
21. Киселёв, Д. В. Исследование СВЧ спектров поглощения композитных пленок / Д. В. Киселёв, А. А. Уткин // XIV Всероссийская научная конференция студентов-радиофизиков. – Санкт-Петербург: изд-во «Соло». – 2010. С. – 100-102.