



Trabajo fin de grado
Grado en Física

Multicapas de FeNi/Ti sobre sustratos rígidos y flexibles para sensores de magnetoimpedancia especializados

Autora:

Aizeti Burgoa Beitia

Directora:

Galina Kurllyandskaya

Agradecimientos

Quiero expresar mi agradecimiento especialmente a mi directora de trabajo Dra. Galina Kurlyandskaya por concederme el privilegio de trabajar con ella. Por estar siempre dispuesta a ayudarme. Han sido muy gratificantes las horas que pasaba contigo discutiendo sobre los resultados y conceptos teóricos que eran nuevos para mí. Tuve claro que quería trabajar contigo el primer día que nos conocimos. Empezaste a hablar sobre distintos temas sobre los cuales podía hacer el trabajo fin de grado y me quede maravillada por todo el conocimiento que posees. Gracias por estar siempre dispuesta a transmitir tu sabiduría y trabajo de forma desinteresada.

Debo hacer una mención especial al Dr. Eduardo Fernández por enseñarme el funcionamiento de distintos equipos de medida y por estar siempre dispuesto a ayudarme con cualquier cosa. Gracias Edu por tu compañía y tu apoyo.

Quiero agradecer también al Dr. Iñaki Orue por su imprescindible ayuda con las medidas magnéticas realizadas para este trabajo.

Por último, me gustaría dar las gracias a Dr. Andrey Svalov por su ayuda en la fabricación de las películas delgadas y a Prof. A.P. Safronov (Ural Federal University) por su ayuda en la fabricación de los ferrogel estudiados en este trabajo.

Resumen

Las multicapas de FeNi/Ti son materiales apropiados para utilizarlos en sensores magnéticos basados en el efecto de la magnetoimpedancia gigante (GMI). La investigación sobre el fenómeno GMI es de gran interés debido a sus posibles aplicaciones tecnológicas y biomédicas como pequeños sensores de campos magnéticos. Nuevas aplicaciones se pueden abrir con estos materiales depositados sobre sustratos poliméricos. Los sustratos flexibles son una solución muy atractiva para biosensores GMI, ya que pueden ser directamente instalados en el sistema microfluídico. Los biosensores magnéticos son dispositivos analíticos compactos que incorporan el elemento sensitivo biológico, integrado en, o asociado con, el transductor físico-químico, utilizando un campo magnético.

Como primer paso diseñamos las multicapas de FeNi/Ti ([FeNi(170nm)/Ti(6 nm)]₃/Cu(500 nm)/[FeNi(170 nm)/Ti(6 nm)]₃/Ti(6nm)). Seleccionamos una estructura con flujo magnético abierto puesto que, para este tipo de estructura, todas las películas pueden ser depositadas en el mismo proceso de sputtering utilizando mascarar metálicas. El material base de la estructura GMI diseñada es Fe₁₈Ni₈₁ (Permalloy, Py) porque es un material magnéticamente blando y posee, además, una permeabilidad magnética alta. A fin de evitar el estado “transcítico” e interrumpir el crecimiento columnar, las estructuras multicapa fueron desarrolladas apilando varias películas de Py, con un espesor de 170 nm (por debajo del espesor crítico), separadas por 6 nm de Ti.

En la segunda fase del trabajo, los elementos sensitivos GMI [FeNi(170nm)/Ti(6 nm)]₃/Cu(500 nm)/[FeNi(170 nm)/Ti(6 nm)]₃/Ti(6nm) depositados sobre un sustrato rígido de vidrio y sobre un sustrato flexible de copolimero de olefina cíclica (COC) fueron caracterizados magnéticamente: se midieron sus ciclos de histéresis mediante un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) y mediante el efecto magneto-óptico de Kerr (MOKE). Asimismo, se midieron los ciclos de histéresis de los ferrogeles con diferentes concentraciones de nanopartículas magnéticas mediante VSM. Para las medidas de GMI se elaboró un protocolo especial con el fin de minimizar los errores experimentales y garantizar que el método de medida sea reproducible.

Por último, se evaluó la GMI del elemento sensitivo para los dos tipos de sustratos. Para la muestra depositada sobre sustrato de vidrio se obtuvo una GMI máxima de un 145% en 64 MHz, mientras que la depositada sobre COC presentó una GMI máxima de 89% en 97 MHz. Por tanto, teniendo en cuenta estos resultados, se seleccionó la depositada sobre sustrato de vidrio como elemento sensitivo del prototipo de biosensor. Al medir la GMI del elemento sensitivo en presencia de los distintos ferrogeles, con concentraciones de nanopartículas de óxido de hierro de 0 hasta 2.44% (por peso), hemos observado que diferentes parámetros de las medidas de GMI muestran una relación lineal con la concentración de nanopartículas magnéticas de óxido de hierro.

Laburpena

FeNi/Ti multikapak material egokiak dira magneto-impedantzia handia (GMI) deritzon efektuan oinarritzen diren sentzore magnetikoetan erabiltzeko. GMI fenomenoaren inguruko ikerketa interes handikoa da izan ditzakeen aplikazio teknologiko eta biomedikoen ondorioz. Aplikazio berriak sortu daitezke material hauek substratu flexibleen gainean jartzen badira. Substratu flexibleak konponbide oso interesagarria dira GMI biosentsoreentzat, izan ere zuzenean txertatu daitezke sistema mikrofluidikoetan. Biosentsore magnetikoak gailu analitikoak dira zeinak elementu sentikor biologikoa erantsita duten, eremu magnetiko bat erabiliz transduktore fisiko-kimikora integratuta dagoena.

Lehenengo pausu bezala FeNi/Ti multikapa diseinatu genuen ($[\text{FeNi}(170\text{nm})/\text{Ti}(6\text{nm})]_3/\text{Cu}(500\text{nm})/[\text{FeNi}(170\text{nm})/\text{Ti}(6\text{nm})]_3/\text{Ti}(6\text{nm})$). Fluxu magnetiko irekiko egitura bat aukeratu genuen, egitura mota hau erabiliz sputtering prozesuan film guztiak batera jarri ahal baitira maskara metalikoak erabiliz. GMI egituraren oinarri den materiala $\text{Fe}_{18}\text{Ni}_{81}$ (Permalloy, Py) da magnetikoki material biguna baita eta permeabilitate magnetiko altua baitu. Egoera “transkritikoa” saihesteko eta zutabeen hazkuntza geldiarazteko, Py pelikulak metatu ziren (170 nm-ko lodierarekin, lodiera kritikoaren azpitik) beraien artean 6 nm Ti jarritz.

Lanaren bigarren fasean, $[\text{FeNi}(170\text{nm})/\text{Ti}(6\text{nm})]_3/\text{Cu}(500\text{nm})/[\text{FeNi}(170\text{nm})/\text{Ti}(6\text{nm})]_3/\text{Ti}(6\text{nm})$ GMI elementu sentikorrak beirazko substratu zurrin batean eta “cyclic olefin copolymer” (COC) substratu flexible batean jarrita magnetikoki karakterizatu ziren: histeresi zikloak neurtu ziren lagin dardarkari magnetometro (VSM) eta Kerr efektu magneto-optikoaren (MOKE) bidez. Gainera, nanopartikula magnetikoen kontzentrazio ezberdina zuten ferrogelen histeresi zikloak ere neurtu ziren VSM bidez. GMI neurketak burutzeko protokolo berezi bat landu zen akats esperimentalak txikiagotzeko eta neurketa metodo errepikakorra izateko.

Azkenik, elementu sentikorraren GMI-a ebaluatu zen bi substratu motentzat. Beirazko substratuan jarritako laginarentzat %145-eko GMI maximoa lortu zen 64 MHz-tan, COC-an jarritakoarentzat, aldiz, %89-ko balio maximoa lortu zen 97 MHz-tan. Beraz, emaitza horiek kontutan hartuz, beiran jarritako aukeratu zen biosentsore prototipoaren elementu sentikor bezala. 0-tik %2.44-ra arteko burdin oxido nano-partikula magnetikoen kontzentrazioa (pisuko) zuten ferrogel ezberdinen presentzian elementu sentikorraren GMI-a neurtzean, behatu ahal izan da GMI neurketen parametro ezberdinek erlazio lineala dutela burdin oxido nanopartikula magnetikoen kontzentrazioarekin.

Abstract

Nanostructured FeNi/Ti-based multilayers are suitable materials for use in magnetic sensors based on the giant magnetoimpedance effect (GMI). GMI research is of great interest due to the potential technological and biomedical applications as small magnetic field sensors. New applications can be opened with these materials deposited onto polymer substrates. Flexible substrates are an attractive solution for GMI biosensors, since they can be directly installed into the microfluidic system. Magnetic biosensors are compact analytical devices incorporating the biological or a biologically derived sensitive element, integrated in or associated with the physicochemical transducers employing a magnetic field.

As the first step we designed FeNi/Ti-based multilayers as $[\text{FeNi}(170\text{nm})/\text{Ti}(6\text{ nm})]_3/\text{Cu}(500\text{ nm})/[\text{FeNi}(170\text{ nm})/\text{Ti}(6\text{ nm})]_3/\text{Ti}(6\text{nm})$ structures with open magnetic flux because for this kind of the structure all the layers can be deposited in the same sputtering process using metallic masks. Base magnetic material for the GMI structure is $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$ (Permalloy, Py) since it exhibits an excellent soft magnetic properties and high magnetic permeability. In order to avoid the “transcritical” state and interrupt the columnar growth, multilayered structures were developed by stacking several Py films with a thickness of 170 nm (below the critical thickness), separated by 6nm of Ti.

In the second phase of the work, GMI $[\text{FeNi}/\text{Ti}]_3/\text{Cu}/[\text{FeNi}/\text{Ti}]_3/\text{Ti}$ sensitive elements deposited onto a rigid glass and Cyclo Olefine Copolymer (COC) flexible substrates were characterized magnetically: we measured their hysteresis loops by a vibrating sample magnetometer (VSM) and by the magneto-optical Kerr effect (MOKE). In addition, the magnetization curves of the ferrogels with different concentrations of magnetic nanoparticles were measured by VSM. For GMI measurements a special protocol was elaborated in order to minimize the experimental errors and ensure reproducible procedure.

Finally, GMI of sensitive element was carefully evaluated for both kinds of substrates. For the sample deposited onto glass substrate a 145% ratio of impedance change was found at 64 MHz, whereas for the sample deposited onto COC substrate, the maximum ratio was 89% at 97 MHz. Therefore, we selected the one deposited onto glass substrate as the sensitive element of the biosensor prototype. When measuring the GMI of the sensitive element in the presence of the ferrogels with different concentration of iron oxide magnetic nanoparticles of 0 to 2.44 weight %, we observed that different parameters of GMI measurements show a linear correlation with the concentration of iron oxide magnetic nanoparticles.

Índice general

Agradecimientos	i
Resumen	ii
Laburpena	iii
Abstract	iv
Índice general	v
1 Introducción	1
Objetivos del trabajo.....	2
2 Fundamentos teóricos	3
2.1 Materiales magnéticos	3
2.1.1 Tipos de magnetismo en materiales	3
2.1.1 Dominios y ciclos de histéresis	5
2.2 Magnetoimpedancia gigante	6
3 Métodos experimentales	8
3.1 Preparación de películas delgadas multicapa	8
3.1.1 Técnica de Pulverización Catódica o Sputtering	9
3.1.2 Calibraciones de velocidad de deposición	10
3.2 Ferrogel: propiedades y fabricación	11
3.3 Caracterización magnética	12
3.3.1 Magnetómetro de muestra vibrante	13
3.3.2 Efecto magneto-óptico de Kerr	15
3.4 Medidas de GMI	15
3.4.1 Líneas de transmisión para la medida de la impedancia.....	16
3.4.2 Montaje experimental para medidas de GMI.....	19
4 Discusión y resultados obtenidos	21
4.1 Diseño y preparación de elementos sensitivos de GMI.....	21
4.2 Caracterización magnética de las películas delgadas multicapa	23
4.2.1 Efecto magneto-óptico de Kerr	23

4.2.2	Magnetómetro de muestra vibrante	24
4.3	Diseño, preparación y caracterización de ferrogeles.....	25
4.3.1	Magnetómetro de muestra vibrante	25
4.3.2	Estudio de las condiciones apropiadas para las medidas en el modo de biosensor	25
4.4	Medidas GMI	27
4.4.1	Estudios comparativos de GMI: sustratos rígidos y sustratos flexibles.....	27
4.4.2	Medidas GMI en modo de biosensor	29
5	Conclusiones	32
	Bibliografía	34
	Anexos.....	36

Capítulo 1

Introducción

Los sensores magnéticos juegan un papel muy importante en la tecnología actual. Son utilizados en un amplísimo espectro de industrias de elevada tecnología como instrumentación, tecnología aeroespacial, armamento, navegación y medicina [1]. Desde el descubrimiento del fenómeno de la magnetoimpedancia, sobre los años 90, los sensores GMI han atraído un gran interés debido principalmente por la gran sensibilidad que ofrecen. La tabla 1.1 muestra algunas características de los diferentes tipos de sensor magnético más comunes (datos adaptados de [1]).

Tipo de sensor	Longitud del elemento sensible (mm)	Rango del campo detectable (Oe)
Hall	0.01-0.1	$1-10^6$
GMR	0.01-0.1	$0.1-10^2$
GMI	1-2	$10^{-8}-10^2$
<i>Flux gate</i>	10-20	$10^{-6}-10^2$

Tabla 1.1: Comparación de sensores magnéticos.

Dado que la GMI ofrece unas características muy interesantes, son numerosas las aplicaciones prácticas que se han propuesto para ella. En particular, una de las áreas donde resulta atractiva su aplicación es la biomedicina. Las fuentes de inducción magnética de los sistemas biológicos son muy pequeñas ($10^{-10}-10^{-5}$ Oe). Por lo tanto, para poder detectar campos tan pequeños es necesario usar un sensor con gran sensibilidad. Los sensores GMI resultan ideales para usarlos como biosensores, ya que pueden detectar campos de hasta 10^{-8} Oe.

A lo largo de la pasada década se han estado realizando grandes esfuerzos para desarrollar una generación de biosensores magnéticos con gran sensibilidad y pequeño tamaño [2]. Los dispositivos biológicos deben cumplir unos requisitos especiales entre los que destacan los siguientes: biocompatibilidad y compatibilidad del elemento magnético sensible con el sistema microfluídico. Además, los elementos sensibles depositados sobre sustratos rígidos resultan difíciles de instalar en sistemas microfluídicos, sin disminuir la sensibilidad del detector magnético. Una solución atractiva para biosensores

GMI es la de utilizar sustratos flexibles, los cuales podrían introducirse directamente en el sistema microfluídico.

Una de las aplicaciones más solicitadas e interesantes para terapias de cáncer está basada en la detección de las nanopartículas magnéticas (NPMs) introducidas en el tejido biológico [3]. El desarrollo de este tipo de sensor está condicionado por el uso de muestras fiables. Los tejidos biológicos presentan una gran variedad de morfologías, siendo este hecho especialmente cierto en el caso de tejidos tumorales afectados por la angiogénesis, proceso fisiológico que consiste en la creación acelerada de vasos sanguíneos irregulares. Una solución es la de sustituir las muestras biológicas por ferrogel sintéticos, puesto que se pueden deformar fácilmente. Asimismo, son capaces de imitar gran parte de las propiedades de los tejidos vivos y no necesitan tanto control y cuidado como las muestras biológicas. Además de ser utilizado para terapia celular, el ferrogel podría utilizarse en biomedicina y otras áreas como sensor, debido a su rápido cambio de propiedades ante la presencia de un campo magnético externo. Su aplicación podría llegar a ser de vital importancia para el tratamiento del cáncer y otras enfermedades, donde la aplicación localizada no solo permitirá aumentar el grado de eficiencia del tratamiento sino también reducir los efectos adversos que conllevan la aplicación de tratamientos generalizados como la quimioterapia.

Objetivos del trabajo

El objetivo general propuesto para este trabajo consiste en estudiar y comparar el comportamiento magnético de las muestras multicapa de FeNi/Ti sobre sustratos rígidos y flexibles. Asimismo, se plantean los siguientes objetivos específicos:

- Aprendizaje de fenómenos magnéticos, en particular la magnetoimpedancia.
- Aprender y comprender el funcionamiento de los equipos de medida utilizados.
- Analizar y posteriormente sacar conclusiones de los resultados obtenidos.
- Metodología de investigación.
- Preparación de un *abstract* para congreso *

En base a estos objetivos, el trabajo se ha estructurado de la siguiente forma:

Capítulo 1: se sitúa el contexto en el que se enmarca el trabajo fin de grado.

Capítulo 2: se introducen los fundamentos teóricos sobre los materiales magnéticos y sobre la magnetoimpedancia.

Capítulo 3: se explican las técnicas utilizadas a lo largo del trabajo.

Capítulo 4: se presentan y discuten los resultados obtenidos.

Capítulo 5: se presentan las principales conclusiones del trabajo.

* Se ha escrito un *abstract* que ha sido aceptado para el XXV Congreso de Jóvenes Investigadores de Rusia, 22-25 de Abril de 2015 (es visible en el Anexo).

Además, en el trabajo realizado se han obtenido resultados científicos que han sido publicados en la revista "Applied Physics Letters" (portada visible en el Anexo).

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

El objetivo de este capítulo es introducir conceptos básicos sobre el magnetismo en la materia. Si se desea profundizar más en los fenómenos magnéticos que se dan en los materiales aconsejo leer el libro [4].

2.1 Materiales magnéticos

Hasta los tiempos de Faraday no se conoció la universalidad del carácter magnético de la materia. Fue él quien diseñó una balanza suficientemente sensible para detectar las fuerzas que un campo magnético inhomogéneo ejerce sobre cualquier sustancia para o diamagnética. Conocidas de antiguo las propiedades magnéticas gigantes de sustancias ferromagnéticas, como el hierro, o ferrimagnéticas, como la magnetita, las débiles propiedades paramagnéticas y diamagnéticas pasaron desapercibidas [5]. Hoy sabemos que el fenómeno de la imanación de los materiales está asociado a los electrones que constituyen la materia. Los electrones de los átomos dan lugar a la aparición de dos momentos magnéticos. Uno de ellos, denominado momento de espín, proviene del giro del electrón sobre sí mismo, y el otro, denominado momento orbital proviene del movimiento del electrón alrededor del núcleo. En cada átomo, el momento magnético resultante será la suma de las contribuciones de los momentos orbital y espín de todos sus electrones.

2.1.1 Tipos de magnetismo en materiales

Todos los materiales se imanán en mayor o menor cuantía. Cuando una sustancia es colocada en un campo magnético, \mathbf{H} , la densidad de líneas de fuerza en la muestra, llamada inducción magnética, \mathbf{B} , viene dada por:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (2.1)$$

siendo μ_0 la permeabilidad en el vacío y \mathbf{M} la imanación (magnetización) por unidad de volumen que caracteriza la respuesta magnética del material objeto de estudio. En la práctica, las respuestas magnéticas de los materiales se describen por sus valores de permeabilidad, μ , y susceptibilidad magnética, χ , que se definen de la siguiente manera:

$$B = \mu H \quad (2.2)$$

$$M = \chi H \quad (2.3)$$

Un campo magnético externo actuando sobre los átomos de un material desequilibra ligeramente los electrones de los orbitales y crea, en los átomos, pequeños dipolos magnéticos que se oponen al campo aplicado. Esta acción produce un efecto magnético negativo conocido como *diamagnetismo*. El diamagnetismo es una propiedad inherente a todos los materiales y produce una susceptibilidad negativa magnética muy débil, del orden de 10^{-6} . En cambio, los materiales que presentan una pequeña susceptibilidad magnética positiva (del orden de 10^{-6} a 10^{-2}) por la presencia de un campo magnético se denominan paramagnéticos. El *paramagnetismo* es una consecuencia de la interacción entre los momentos angulares orbitales y/o de espín de los electrones desapareados y el campo magnético aplicado.

Cuando en un sistema paramagnético los espines están lo suficientemente próximos, se producen interacciones entre ellos de manera que los espines se orientan entre sí espontáneamente y el comportamiento magnético observado depende de la naturaleza de la interacción entre los centros. Los principales tipos de comportamiento observados en estos sistemas magnéticamente concentrados son el *ferromagnetismo*, el *antiferromagnetismo* y el *ferrimagnetismo*.

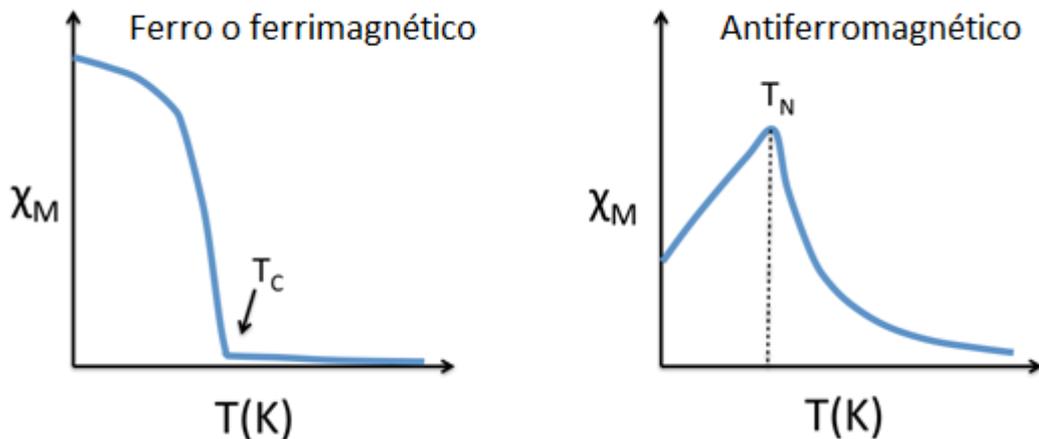


Figura 2.1: Dependencia con la temperatura de la susceptibilidad magnética para materiales ferri, ferro y antiferromagnéticos.; T_C -temperatura de Curie; T_N -temperatura de Neel.

El *ferromagnetismo* se observa cuando los espines de los centros adyacentes tienden a alinearse paralelamente entre sí. A altas temperaturas el comportamiento será el de un sistema paramagnético. Cuando la temperatura disminuye la susceptibilidad se incrementa más rápidamente de lo esperado para un sistema paramagnético, el punto de máxima pendiente se considera temperatura de Curie, T_C , y por debajo de ésta se considera que el sistema se ha ordenado ferromagnéticamente (figura 2.1). La susceptibilidad es muy dependiente de la temperatura por debajo de la temperatura de Curie. Muchos de estos sistemas tienen momentos magnéticos permanentes. Los principales materiales ferromagnéticos son los metales de transición (hierro, cobalto,

níquel) y sus aleaciones. El ferromagnetismo es el comportamiento más interesante por sus aplicaciones tecnológicas.

El *antiferromagnetismo* se observa cuando los espines tienden a acoplarse antiparalelamente. Al aumentar la temperatura el ordenamiento se irá perdiendo y la susceptibilidad aumentará hasta alcanzar un máximo en la temperatura. Dicho máximo se denomina temperatura de Neel, T_N , y por encima de este el comportamiento será similar al de un compuesto paramagnético (figura 2.1). Los elementos manganeso y cromo, en estado sólido y a temperatura ambiente, presentan antiferromagnetismo. El *ferrimagnetismo* puede considerarse como un antiferromagnetismo descompensado que origina a bajas temperaturas un momento magnético neto y por tanto un ferromagnetismo efectivo. Uno de los orígenes más habituales de este comportamiento es la presencia de iones con espines diferentes. Entre los materiales ferrimagnéticos más importantes destacan las ferritas, de las cuales la más conocida es la magnetita, Fe_3O_4 .

2.1.1 Dominios y ciclos de histéresis

A temperaturas inferiores a la de Curie, los momentos magnéticos de los átomos en los materiales ferro y ferrimagnéticos tienden a alinearse paralelamente en pequeñas regiones denominados dominios magnéticos. Los dominios adyacentes se encuentran separados por las paredes de dominio (el tipo de pared depende, por ejemplo, del espesor del material), regiones en las cuales la orientación de los espines cambia gradualmente. Cuando se aplica un campo magnético externo, los dominios que se encontraban inicialmente alineados con el campo aplicado crecen a costa de los dominios peor orientados. Este aumento es inicialmente lento, debido al movimiento reversible de paredes de dominio, pero luego se acelera (movimiento irreversible de paredes de dominio) siguiendo una recta cuya pendiente define la *permeabilidad relativa* del material (μ_r). Cuando acaba el crecimiento del dominio, si el campo aplicado es lo suficientemente alto se producirá una rotación del mismo hasta su alineación completa con el campo aplicado. En este momento, el material presenta su imanación máxima, conocida como *imanación de saturación* (M_s).

Cuando se retira el campo aplicado, los dominios tienden a volver a su alineación original, pero las paredes de dominio carecen de la energía necesaria para moverse por lo que una parte importante de la imanación alcanzada se mantiene y el material se comporta como un imán permanente. Por tanto, a medida que el campo aplicado decrece la curva no vuelve por su camino original y cuando el campo magnético se anula la muestra presenta una *inducción magnética remanente* (B_r). Para que el campo coercitivo se anule es necesario aplicar un campo en sentido opuesto a la dirección original, a este campo se le denomina *campo coercitivo* (H_c). Una segunda inversión del campo hasta el punto de la saturación original dará lugar a un *ciclo de histéresis* (figura 2.2).

De acuerdo a las características de sus ciclos de histéresis los materiales magnéticos se clasifican en *duros* y *blandos*. Los materiales magnéticos duros se caracterizan por una imanación remanente elevada y un campo coercitivo también alto. Son materiales muy difíciles de desimantar, por lo que su aplicación fundamental se encuentra en la fabricación de imanes permanentes. Los materiales blandos, en contra,

presentan ciclos de histéresis muy estrechos, es decir, una baja fuerza coercitiva, lo que hace fácil su imanación y desimanación. Un ejemplo de material blando es el Permalloy.

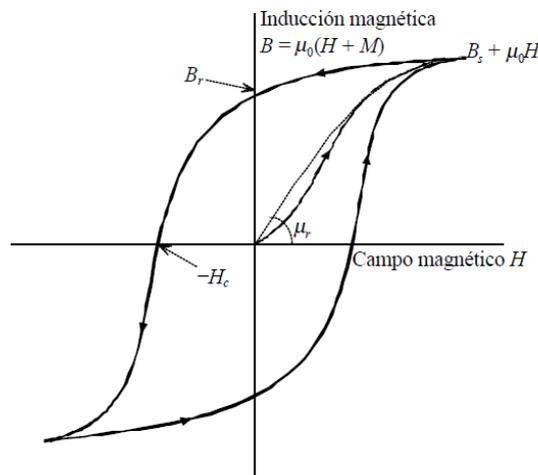


Figura 2.2: Ciclo de histéresis de la inducción magnética B respecto al campo H.

2.2 Magnetoimpedancia gigante

La magnetoimpedancia gigante (GMI) consiste en la gran variación de la impedancia (Z) que experimentan los materiales ferromagnéticos blandos, cuando a través del material se hace pasar una corriente alterna en presencia de un campo magnético externo. El origen del efecto GMI está relacionado con el efecto pelicular, consistente en las variaciones de la profundidad de penetración del campo electromagnético [1]. Cuando se hace pasar una corriente alterna uniforme a través de una muestra de material conductor, la amplitud de la corriente disminuye con la profundidad. De acuerdo con la teoría clásica, la *profundidad de penetración* (δ), es inversamente proporcional a la conductividad del material, su permeabilidad y a la frecuencia de la corriente alterna. En consecuencia, valores altos de conductividad y permeabilidad conducen a una reducción de la *profundidad de penetración*, es decir, habrá menor penetración. Por ejemplo, para un conductor plano e infinito la expresión de δ es la siguiente:

$$\delta = \frac{c}{\sqrt{4\pi^2 f \sigma \mu_T}} \quad (2.4)$$

donde μ_T es la permeabilidad transversal y c la velocidad de la luz.

La impedancia de una muestra no está determinada por toda su sección transversal, sino solo por la región por la que circula corriente [6]. Dado que la impedancia es inversamente proporcional al área, esto implica que cuanto mayores sean la frecuencia, conductividad o permeabilidad, menor penetración habrá y por tanto mayor será la impedancia. Entre estos tres parámetros, la GMI se basa en las variaciones de la permeabilidad, controladas mediante un campo magnético externo. Dada una muestra

plana con anisotropía transversal, si se hace fluir a lo largo de ella una corriente alterna, se crea un campo H_{ac} en dirección también transversal. En ausencia de campo externo, la imanación está fijada por la anisotropía, y por tanto la permeabilidad transversal es baja. Al aplicar en dirección longitudinal un campo magnético externo a la muestra, la permeabilidad transversal aumenta, siendo μ_T^1 mayor que en ausencia de campo externo.

Puesto que δ depende de la permeabilidad, la anisotropía de la muestra determina la forma de la curva de la magnetoimpedancia. Así, una muestra con una anisotropía transversal muestra una curva de magnetoimpedancia con sendos picos situados en el campo de anisotropía ($H=\pm H_k$) (figura 2.3a). Por el contrario, si su anisotropía es longitudinal su curva presenta un único pico en $H=0$ (figura 2.3b). En general, las muestras con anisotropía transversal alcanzan valores de magnetoimpedancia y sensibilidad más altos que en el caso longitudinal.

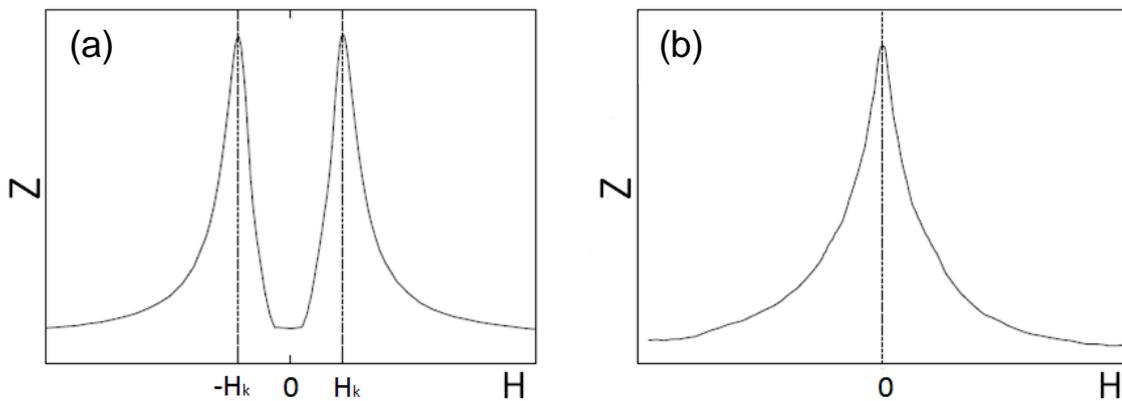


Figura 2.3: Curvas típicas de impedancia frente al campo magnético aplicado, según la anisotropía de la muestra. (a) Anisotropía transversal y (b) anisotropía longitudinal.

Habitualmente, la razón del cambio de la magnetoimpedancia gigante se define de la siguiente manera²:

$$GMI(\%) = \frac{Z - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \times 100 \quad (2.5)$$

donde Z puede ser la parte real, imaginaria o el valor absoluto de la impedancia y H_{max} es el campo en el que el material se considera magnéticamente saturado.

¹ La permeabilidad transversal μ_T se define como la relación entre M y H_{ac} .

² También se puede definir la GMI respecto a la impedancia a campo nulo, pero se ha preferido no dar esa definición puesto que el valor de la impedancia a campo nulo depende de la remanencia magnética del material.

Capítulo 3

Métodos experimentales

3.1 Preparación de películas delgadas multicapa

Existen numerosos métodos de producción de materiales de forma de película delgada [7]. Se puede establecer una clasificación atendiendo a la naturaleza de los procesos que intervienen en el transporte del material a depositar y en la propia deposición. Así, es posible distinguir entre técnicas físicas, químicas y físico-químicas:

- Técnicas físicas:

- *Evaporación.* Consiste en la evaporación del material a depositar por medio de energía térmica, y posterior condensación sobre un sustrato.

- *Epitaxia de haces moleculares.* Es una variedad de la evaporación en la que el material se calienta en vacío mediante una resistencia, dentro de pequeños compartimentos (células Knudsen), lo que da lugar a un haz de átomos que es eyectado por un pequeño orificio.

- *Deposición por haz de iones.* Se genera un haz de iones del material que se desea depositar, y se deposita a baja energía (alrededor de 100 eV), directamente sobre un sustrato.

- *Deposición catódica (Sputtering).* La extracción del material se realiza mediante un proceso mecánico, al ser éste bombardeado con los iones acelerados por un plasma gaseoso mantenido a baja presión. La naturaleza del campo eléctrico utilizado en la aceleración de los iones caracteriza las diferentes modalidades de esta técnica.

- *Deposición catódica mediante haz de iones.* Es un proceso que mezcla las técnicas anteriores. Se produce un haz de iones que se acelera contra el blanco para producir la extracción del material.

- *Ablación laser.* La extracción del material se realiza mediante un haz de radiación laser de alta potencia.

- Técnicas químicas:

- *Deposición química en fase húmeda.* Se deposita un material sobre un sustrato a través de una reacción química o electroquímica.

- *Deposición química en fase vapor (CVD).* Consiste en la reacción de un mezcla de gases en el interior de una cámara de vacío (reactor) para dar lugar a la formación de un material en forma de película sólida.

- Técnicas físico-químicas:

Las técnicas físico-químicas son una variedad de la deposición química en fase vapor, donde la reacción química es asistida mediante algún proceso físico. Así se distinguen: CVD asistida por plasma, foto-CVD, laser-CVD, etc.

3.1.1 Técnica de Pulverización Catódica o Sputtering

La *pulverización catódica* o *sputtering* es un proceso de deposición física mediante plasma luminiscente mantenido a baja presión (10^{-3} -1 mbar) [8]. Mediante la aplicación de un campo eléctrico, los iones del plasma, en nuestro caso iones de Argón, se aceleran contra el material a depositar, denominado *blanco* (figura 3.1). La energía transmitida a los átomos del blanco a través de la interacción mecánica del choque hace que algunos de estos átomos desprendan, y finalmente se depositen sobre un sustrato. Esta técnica permite depositar todo tipo de materiales, simples o compuestos, conductores o dieléctricos. Además, todo sustrato, tanto dieléctrico como conductor, que pueda ser puesto en vacío y calentado ligeramente (hasta 70°C) es compatible con este proceso.

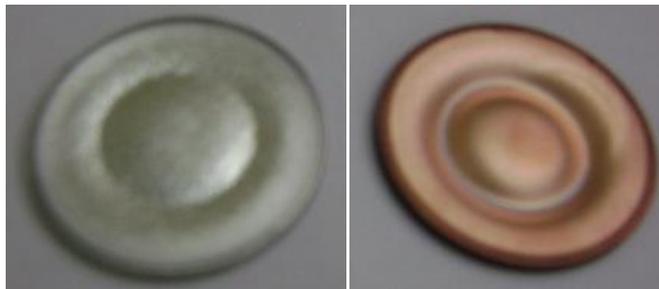


Figura 3.1: Fotografías de los blancos de titanio (izquierda) y cobre (derecha).

El blanco está situado en una cámara de vacío donde se fija sobre un electrodo refrigerado (cátodo) que se polariza a una tensión continua o de radiofrecuencia, dependiendo del tipo de pulverización que se vaya a realizar. En nuestro caso, el banco está situado sobre unos magnetrones, que son los responsables de crear un campo electromagnético. Otro electrodo (ánodo), se sitúa paralelo al blanco y a unos pocos centímetros; en muchos casos, el ánodo es al mismo tiempo porta sustratos y se conecta a masa para facilitar su ionización.

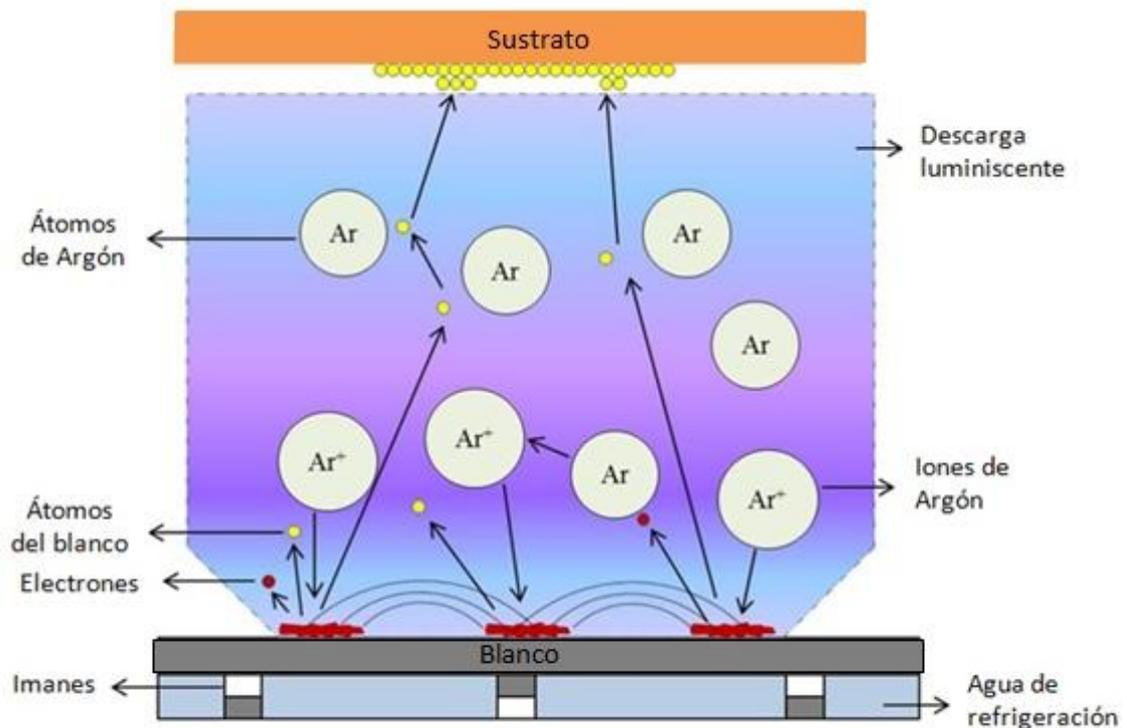


Figura 3.2: Proceso de Pulverización Catódica.

En las proximidades de la superficie del blanco, se superpone el campo eléctrico existente un campo magnético perpendicular creado por los magnetrones (figura 3.2). De este modo, los electrones describen trayectorias helicoidales alrededor de las líneas del campo magnético, y aumentan considerablemente las posibilidades de ionizar moléculas de gas en las proximidades del cátodo. Las consecuencias más inmediatas son el aumento de velocidad de deposición, y la posibilidad de disminuir la presión de trabajo.

3.1.2 Calibraciones de velocidad de deposición

Uno de los parámetros más importantes para la aplicación de una técnica de deposición de láminas delgadas y multicapa es la velocidad de crecimiento de la película. Dicha velocidad de deposición, en el caso de Sputtering, depende fuertemente de los siguientes parámetros: tipo de material de blanco, la presión del gas que se utiliza, la distancia entre el sustrato y el blanco y la potencia [9]. Las aplicaciones industriales exigen velocidades de deposición razonablemente altas. Pero, por otro lado, las velocidades demasiado altas resultan en un crecimiento de las películas con muchas tensiones y defectos estructurales causando así un deterioro de las propiedades magnéticas.

Prácticamente todas las películas depositadas por medio de una técnica que emplea vacío se encuentran en condiciones de tensión (esfuerzos residuales). Esta tensión se compone de tensión térmica y tensión intrínseca. La tensión térmica se produce debido a la diferencia en los coeficientes de expansión térmica (α) entre el sustrato y la película. La tensión intrínseca, se debe al efecto acumulativo de los defectos

cristalográficos, que se generan en la película durante el crecimiento. Además, los átomos energéticos de argón que se reflejan desde el blanco pueden poseer energía suficiente para penetrar y quedar enterrados en el interior de las películas en crecimiento produciendo tensión en el material. Asimismo, una significativa diferencia en los coeficientes de expansión del sustrato y blanco produce tensión en las películas depositadas sobre sustratos a altas temperaturas, debido a los esfuerzos que se generan conforme la película y el sustrato se enfrían hasta temperatura ambiente.

En lo que respecta a la temperatura, cuanto mayor es la temperatura de depósito, mayor es la movilidad de las especies que llegan a la superficie del sustrato y/o la película ya formada, dado que los eventos de difusión se ven mayormente favorecidos. Pero un calentamiento excesivo puede provocar que el sustrato y hasta los imanes se dañen. Como ya se ha mencionado, la velocidad de deposición depende también de la potencia. Cuando la potencia aplicada se incrementa, el número de partículas generadas y la probabilidad de que éstas lleguen al sustrato es mayor, incrementándose la tasa de depósito. Cabe añadir que la calidad de la superficie de la película tiende a ser mayor (menor rugosidad) al haber menor cantidad de especies llegando al sustrato con mayor tiempo de redistribuirse. Es decir, cuanto menor es la velocidad menor será la rugosidad.

En este trabajo la velocidad de deposición de cada material se determinó evaluando el espesor obtenido mediante un depósito de calibración (el espesor de la película de calibración es del orden de $0.5 \mu\text{m}$). Dicho depósito se realizó en un tiempo determinado utilizando datos anteriores de varias deposiciones de prueba. Los espesores de las películas han sido determinados usando un perfilómetro con una resolución vertical de 20 nm. Para realizar el escalón, previamente al depósito se pintó en la parte central del sustrato una raya con tinte que asegura una muy baja adherencia del material a depositar en el sustrato.

3.2 Ferrogel: propiedades y fabricación

Los geles magnéticos o ferrogeles consisten en nanopartículas magnéticas (NPMs) integradas en geles poliméricos. Estos materiales son capaces de responder ante estímulos magnéticos modificando su volumen, estructura o propiedades magnéticas. Son blandos y elásticos y al mismo tiempo pueden contener grandes cantidades de agua sin disolverse en ella. El uso de un campo magnético para regular la velocidad de suministro de fármacos en un ferrogel puede conducir al desarrollo de sistemas inteligentes de respuesta rápida que "inyectan" una dosis precisa de medicamento cuando el cuerpo lo necesita y pueden detener la liberación luego de la inyección. Las características fundamentales de los ferrogeles estudiados se pueden ver en la figura 3.3. La gran ventaja de la utilización de sistemas poliméricos entrecruzados en la síntesis de nanopartículas radica en que el tamaño y grado de dispersión de las mismas puede controlarse a través de la arquitectura proporcionada por la red polimérica.

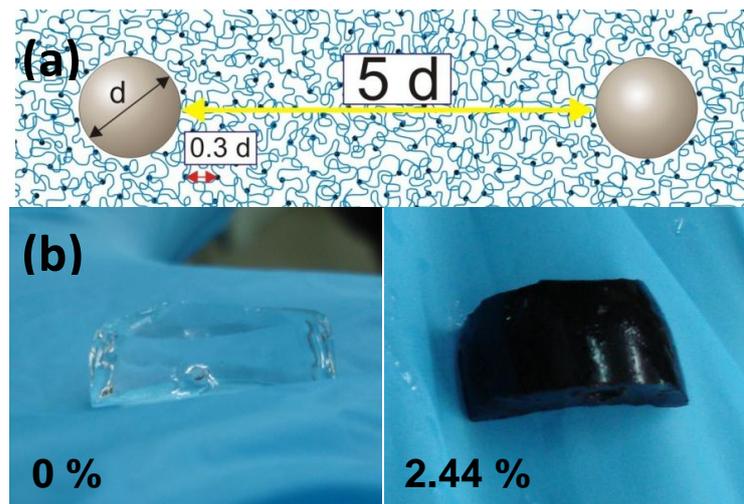


Figura 3.3: (a) Representación esquemática de la estructura interna del ferrogel con mayor concentración de NPMs (2.44 %). Esferas-NPMs; Puntos negros-enlaces de la red del gel; líneas azules-cadenas poliméricas que constituyen la red elástica. (b) Fotografías de geles con diferentes cantidades de NPMs.

Los ferrogeles utilizados para este trabajo fueron sintetizados en la Universidad Federal de los Urales mediante la polimerización por radicales libres de acrilamida en una suspensión acuosa de nanopartículas magnéticas $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Las nanopartículas de óxido de hierro se fabricaron mediante la técnica de ablación láser (LTE) [10]. Las nanopartículas producidas fueron esféricas y no aglomeradas. En promedio el diámetro de las nanopartículas fue de 14.0 nm. La suspensión de nanopartículas de óxido de hierro fue preparada en agua destilada. Al agua destilada se le añadió un estabilizador electrostático, citrato de sodio, en una concentración de 5 mM para preparar suspensiones con concentraciones diferentes NPMs. Las suspensiones en una concentración inicial de 5% (en peso) se trataron mediante ultrasonido. Se fue controlando como disminuía el diámetro hidrodinámico de los agregados mediante la técnica de dispersión dinámica de luz (dynamic light scattering, DLS) [11]. Porciones de acrilamida fueron disueltas en suspensiones con concentraciones de NPMs de 5, 4, 3, 2, 1 %. En todos ellos la concentración del monómero fue de 1.6 M. Después se realizó la polimerización (más detalles sobre la polimerización en [12]). Los cilindros de gel que se formaron tras la polimerización fueron lavados con agua destilada durante dos semanas hasta conseguir que el peso de los geles fuera constante. Como los geles crecieron (aumentaron de tamaño), la concentración final de NPMs cambió respecto a la concentración inicial establecida en la síntesis. Las concentraciones de NPMs por peso obtenidas en el ferrogel fueron las siguientes: 2.44, 2.11, 1.41, 1.01, 0.39 %.

3.3 Caracterización magnética

Las propiedades de un material magnético se encuentran reflejadas en su curva de magnetización o curva de histéresis. Ésta nos describe la forma en la que se va magnetizando un material en función de un campo magnético externo aplicado. Dos de las

técnicas más utilizadas para la obtención de la curva de histéresis de un material son el efecto magneto-óptico de Kerr (MOKE) y la magnetometría de muestra vibrante (VSM).

3.3.1 Magnetómetro de muestra vibrante

El magnetómetro de muestra vibrante (VSM) recibe este nombre del método que emplea para realizar la medida: se hace vibrar la muestra en dirección vertical mediante un dispositivo similar a un altavoz. La muestra imanada por efecto de un campo magnético aplicado, induce un voltaje en un sistema de bobinados secundarios situados a ambos lados de la muestra (figura 3.4). Esta señal se amplifica y se compara con la producida por un imán de calibrado situado entre un sistema de bobinas detectoras similar. Esta señal se denomina señal de referencia. El voltaje de salida es proporcional al momento magnético del espécimen.

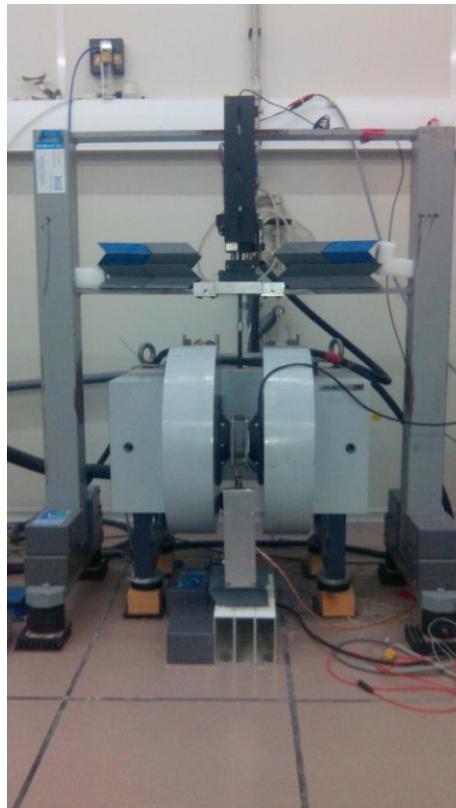


Figura 3.4: Vista general del VSM de UPV-EHU.

El principio de funcionamiento del VSM es la ley inducción de Faraday, la cual nos dice que un campo magnético variable producirá un campo eléctrico. Este campo eléctrico puede ser medido y por consiguiente nos brinda información acerca del campo magnético [13]. El campo magnético inducido por un sólido inmerso en un campo magnético externo es:

$$B = B_a + B_m \quad (3.1)$$

donde B_a es el campo magnético producido por las bobinas y B_m es el campo magnético de la muestra. El campo magnético de la muestra es proporcional a su momento magnético m :

$$B_m = gm \quad (3.2)$$

siendo g una constante proporcional que depende de la posición del punto en el espacio.

Cuando la muestra se acerca a las bobinas, el voltaje inducido en ellas se expresa mediante la ley de Faraday.

$$V = -NS \frac{d}{dt} (B_a + gm) \quad (3.3)$$

donde S es el área transversal y N el número de espiras. Puesto que B_a permanece constante en el tiempo:

$$V = -NS \frac{d}{dt} (gm) \quad (3.4)$$

Nótese que g no es constante dado que depende de la posición de la muestra, y consecuentemente, está en función del tiempo. Como la muestra es vibrada sinusoidalmente podemos escribir:

$$V = -NShA \frac{d}{dt} (e^{j\omega t} m) \quad (3.5)$$

donde h es una constante de proporcionalidad. Absorbiendo el signo menos, N , S , y h dentro de una constante k (*constante de sensibilidad de las bobinas*), y haciendo la derivada obtenemos:

$$V = -kA j\omega e^{j\omega t} m \quad (3.6)$$

Como se puede ver, un voltaje proporcional al momento magnético m es inducido en las bobinas. Si tomamos k , $j\omega$, A y $e^{j\omega t}$, y cualquier amplificación aplicada posteriormente a la señal como una sola constante K (*constante de calibración del VSM*) tenemos:

$$V = Km \quad (3.7)$$

Dado que el momento magnético m está relacionado con la magnetización M y con el volumen de la muestra v , la magnetización de la muestra es:

$$M = \frac{V}{vK} \quad (3.8)$$

Entonces, para obtener la magnetización, basta con conocer el volumen de la muestra y la constante K , que depende tanto de la geometría de las bobinas, como de su ubicación en el espacio.

3.3.2 Efecto magneto-óptico de Kerr

El efecto magneto-óptico de Kerr consiste en el giro del plano de polarización de la luz que ésta experimenta al reflejarse en un material imanado. Midiendo el giro al aplicar diferentes campos magnéticos, es posible obtener un ciclo de histéresis del material [14]. Un trazador de ciclos basado en el efecto Kerr permite trabajar con muestras de poco volumen, puesto que es sensible únicamente a la imanación en la superficie del material.

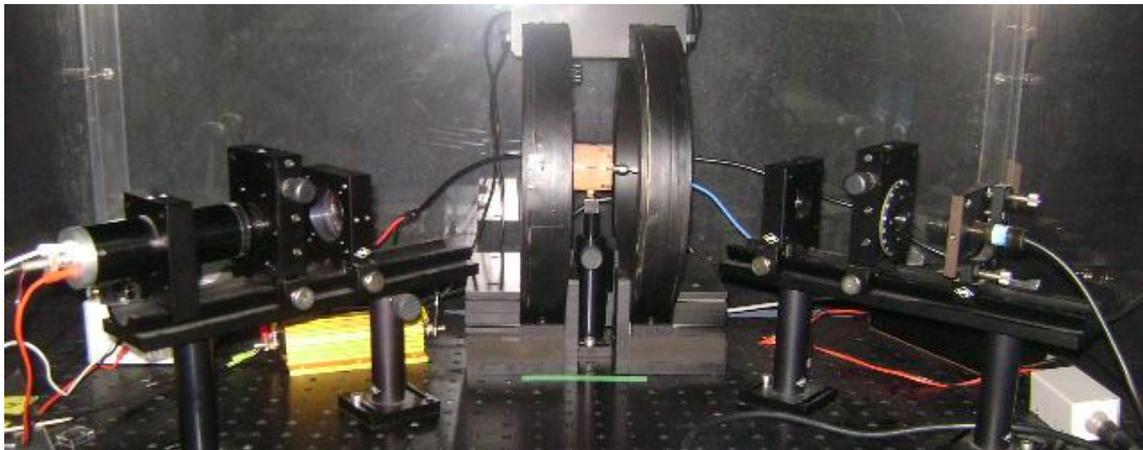


Figura 3.5: Montaje experimental del trazador de ciclos de histéresis por efecto Kerr magneto-óptico.

El montaje experimental utilizado para las medidas se muestra en la figura 3.5. Un diodo láser emite un haz de 670 nm de longitud de onda (color rojo) que a su vez se hace pasar por un polarizador, que transmite únicamente luz polarizada perpendicularmente al plano de incidencia. La luz reflejada por la muestra se recoge con un analizador, que está orientado perpendicularmente respecto al polarizador inicial, de tal manera que la intensidad de la luz transmitida es lineal con la imanación de la muestra. Por último, la luz pasa por un fotodetector que proporciona una salida de tensión proporcional a la intensidad de la luz recibida. La muestra se sitúa perpendicularmente al plano de incidencia y el campo magnético se crea mediante un par de carteras Helmholtz, alimentados con corriente alterna de baja frecuencia. El portamuestras puede rotarse para poder medir el ciclo de histéresis a diferentes ángulos con respecto a la dirección de anisotropía.

3.4 Medidas de GMI

En las películas delgadas, el rango de frecuencia donde las variaciones de la impedancia son máximas, es decir, donde la profundidad de penetración es del mismo orden que el espesor de las películas delgadas diseñadas ($\approx 1 \mu\text{m}$), va desde los cientos

de kHz hasta varios cientos de MHz. Para medir la impedancia a esas frecuencias ha sido necesario utilizar técnicas propias de la ingeniería de microondas.

La teoría de circuitos de baja frecuencia no es más que una particularización de la teoría electromagnética para aquellos casos en los que la longitud de onda de trabajo es mucho mayor que las dimensiones físicas del circuito. En el margen de frecuencia de microondas la frecuencia de trabajo es tan elevada que las dimensiones de los circuitos comienzan a ser comparables a la longitud de onda. Las aproximaciones aplicadas para obtener la teoría de circuitos de baja frecuencia ya no tiene validez y es necesario resolver el problema planteando las ecuaciones de Maxwell y las condiciones de contorno para los vectores de campo.

En alta frecuencia, la propagación guiada de las señales se realiza por medio de líneas de transmisión.

3.4.1 Líneas de transmisión para la medida de la impedancia

Una línea de transmisión es toda estructura capaz de transportar eficientemente la energía de radiofrecuencia desde un punto a otro. En adelante utilizare la denominación de líneas de transmisión exclusivamente para aquellos medios de transmisión con soporte físico, susceptibles de guiar ondas electromagnéticas en modo TEM (modo transversal electromagnético). Un modo TEM se caracteriza por el hecho de que tanto el campo eléctrico, como el campo magnético que forman la onda son perpendiculares a la dirección en que se propaga la energía; sin existir, por tanto, componente de los campos en la dirección axial (dirección en que se propaga la energía). Ejemplos de líneas de transmisión son el cable bifilar, el cable coaxial, y líneas planares tales como la “stripline” o la “microstrip”.

Una característica única de las líneas de transmisión es la posibilidad de analizarlas a partir del circuito equivalente de parámetros concentrados de un tramo infinitesimal de la línea, sin necesidad de recurrir a la resolución de las ecuaciones de Maxwell sujetas a las condiciones de contorno impuestas por el sistema [15,16]. Para poder aplicar las técnicas de análisis de baja frecuencia, el circuito debe estudiarse en secciones diferenciales de longitud en las cuales los parámetros pueden concentrarse en un solo valor. Así, el circuito equivalente de un tramo infinitesimal de longitud Δz de la línea de transmisión está compuesto por los siguientes elementos: una bobina que representa la autoinducción de la línea de transmisión por unidad de longitud (H/m), un condensador para modelar la capacidad por unidad de longitud (F/m), una resistencia R que caracteriza las pérdidas óhmicas por unidad de longitud generadas por la conductividad finita de los conductores (Ω/m) y una conductancia (S/m) para representar las pérdidas que se producen en el material dieléctrico por una conductividad equivalente no nula.

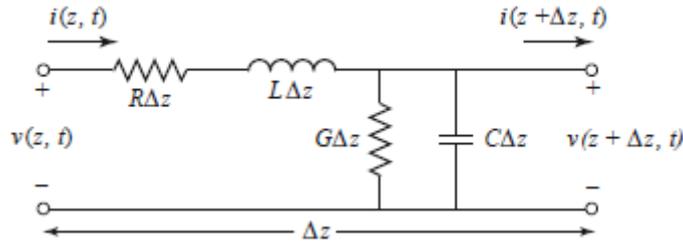


Figura 3.6: Modelo circuital de la línea de transmisión con pérdidas.

Aplicando las leyes de Kirchhoff al circuito de la figura 3.6 y resolviendo las ecuaciones diferenciales que se conocen como las ecuaciones del telégrafo, se puede probar que la tensión y corriente son ondas que se propagan en la dirección z con una constante de propagación γ .

$$V(z) = V_0^+ e^{-\gamma z} + V_0^- e^{\gamma z} \quad (3.9)$$

$$I(z) = I_0^+ e^{-\gamma z} + I_0^- e^{\gamma z} \quad (3.10)$$

El término $e^{-\gamma z}$ corresponde a ondas que se propagan en el sentido de aumento de z (ondas incidentes) mientras que el término $e^{\gamma z}$ corresponde a las ondas que se propagan en el sentido de disminución de z (ondas reflejadas).

La constante de propagación en este modelo de líneas de transmisión con pérdidas es:

$$\gamma = \sqrt{(R + j\omega L) \cdot (G + j\omega C)} = \alpha + j\beta \quad (3.11)$$

donde α es la constante de atenuación y β la constante de fase.

Otro parámetro que se debe tener en cuenta a la hora de caracterizar la línea es la impedancia característica. La impedancia característica es la impedancia que representaría la línea si su longitud fuese infinita, es decir, si no existe la onda regresiva. En nuestro caso, la línea de transmisión está cargada mediante la muestra, y al llegar a ella parte de la onda es absorbida y parte es reflejada, regresando al analizador de redes que genera la onda electromagnética que se propaga por la línea (figura 3.7).

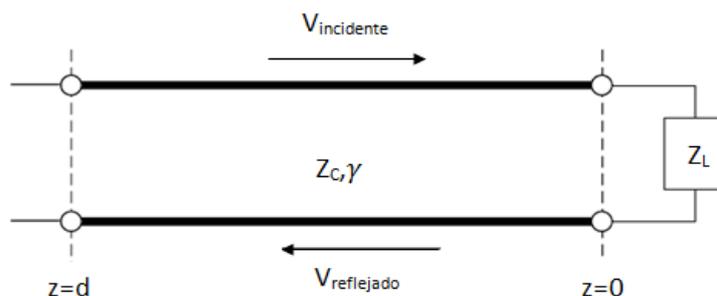


Figura 3.7: Esquema de una línea de transmisión cargada con una carga Z .

Se define el coeficiente de reflexión en tensión en un punto de la línea como el cociente entre las ondas de tensión reflejada e incidente en dicho punto:

$$\Gamma(z) = \frac{V_{reflejado}}{V_{incidente}} = \frac{V_{reflejado}(z=0)e^{-\gamma z}}{V_{incidente}(z=0)e^{\gamma z}} = \Gamma_L e^{-2\gamma z} \quad (3.12)$$

donde Γ_L es el coeficiente de reflexión en la carga.

La impedancia de la línea se puede expresar en función del coeficiente de transmisión de la siguiente manera:

$$Z(z) = Z_c \frac{1 + \Gamma(z)}{1 - \Gamma(z)} \quad (3.13)$$

Las medidas de impedancia presentadas en este trabajo se han realizado con un analizador de redes cuando las muestras estaban insertadas en unas líneas “microstrip”, que son probablemente una de las clases de líneas de transmisión más utilizadas, debido a su sencillez, amplio ancho de banda y versatilidad. Consisten en una tira de conductor plano sobre un sustrato dieléctrico, con otro conductor en la cara opuesta de extensión mucho mayor que el primero (figura 3.8).

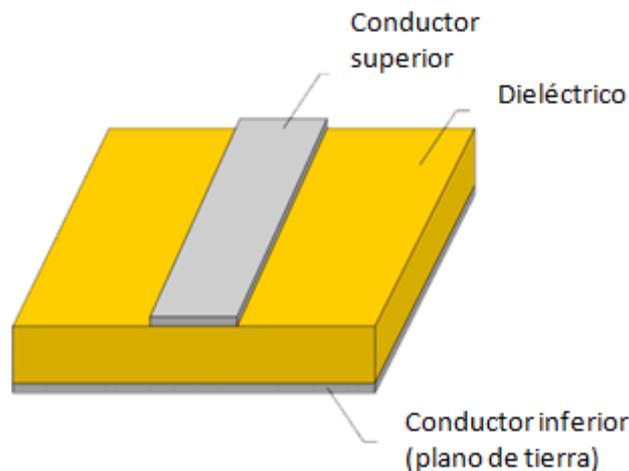


Figura 3.8: Esquema de un tramo de línea de microstrip.

El portamuestras utilizado para las medidas de impedancia consta de dos tramos de línea entre los cuales se sitúa la muestra, de manera que uno de ellos la conecta con los cables que van al analizador y el otro con la terminación que cierra el circuito (figura 3.9). La muestra se pega a las líneas “microstrip” con tintura conductora de plata, lo cual proporciona un buen contacto eléctrico libre de propagaciones internas.

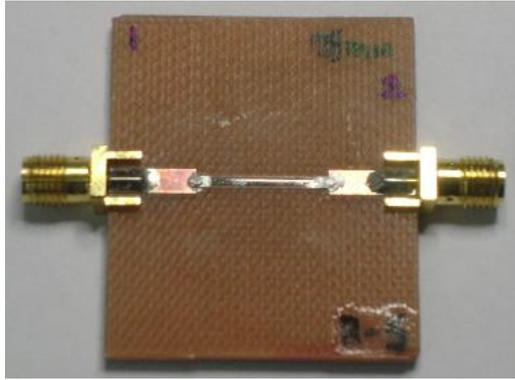


Figura 3.9: Fotografía de un portamuestras, con conectores SMA a ambos extremos de las líneas *microstrip* y una película de 10×0.5 (mm) pegada entre ellas.

3.4.2 Montaje experimental para medidas de GMI

En el apartado anterior se ha explicado cómo se realizan las medidas de impedancia en función de la frecuencia, pero para poder medir la GMI queremos además someter a la muestra a diferentes campos magnéticos externos. El campo magnético aplicado a la muestra se ha generado mediante un par de carretes Helmholtz de 27 cm de diámetro (figura 3.10). En la medida intervienen tres aparatos: una fuente de corriente que proporciona la corriente a los carretes Helmholtz, un amperímetro con el que se mide la corriente y un analizador de redes. Todos ellos disponen de puertos que les permiten su comunicación con un ordenador, donde se adquieren todos los datos de la medida.

El portamuestras se sitúa en el medio de las carretas, y se alinea el eje largo de la muestra con el eje de las carretas, de tal manera que el campo magnético aplicado magnetiza la muestra longitudinalmente.

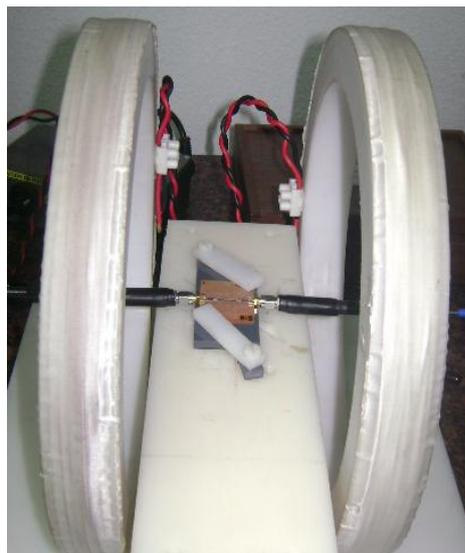


Figura 3.10: Carretes Helmholtz para medidas de GMI.

La medida se inicia saturando la muestra mediante la aplicación de un campo magnético de 250 Oe. A continuación, la fuente recorre la secuencia de entrada de manera que se cierra un ciclo magnético completo: primero es sentido decreciente, pasando por cero y alcanzando la saturación negativa, y después creciente, hasta llegar a la saturación positiva inicial. Para cada valor de campo aplicado, el analizador de redes realiza un barrido en frecuencia entre los valores elegidos y mide los parámetros de dispersión. Después, estos parámetros son transferidos a un ordenador para su procesado.

Para poder ignorar la propagación de la señal en el cable, antes de empezar la medida se realiza una calibración. Calibrando el extremo opuesto del cable, el analizador elimina las contribuciones de éste, de manera que sólo participan en la impedancia aquellas partes del circuito que se sitúan más allá del nuevo plano de medida: la muestra, el portamuestras y, en general, los conectores que unan éste con el cable.

Capítulo 4

Discusión y resultados obtenidos

4.1 Diseño y preparación de elementos sensitivos de GMI

En la investigación de magnetoimpedancia se utilizan muestras con tres tipos de geometrías: hilos, cintas y películas delgadas multicapa. A diferencia de los hilos y las cintas, la preparación de películas delgadas multicapa es integrable en un proceso de fabricación de circuitos electrónicos, y por ello se les considera el tipo de muestra más prometedor. Además, para la aplicación de sensores magnéticos resulta la geometría más conveniente. La estructura típica de una película multicapa es la estructura tipo “sándwich”, donde un material conductor no ferromagnético es rodeado por películas magnéticas de alta permeabilidad [17]. Existen dos configuraciones de tipo “sándwich”, la abierta y la cerrada. La figura 4.1 muestra los dos tipos de estructuras y la distribución del flujo magnético.

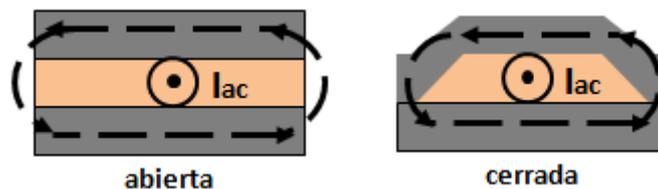


Figura 4.1: Representación esquemática de las estructuras tipo “sándwich” abierta y cerrada. Las flechas representan el flujo magnético.

La capa magnética puede ser amorfa o cristalina, siendo los materiales más comunes FeCoSiB y NiFe. Para la capa interna, es necesario usar un buen conductor ya que una alta relación entre las conductividades de ambos tipos de capas contribuye a aumentar la magneto-impedancia. Los materiales que se utilizan habitualmente son oro, cobre y plata.

Con el fin de lograr un valor de magnetoimpedancia alto en películas delgadas es necesario usar materiales con permeabilidad alta y espesor del orden de 1 μm , para poder beneficiarse del efecto pelicular en frecuencias no muy altas. Además, es necesario utilizar materiales magnéticamente blandos con anisotropía bien definida para lograr valores de sensibilidad altos en campos magnéticos pequeños.

Como material base para la estructura GMI hemos seleccionado aleaciones de Ni-Fe (Permalloy, Py) porque es un material magnéticamente blando, con alta permeabilidad y además su coste es bastante bajo. Cuando se sobrepasa un espesor crítico las películas delgadas de Py desarrollan una componente de la anisotropía situada fuera de plano, estado que se conoce como “transcrítico”. En el estado “transcrítico” el comportamiento magnético es independiente de la dirección de medida en el plano [18]. El estado “transcrítico” puede aparecer por varias razones, entre las cuales están la estructura columnar y la distribución anisotrópica de pares de átomos. Para interrumpir el crecimiento columnar y conseguir espesores más elevados de película magnética se ha procedido a la fabricación de multicapas, insertando, entre sucesivas capas de Py (con un grosor por debajo del crítico), una fina capa de material diferente (Ti, Cu, Gd), de unos pocos nanómetros de espesor. Para frenar el crecimiento columnar es conveniente usar un material con una estructura cristalográfica diferente al del Permalloy, que tiene una estructura cúbica. El material que se ha elegido es el titanio puesto que posee una estructura cristalográfica hexagonal. Se seleccionó un espesor de la película de Py de 170 nm, por debajo del estado “transcrítico”, y un espesor de Ti de 6 nm, de acuerdo con estudios realizados anteriormente donde se demostró que el espesor óptimo de Ti es de 6 nm [19].

Para mejorar la respuesta a la magnetoimpedancia se ha usado una estructura tipo “sándwich”. Aunque la estructura cerrada ofrece mejores resultados, se ha seleccionado la estructura en forma de tricapa abierta, ya que su fabricación puede realizarse en un único proceso. En lo que respecta a la capa central de material no ferromagnético, se ha utilizado Cu con un espesor de 500 nm porque es el espesor que mejores resultados de sensibilidad y GMI da de acuerdo a estudios anteriores realizados. Se añadió una capa extra de titanio en la parte superior para proteger la capa de permalloy situada en la parte más alta de la tricapa. De esta manera también se asegura una buena biocompatibilidad del elemento sensitivo. Por lo tanto, la estructura que se ha diseñado es: [FeNi(170 nm)/Ti(6 nm)]₃/Cu(500 nm)/[Ti(6 nm)/FeNi(170 nm)]₃/Ti(6 nm).

Los materiales que componen el elemento sensitivo seleccionado fueron depositados en vidrio y en COC mediante dc-sputtering utilizando blancos de permalloy (Fe₂₀Ni₈₀), titanio y cobre. El copolímero de olefina cíclica (COC) es una clase de polímero amorfo. Se ha seleccionado COC porque tiene una claridad como la del vidrio, baja capacidad de absorción del agua, buenas propiedades ópticas y buena biocompatibilidad (mas propiedades pueden verse en [20]). Debido a todas estas propiedades este material se usa cada vez más en dispositivos médicos. Además, exhibe excelentes propiedades eléctricas a altas frecuencias, lo que lo convierte en un material interesante para usar en aplicaciones con dispositivos eléctricos.

Las muestras fueron depositadas en forma de elemento rectangular de 10x0.5 (mm) mediante mascarar metálicas (figura 4.2). Para obtener una anisotropía transversal durante el proceso de deposición se aplicó un campo de 250 Oe en el lado corto del elemento rectangular. El sistema fue calibrado teniendo en cuenta las velocidades de deposición de FeNi, Cu y Ti. La presión de fondo fue de 3x10⁻⁷ mbar y la presión de Ar fue mantenida constante durante la deposición en un valor de 3.8x10⁻³ mbar. Cabe añadir que

la deposición de las muestras, tanto la deposición sobre vidrio como sobre COC, fue realizado al mismo tiempo, es decir, en el mismo proceso de Sputtering.

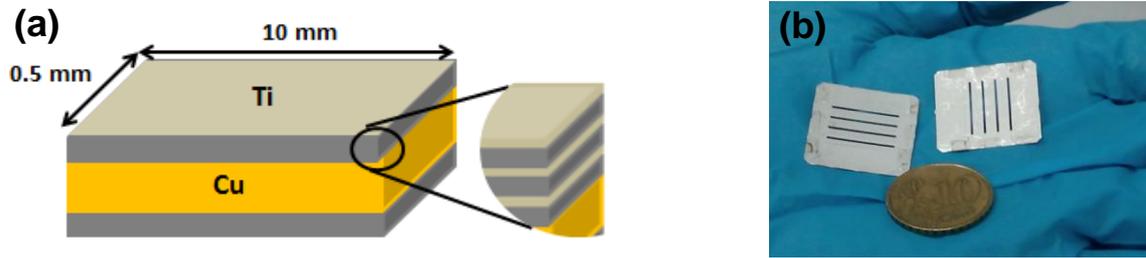


Figura 4.2: (a) Representación esquemática del elemento sensible GMI. (b) Fotografía de las mascarillas metálicas.

4.2 Caracterización magnética de las películas delgadas multicapa

En este apartado presentare los resultados concernientes a la caracterización magnética de las películas delgadas multicapa depositadas sobre vidrio y sobre sustrato flexible (COC).

4.2.1 Efecto magneto-óptico de Kerr

Mediante el efecto magneto-óptico de Kerr (MOKE) se han obtenido los ciclos de histéresis de las películas delgadas multicapa depositadas sobre los dos tipos de sustratos, vidrio y COC, a temperatura ambiente (figura 4.3). Las medidas de MOKE se han realizado en dos configuraciones, la longitudinal y la transversal. Los datos obtenidos por las mediadas de efecto Kerr nos dan la intensidad de la luz reflejada en unidades arbitrarias en función del campo magnético aplicado. Para la intensidad los datos han sido normalizados a la unidad.

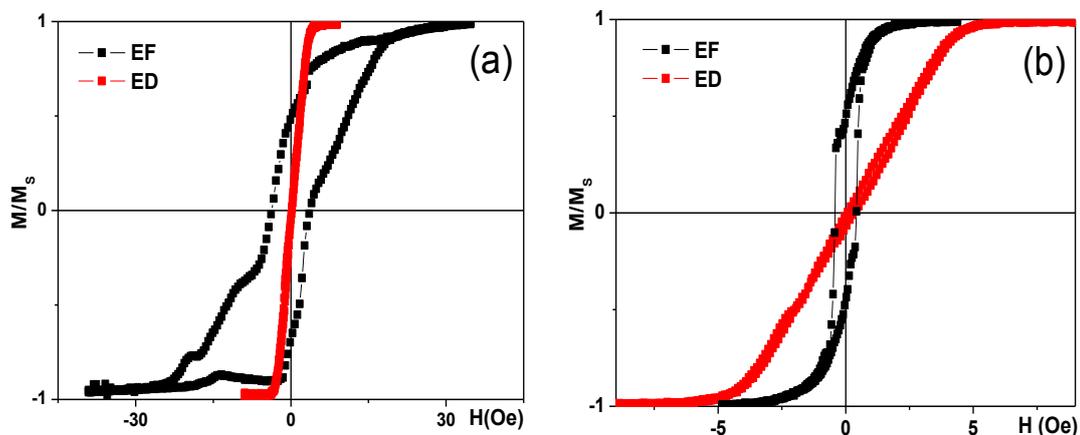


Figura 4.3: Ciclos de histéresis en las dos configuraciones obtenidas por el método de MOKE del elemento GMI depositado sobre vidrio (a) y sobre COC (b); EF-eje fácil (eje donde se ha inducido la anisotropía, en nuestro caso transversal), ED-eje difícil.

Para la longitud de onda de la luz empleada, la profundidad de penetración en el material será de unos 20 nm. Como el titanio es paramagnético, se puede despreciar su contribución, de modo que tenemos un ciclo de histéresis de la multicapa que refleja únicamente los procesos de imanación en la superficie de la capa superior de Py (unos 14 nm de la capa de Py). Esta técnica tiene algunas características que, si bien pueden ser interesantes para el estudio de efectos superficiales, en el caso de propiedades de volumen suponen una limitación importante. Por ello, no voy a establecer generalizaciones a partir de la caracterización presentada por medio de la técnica de MOKE. Aun así, los dos ciclos siguen siendo representativos de la naturaleza del Permalloy, que es un material blando, y por consiguiente tiene un valor de campo coercitivo bajo.

4.2.2 Magnetómetro de muestra vibrante

Las medidas de VSM se han realizado en configuración longitudinal, es decir, aplicando el campo magnético a lo largo del lado largo de la muestra (en la dirección transversal respecto al eje de magnetización fácil). La figura 4.4 muestra los ciclos de histéresis para las muestras depositadas sobre vidrio y COC respectivamente.

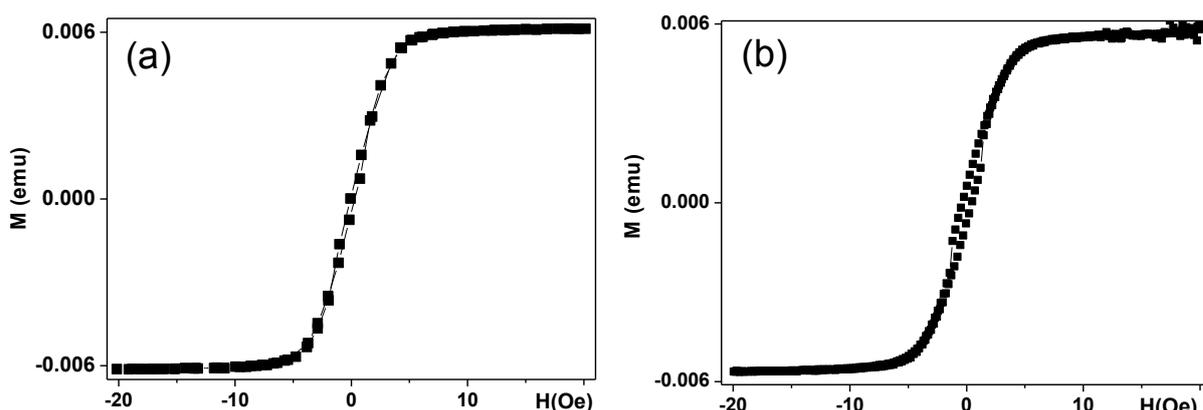


Figura 4.4: Curvas de histéresis longitudinales obtenidas por el método de VSM del elemento GMI depositado sobre vidrio (a) y sobre plástico (b).

La muestra depositada sobre vidrio presenta el típico ciclo correspondiente a la anisotropía transversal, saturándose aproximadamente en ± 4 Oe. No presenta histéresis, y la permeabilidad longitudinal es lineal con H prácticamente en todo el rango de campos entre saturación positiva y negativa. En cuanto a la muestra depositada sobre COC, su ciclo presenta rasgos de anisotropía longitudinal, con una histéresis alrededor del campo nulo, llegando a un campo coercitivo de 0.4 Oe. Este comportamiento puede ser debido al estrés generado durante la deposición en el proceso de Sputtering. Otra causa posible puede ser la rugosidad superficial del plástico.

4.3 Diseño, preparación y caracterización de ferrogel

4.3.1 Magnetómetro de muestra vibrante

Las curvas de magnetización de los ferrogel se midieron mediante VSM, usando capsulas de policarbonato. El valor de la magnetización en el campo de 18 kOe ha sido denominado magnetización de saturación M_s . La figura 4.5 muestra el resultado de la caracterización magnética de las muestras de ferrogel con diferentes cantidades de NPMs.

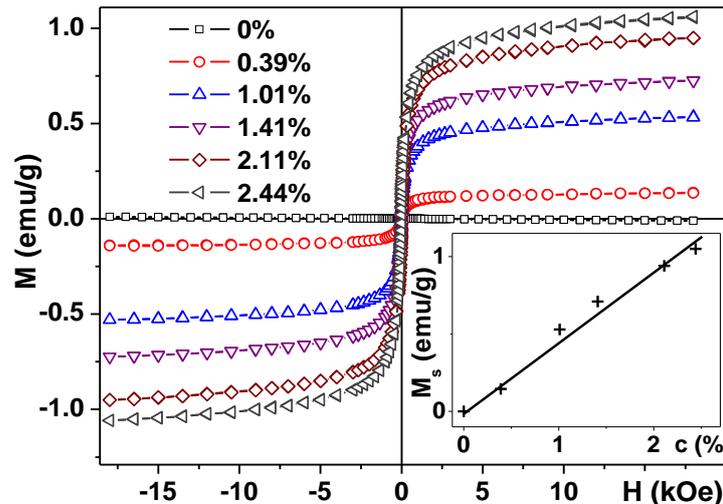


Figura 4.5: Curvas de histéresis de los ferrogel con diferentes concentraciones c (% por peso) de nanopartículas magnéticas; el recuadro interior muestra la magnetización de saturación en función de la concentración de las NPMs en los ferrogel.

Como se puede apreciar, el gel sin NPMs muestra una respuesta diamagnética lineal mientras que los ferrogel tienen una histéresis en forma de S, forma típica de los materiales ferromagnéticos. En el caso de la concentración de 0.39% el campo coercitivo es despreciable, acercándose a un comportamiento superparamagnético. Para todas las demás concentraciones el campo coercitivo es del orden de 4 Oe. Este hecho puede ser debido a que al aumentar la concentración de NPMs en el ferrogel, aparece la interacción débil entre las nanopartículas. En lo que respecta a la magnetización de saturación, este presenta una dependencia lineal respecto a la concentración.

4.3.2 Estudio de las condiciones apropiadas para las medidas en el modo de biosensor

Los ferrogel sintetizados se mantuvieron en agua destilada, pero para las medidas de GMI se elaboró un protocolo especial para minimizar los errores experimentales y garantizar que el procedimiento sea reproducible.

En primer lugar, las muestras de ferrogel se cortaron para que todas tuvieran el mismo peso (de unos 0.8 g) y la misma forma semicilíndrica. Después, cada muestra fue

sacada del agua y mantenida a temperatura ambiente en unos 90 minutos, mientras que se fue midiendo la pérdida de peso que se daba (porque el agua se evaporaba) mediante una balanza analítica (figura 4.6).



Figura 4.6: Fotografía de la balanza analítica utilizada para la medida de pérdida de peso de los ferrogel con una muestra de ferrogel dentro de ella.

Se obtuvo una dependencia lineal entre la pérdida de masa y el tiempo para todas las muestras de ferrogel (figura 4.7). Además, como se puede ver, todas las rectas están muy cerca una de otra. La pérdida de masa en el intervalo de tiempo de 0 a 6 minutos ha sido tratada de diferente manera, es decir, se han calculado dos pendientes, una para el intervalo mencionado anteriormente y otra para todos los demás puntos. Esto se debe a que el agua evaporada al principio es el agua destilada que estaba en el depósito donde se mantenía al ferrogel.

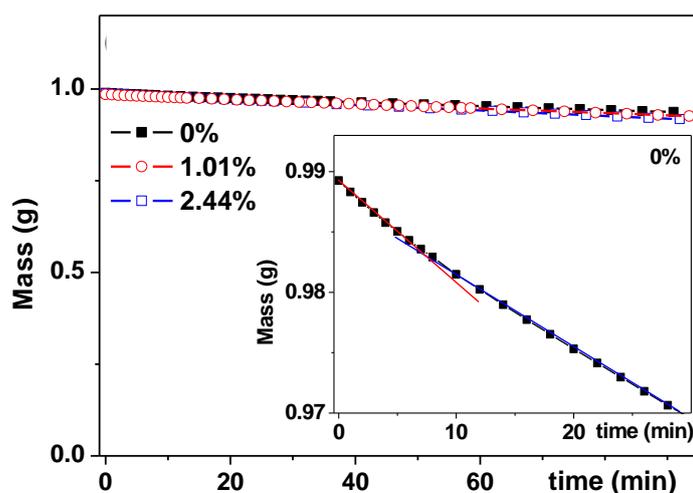


Figura 4.7: Pérdida de masa de los ferrogel con concentración de NPMs de 0%, 1% y 2.24%; el recuadro interior muestra la diferencia de pendiente entre el intervalo de 0 a 6 minutos y los puntos a partir de los 6 minutos.

Teniendo en cuenta que en los primeros 6 minutos se daba la evaporación del agua destilada y no del ferrogel, antes de realizar las medidas de GMI las muestras se mantuvieron 6 minutos secando. Asimismo, el tiempo total de las medidas de GMI fue limitado a 40 minutos, periodo en el cual la pérdida de masa respecto al estado inicial es de un 3%.

4.4 Medidas GMI

En este apartado presentare los resultados concernientes a las medidas de magnetoimpedancia gigante. La GMI ha sido medida en configuración longitudinal (figura 4.8) con una corriente alterna fluyendo paralelo al campo magnético creado por un par de carretas Helmholtz, como se vio en el apartado 2.4.2.

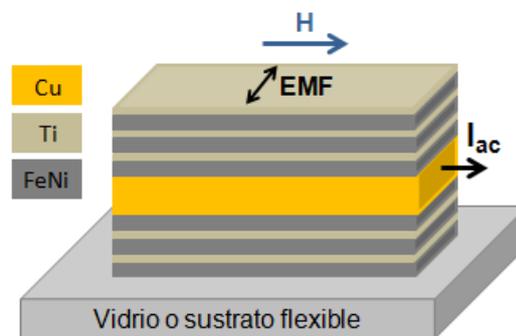


Figura 4.8: Representación esquemática del elemento sensible GMI. I_{ac} –dirección de la corriente que fluye en las medidas de GMI. EMF –eje de magnetización fácil.

4.4.1 Estudios comparativos de GMI: sustratos rígidos y sustratos flexibles

La figura 4.9a muestra el ratio de la GMI para las muestras depositadas sobre los dos tipos de sustratos estudiados. El ratio de GMI se definió respecto el valor máximo del campo aplicado $H_{max}=150$ Oe. La GMI se calculo a partir de la ecuación (2.5).

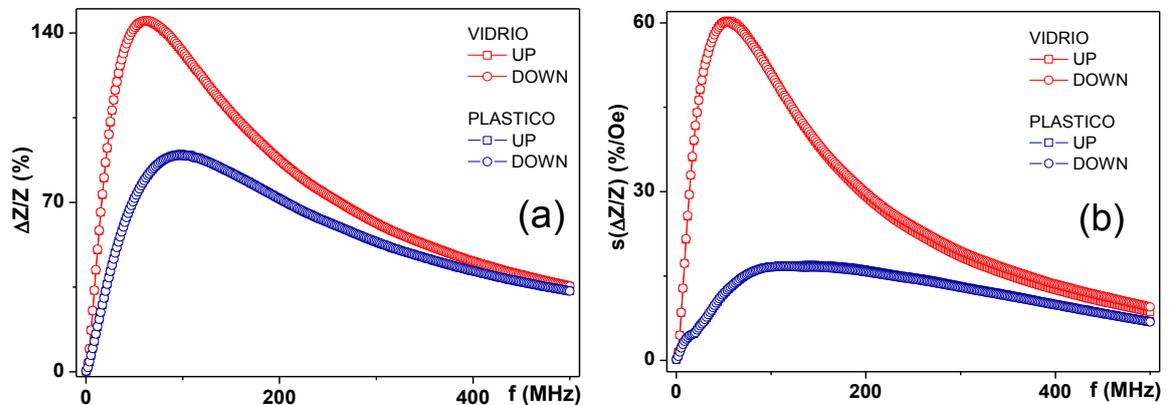


Figura 4.9: GMI (a) y sensibilidad (b) de los elementos sensibles depositados sobre vidrio y COC en función de la frecuencia.

Para la muestra depositada sobre vidrio se ha logrado un valor máximo de 145% en 64 MHz, mientras que para la muestra depositada sobre COC el valor máximo es de 89% en 97 MHz. En lo que respecta a la sensibilidad (figura 4.9b) la muestra depositada sobre COC logra un valor bastante más bajo, debido probablemente al estrés generado durante el proceso de deposición que se convierte más importante en el caso de sustratos flexibles. Aun así, la sensibilidad que se logra para el sustrato flexible (del orden de 20%/Oe) sigue siendo válida para aplicaciones.

Veamos ahora la forma de las curvas de magnetoimpedancia en función del campo correspondientes a las dos muestras. La figura 4.10 muestra la dependencia de la GMI respecto al campo aplicado en la frecuencia donde ha sido máxima la magnetoimpedancia para cada muestra.

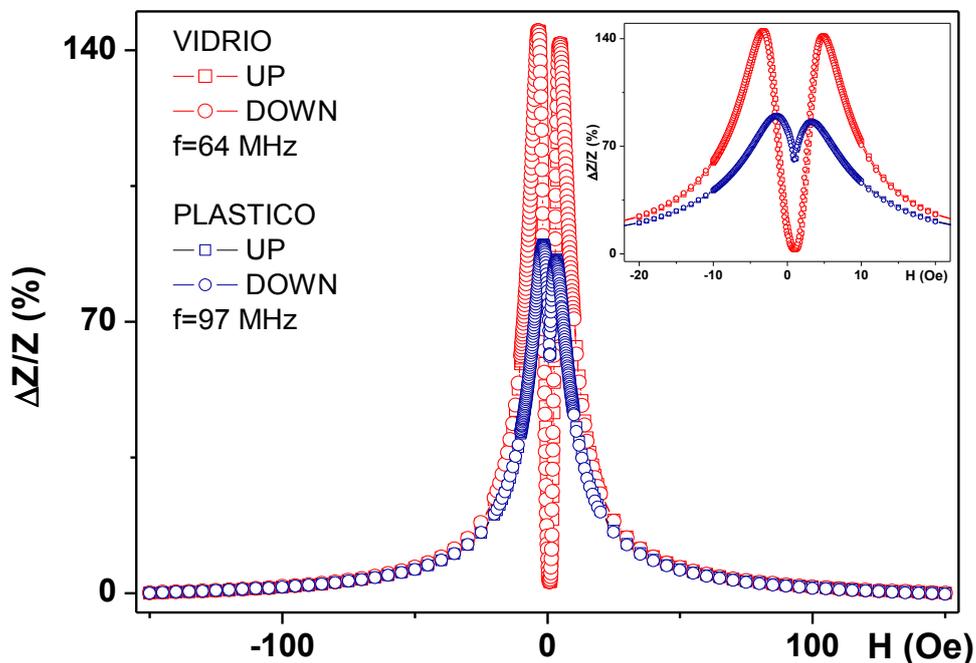


Figura 4.10: GMI de los elementos sensitivos depositados sobre vidrio y COC en función del campo aplicado; el recuadro interior muestra la zona cercana al campo nulo.

La muestra depositada sobre sustrato de vidrio presenta la típica curva correspondiente a la anisotropía transversal, presentando sendos picos en el campo de anisotropía $H=\pm H_k$. Por su parte, la muestra depositada sobre COC no muestra unos picos muy marcados, y se puede decir que la forma de la curva se acerca a las curvas que presentan las muestras con anisotropía longitudinal, con un único pico en $H=0$. Se puede concluir, entonces, que la anisotropía no ha sido bien inducida en el caso de la muestra depositada sobre COC.

En lo que concierne a los valores del campo de anisotropía, para la muestra depositada sobre vidrio se logra un valor de 4.5 Oe, mientras que para la depositada

sobre sustrato flexible el valor es de 3.5 Oe, valores parecidos a los que se logran mediante la magnetometría de muestra vibrante.

4.4.2 Medidas GMI en modo de biosensor

Como la muestra depositada sobre COC no tenía una anisotropía transversal bien definida y los valores de sensibilidad y magneto-impedancia resultaron ser más altos para el elemento depositado sobre vidrio, se decidió usar este como elemento sensitivo GMI para el prototipo de biosensor.

En la figura 4.11 se puede ver la forma en la que se analizó la capacidad del prototipo de sensor GMI diseñado para la detección de ferrogel. Todas las medidas se realizaron en modo longitudinal (el campo H paralelo a la dirección de la corriente de excitación).

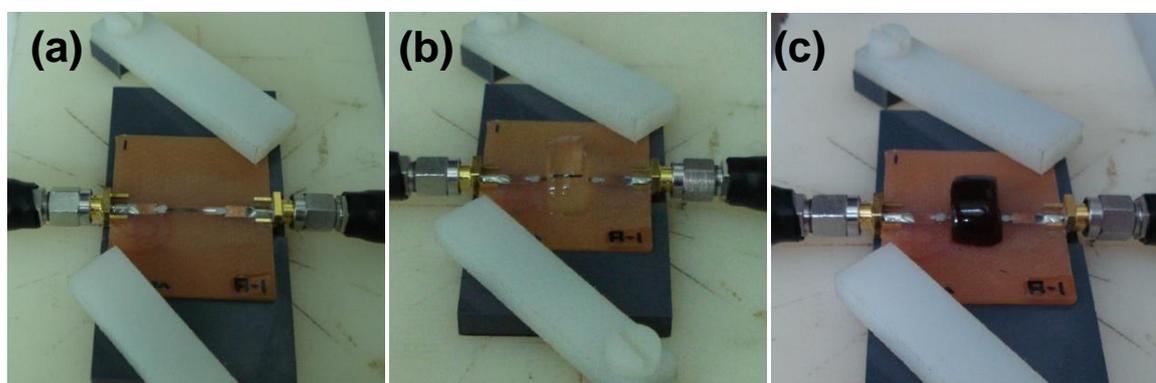


Figura 4.11: Disposición general del biosensor GMI. El elemento sensitivo esta insertado en una línea microstrip. (a) Elemento sensitivo sin gel/ferrogel. (b) Elemento sensitivo con el gel situado en el medio. (c) Elemento sensitivo con el ferrogel.

En primer lugar, se midió la GMI del elemento multicapa depositado en sustrato de vidrio sin gel/ferrogel (figura 4.11a) para poder usarlo como referencia. Después, se realizó la medida de GMI del elemento sensitivo en presencia del gel (figura 4.11b) o ferrogel (figura 4.11c). Por último, se midió otra vez la GMI del elemento sensitivo sin gel/ferrogel para asegurar que el sistema regresaba a su estado inicial.

La figura 4.12 presenta la dependencia respecto al campo de la impedancia total y sus partes real e imaginaria del elemento multicapa sin gel o ferrogel. La forma de las curvas es típica de una muestra con anisotropía transversal inducida donde el máximo se sitúa cerca del campo de anisotropía. $\Delta Z/Z$ y $\Delta R/R$ tienen una sensibilidad similar del orden de 50 %/Oe. El intervalo de campo es un poco mayor en el caso de $\Delta Z/Z$, por lo que hemos seleccionado la variación de la impedancia total para las medidas de las muestras con gel/ferrogel.

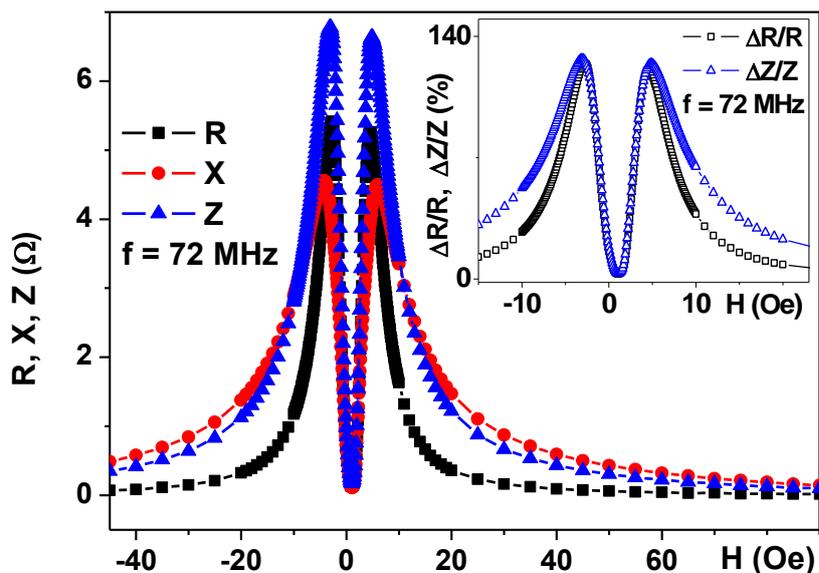


Figura 4.12: Dependencia con el campo de la impedancia total y sus partes real e imaginaria del elemento sensitivo; en el recuadro interior se muestran los ratio GMI de la impedancia total y de su parte real.

La figura 4.13 muestra la dependencia con la frecuencia del ratio $\Delta Z/Z_{\max}$ para el estado de referencia (sin gel/ferrogel) y todas las muestras de gel. La curva de referencia presenta un comportamiento típico que está bien comprendido dentro del marco de la electrodinámica clásica y del efecto pelicular. El valor máximo de $\Delta Z/Z_{\max}$ aparece alrededor de los 70 MHz, una frecuencia razonablemente baja y apropiada para aplicaciones. En cuanto a las muestras con gel, aparecen grandes diferencias entre las curvas correspondientes a diferentes concentraciones de nanopartículas magnéticas. Esta diferencia puede ser consecuencia de dos importantes contribuciones: contribución dieléctrica del gel sin NPMs y la contribución magnética de las NPMs.

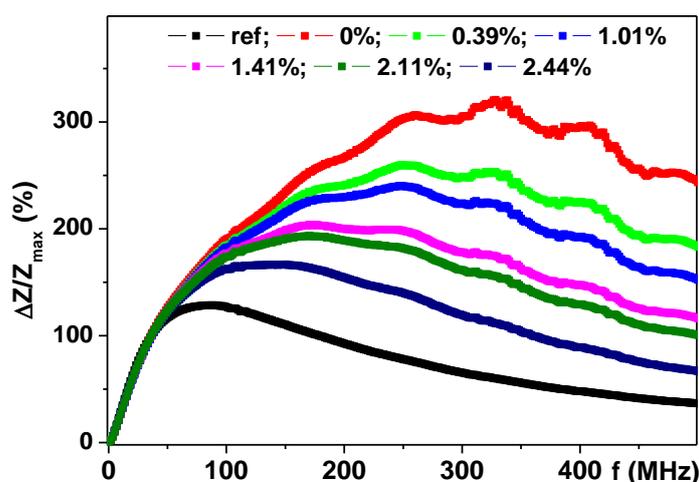


Figura 4.13: Dependencia con la frecuencia del ratio GMI sin gel/ferrogel y en presencia de los gels con diferentes concentraciones de NPMs.

Como vimos en el apartado 4.3.1 la señal magnética del gel puro es una débil contribución diamagnética que puede ser despreciada. Además, como se puede apreciar en la figura 4.13, el elevado valor de la constante dieléctrica del gel afecta fuertemente a la impedancia haciendo que la curva roja sea significativamente diferente respecto a la de referencia. La contribución magnética del campo creado por las nanopartículas magnéticas también influye. Aun así, a pesar de que el uso del gel causa un enorme cambio en la señal, los valores que se muestran son perfectamente detectables usando el elemento sensitivo GMI.

Por último, la figura 4.14 resume la dependencia que tienen los diferentes parámetros de las medidas de GMI respecto a la concentración de NPMs. Se puede ver que la relación que tienen dichos parámetros con la concentración es lineal.

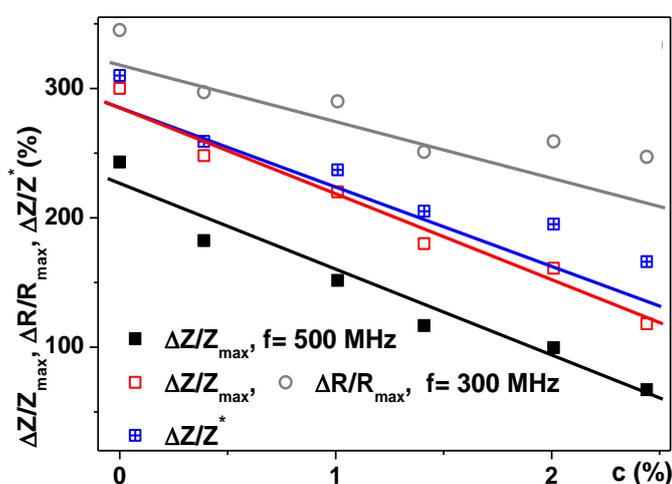


Figura 4.14: Dependencia con la concentración de NPMs de los ratios de la impedancia total y su parte real. $\Delta Z/Z^*$ es el valor máximo para cada curva $\Delta Z/Z$ vs f .

En el diseño de cualquier sensor siempre se busca un parámetro que tiene dependencia lineal respecto a la magnitud que se desea detectar. El objetivo de los biosensores es la de detectar sustancias biológicas o químicas. Una forma de saber la concentración de la sustancia que se quiere detectar es conociendo la concentración de nanopartículas magnéticas. Por tanto, podemos concluir que el prototipo de sensor GMI diseñado es válido para la detección del campo magnético creado por las nanopartículas magnéticas. Asimismo, ha quedado demostrada su valía como sensor magnético para cuantificar concentraciones.

Capítulo 5

Conclusiones

En el presente trabajo se han estudiado las propiedades magnéticas de películas delgadas de FeNi/Ti depositadas mediante la técnica de pulverización catódica sobre sustratos rígidos (vidrio) y sustratos flexibles (COC). Además, se ha analizado la magnetoimpedancia de los dos tipos de muestra diseñados, discutiendo su posible aplicación en el campo de sensores de campos magnéticos. En la última parte del trabajo, se ha estudiado un prototipo de biosensor GMI utilizando ferogeles con distintas concentraciones de nanopartículas magnéticas. A continuación se resumen las principales conclusiones de este trabajo organizadas en las distintas fases en las que se ha dividido la investigación:

En la primera parte del trabajo se ha estudiado el diseño del elemento sensitivo GMI. Teniendo en cuenta sus propiedades magnéticas, alta permeabilidad y bajo campo coercitivo, se ha seleccionado FeNi (Permalloy, Py) como material base para la película multicapa. Para mejorar la respuesta a la magnetoimpedancia se ha elegido una estructura tipo sándwich, utilizando como capa central 500 nm de cobre. En lo que respecta a la capa magnética, se ha seleccionado un grosor de Py por debajo del crítico y se ha insertado titanio entre sucesivas capas de Py con el fin de frenar el crecimiento columnar. Para proteger la parte superior de Py y asegurar la biocompatibilidad del elemento sensitivo se ha decidido añadir una capa extra de titanio en la parte superior. Por tanto, el estudio de diferentes propiedades y fenómenos nos han llevado a la siguiente selección: [FeNi (170 nm)/Ti(6 nm)]₃/Cu (500 nm)/[Ti (6 nm)/FeNi (170 nm)]₃/Ti(6 nm). La deposición de dicho elemento sobre vidrio y COC se ha realizado mediante Sputtering aplicando un campo durante la deposición, para inducir una anisotropía transversal. Como el objetivo del trabajo es comparar el comportamiento de las dos muestras la deposición sobre los dos tipos de sustratos fue realizado en el mismo proceso y al mismo tiempo.

Se han empleado el efecto magneto-óptico de Kerr (MOKE) y la magnetometría de muestra vibrante (VSM) para obtener los ciclos de histéresis de las muestras. A partir de la técnica de MOKE se han logrado unos ciclos representativos de los efectos superficiales de la capa superior del Py. En las medidas de VSM realizadas en modo longitudinal, que nos dan información de toda la muestra, se ha observado una coercividad para el elemento depositado sobre plástico, es decir, no se ha logrado una anisotropía transversal bien definida para el sustrato flexible. Una de las causas posibles es el estrés generado durante la deposición.

Para caracterizar magnéticamente las muestras de gel/ferrogel se ha utilizado la técnica de VSM. Se puede observar que el gel puro es diamagnético mientras que los ferrogeles con diferentes concentraciones de nanopartículas magnéticas presentan un comportamiento que se acerca al superparamagnético.

Con el propósito de minimizar los errores experimentales, se ha elaborado un método de medida GMI para las muestras con ferrogel. Para ello se ha ido midiendo la pérdida de masa que se daba en 90 minutos a temperatura ambiente. Se ha observado una dependencia lineal entre la pérdida de masa y el tiempo, pero los puntos ubicados en los primeros seis minutos mostraban una pendiente diferente. Por tanto, se ha concluido que el agua evaporada en los primeros seis minutos era el agua destilada. Por esta razón, antes de la realización de las medidas GMI se decidió mantener las muestras secando durante 6 minutos.

En cuanto a las medidas de GMI, la muestra depositada en vidrio alcanza una tasa de variación de la impedancia de 145% en 64 MHz, mientras que la depositada en COC muestra un valor máximo de 89% en 97 MHz. Asimismo, la sensibilidad también ha resultado ser bastante más baja para la muestra depositada sobre COC. Aun así, los valores obtenidos en sustrato flexible son prometedores para aplicaciones. Aunque hace falta más trabajo en busca de las condiciones más óptimas para los sustratos flexibles, ha quedado demostrado que es posible la realización de sensores sobre sustratos flexibles.

En la última etapa del trabajo se ha propuesto un diseño para un prototipo de biosensor, basado en la magneto-impedancia, con el fin de medir el campo creado por las nanopartículas. Las medidas de GMI muestran una dependencia lineal de algunos parámetros como $\Delta Z/Z$ y $\Delta R/R$ respecto a la concentración de las nanopartículas magnéticas.

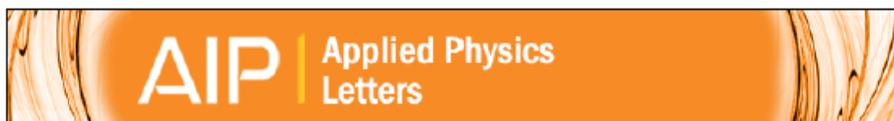
Bibliografía

- [1] Manh-Huong Phan, Hua-Xin Peng, *Giant magnetoimpedance materials Fundamentals and applications*. Progress in Materials Science 53 (2008) 323–420.
- [2] Eugene V. Dirote, *New Developments in Nanotechnology Research*. NOVA (2007).
- [3] Yuanzhao Wu, Xi Yang, Xiaohui Yi, Yiwei Liu, Yu Chen, Gang Liu¹ and Run-Wei Li, *Magnetic Nanoparticles for Biomedicine Applications*. J Nanotechnol Nanomed Nanobiotechnol 2015, 2: 003.
- [4] B.D. Cullity, C.D. Graham, *Introduction to magnetic materials*. IEEE Press (2009).
- [5] A.Hernando, J.M.Rojo, *Física de los materiales magnéticos*. Editorial SINTESIS (2001).
- [6] L. Craus, *Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 195 (1999) 764-778.
- [7] Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. Vol. 33 Num. 5 Septiembre- Octubre 1994.
- [8] <http://eprints.ucm.es/1955/1/T22213.pdf>.
- [9] Jae-Sang BAEK and Youn J. KIM, *Cooling effect enhancement in magnetron sputtering system*. Fifth International Conference on CFD in the Process Industries CSIRO, Melbourne, Australia 13-15 December 2006.
- [10] A. P. Safronov, I. V. Beketov, S. V. Komogortsev, G. V. Kurlyandskaya, A. I. Medvedev, D. V. Leiman, A. Larrañaga, and S. M. Bhagat, *Spherical magnetic nanoparticles fabricated by laser target evaporation*. AIP ADVANCES 3, 052135 (2013).
- [11] JitKang Lim, Swee Pin Yeap, Hui Xin Che and Siew Chun Low, *Characterization of magnetic nanoparticle by dynamic light scattering*. Lim et al. Nanoscale Research Letters 2013, 8:381.
- [12] G. V. Kurlyandskaya, E. Fernández, A. P. Safronov, A. V. Svalov, I. Beketov, A. Burgoa Beitia, A. García-Arribas, and F. A. Blyakhman, *Giant magnetoimpedance biosensor for ferrogel detection: Model system to evaluate properties of natural tissue*. APPLIED PHYSICS LETTERS 106, 193702 (2015).

- [13] L. Avilés Félix, Abel Gutarra, *Caracterización y estudio de Materiales Magnéticos. Implementación y optimización de un Magnetómetro de Muestra Vibrante*. Editora Valeria Cuenca, Editorial Académica Española, LAP LAMBERT Academic Publishing GmbH&Co., Saarbrücken, Germany. ISBN: 978-3-8484-7290-1, 11 de Abril de 2012.
- [14] Z. Q. Qiu and S. D. Bader, *Surface magneto-optic Kerr effect*. Rev. Sci. Instrum., Vol. 71, No. 3, March 2000.
- [15] J. Alpuente Hermosilla...[et al.], *Líneas de transmisión y redes de adaptación en circuitos de microondas*. Universidad de Alcalá de Henares, Alcalá de Henares: D.L. 2006
- [16] David M. Pozar, *Microwave engineering*. John Wiley & Sons, New York [etc.]: 2005.
- [17] L.V. Panina, K. Mohri, *Magneto-impedance in multilayer films*. Sensors and Actuators 81 (2000) 71–77.
- [18] A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, H. Hammer, P. A. Savin, and O. I. Tutynina, *Modification of the “Transcritical” State in $Ni_{75}Fe_{16}Cu_5Mo_4$ Films Produced by RF Sputtering*. Technical Physics, Vol. 49, No. 7, 2004, pp. 868–871.
- [19] G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, and J. M. Barandiaran, *FeNi-based magnetic layered nanostructures: Magnetic properties and giant magnetoimpedance*. J. Appl. Phys. 107, 09C502 (2010).
- [20] http://www.topas.com/sites/default/files/files/TOPAS_Brochure_E_2014_06%281%29.pdf

Anexos

- Portada del artículo publicado en “Applied Physics Letters”



Giant magnetoimpedance biosensor for ferrogel detection: Model system to evaluate properties of natural tissue

G. V. Kuryandskaya, E. Fernández, A. P. Safronov, A. V. Svalov, I. Beketov, A. Burgoa Beitia, A. García-Arribas, and F. A. Blyakhman

Citation: *Applied Physics Letters* **106**, 193702 (2015); doi: 10.1063/1.4921224

View online: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4921224>

View Table of Contents: <http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/106/19?ver=pdfcov>

Published by the AIP Publishing

Articles you may be interested in

Magnetoimpedance of thin film meander with composite coating layer containing Ni nanoparticles
J. Appl. Phys. **115**, 17A323 (2014); 10.1063/1.4865319

External-field-free magnetic biosensor
Appl. Phys. Lett. **104**, 122401 (2014); 10.1063/1.4869029

Development of magnetoresistive thin film sensor for magnetic field sensing applications
AIP Conf. Proc. **1512**, 30 (2013); 10.1063/1.4790897

FeNi-based magnetic layered nanostructures: Magnetic properties and giant magnetoimpedance
J. Appl. Phys. **107**, 09C502 (2010); 10.1063/1.3355473

Giant magnetoresistance monitoring of magnetic picodroplets in an integrated microfluidic system
Appl. Phys. Lett. **85**, 4783 (2004); 10.1063/1.1825059

Want to publish your paper in the
#1 MOST CITED journal in applied physics?

With *Applied Physics Letters*, you can.

AIP Applied Physics
Letters

THERE'S POWER IN NUMBERS. Reach the world with AIP Publishing.



- Abstract enviado al XXV Congreso de Jóvenes Investigadores de Rusia.

GIANT MAGNETOIMPEDANCE OF FeNi-BASED NANOSTRUCTURES DEPOSITED ONTO GLASS AND FLEXIBLE SUBSTRATES

Burgoa Beitia A. ⁽¹⁾, Fernández E. ⁽¹⁾, Svalov A.V. ^(1,2), Kurlyandskaya G.V. ^(1,2)

⁽¹⁾Dept. Electricity and Electronics, University of the Basque Country UPV-EHU, Campus de Leioa, 48940, Leioa, Spain

⁽²⁾Dept. Magnetism and Magnetic Nanomaterials, Ural Federal University, Lenin Ave. 51, 620083, Ekaterinburg, Russia

The giant magneto-impedance (GMI) effect is the great change of the electrical impedance that soft ferromagnetic materials exhibit when a magnetic field is applied. It is based on the skin effect, consisting in the change of the skin penetration depth of the electromagnetic field in a conductor. GMI research is of great interest due to the potential technological and biomedical applications as small magnetic field sensors. GMI sensors presently have the highest sensitivity to a magnetic field in the standard technological temperature range of -50 to 120°C. Flexible substrates are an attractive solution for GMI biosensors, which could be directly incorporated into the microfluidic systems.

In this work, we have designed a [FeNi(170 nm)/Ti(6 nm)]₃/Cu(500 nm)/[Ti(6 nm)/FeNi(170 nm)]₃ multilayer and deposited it onto a rigid glass and onto Cyclo Olefine Copolymer (COC) flexible substrates. The multilayered structure was prepared by rf-sputtering with metallic masks under a constant magnetic field of 250 Oe that was applied parallel to the film plane in order to induce a well-defined transverse magnetic anisotropy. In thin films, it is necessary to use frequencies in the MHz range in order to obtain the high impedance variation. The magneto-transport measurements at these frequencies must be performed using radio-frequency (RF) techniques. The GMI results presented in this work are based on the measurements of the scattering parameters using a vector network analyser when the sample inserted in a microstrip transmission line [1]. The GMI ratio $\Delta Z/Z$ was defined with respect to the value at the maximum field $H_{\max} = 150$ Oe: $\Delta Z/Z = 100 \times ([Z(H) - Z(H_{\max})] / Z(H_{\max}))$. Figure 1 shows the frequency dependence of the maximum GMI for the samples

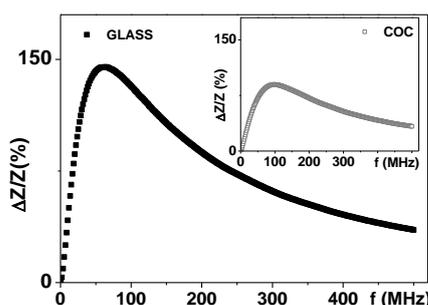


Figure 1. Frequency dependence of the GMI ratio for multilayer deposited onto glass and COC substrates.

deposited onto glass and COC substrates, respectively. For the sample deposited onto a glass substrate 145% ratio of impedance change is found at 64 MHz, whereas for the sample deposited onto COC substrate, the maximum ratio is 89% at 97 MHz. Although value of GMI variation is significantly higher for the multilayer deposited onto rigid substrate, the $\Delta Z/Z$ variation of the order of 90% for COC substrate is also promising for magnetic sensor applications. More work is necessary in order to achieve GMI values for flexible substrates close to the best values available for rigid substrates.

1. Kurlyandskaya G.V., de Cos D., Volchkov S.O., Magnetosensitive Transducers for Nondestructive Testing Operating on the Basis of the Giant Magnetoimpedance Effect: A Review// Rus. J. Nondestr. Test. 2009, vol. 45, № 6, p. 377-398.

This work was supported in part by the Basque Government through the Actimat Project under Grant IE13-380.