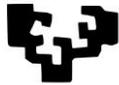


eman ta zabal zazu



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea



ZTF-FCT

Zientzia eta Teknologia Fakultatea
Facultad de Ciencia y Tecnología



Trabajo Fin de Grado
Grado en Ingeniería Electrónica

Sensores del campo magnético basados en la magnetoimpedancia sobre sustratos flexibles

Autora:

Aizeti Burgoa Beitia

Directora:

Galina Kurlyandskaya

Leioa, septiembre de 2015

Agradecimientos

Quiero expresar mi agradecimiento especialmente a mi directora de trabajo Dra. Galina Kurlyandskaya por concederme el privilegio de trabajar con ella y por estar siempre dispuesta a ayudarme.

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.

Resumen

La investigación sobre el fenómeno la magetoimpedancia gigante (GMI) es de gran interés debido a sus posibles aplicaciones tecnológicas y biomédicas como pequeños sensores de campos magnéticos. El efecto GMI resulta muy prometedor para la electrónica flexible por la gran sensibilidad que presenta respecto al campo magnético aplicado. Las películas delgadas magnéticamente blandas, fabricadas sobre sustratos flexibles, ofrecen las propiedades eléctricas de la tecnología basada en las obleas rígidas de silicio pero con la habilidad de estirarse, comprimirse y deformarse. Otras características particulares de los sensores magnéticos flexibles basados en películas delgadas son la ligereza, variedad de limitaciones térmicas o químicas y la biocompatibilidad.

Como primer paso se ha diseñado la estructura de la película delgada multicapa, el cual constituye el elemento sensitivo del sensor magnético. Con la finalidad de lograr un gran efecto GMI se ha seleccionado la estructura $[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Cu}(500 \text{ nm})/[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Ti}(6 \text{ nm})$ con flujo magnético abierto. Las estructuras GMI fueron depositadas sobre un sustrato rígido de vidrio y sobre un sustrato flexible de Copolímero de Olefina Cíclica (COC) mediante el proceso de *sputtering*. Durante la deposición se aplicó un campo magnético constante de 250 Oe a lo largo del lado corto de la muestra para inducir una anisotropía uniaxial transversal bien definida. Se compararon los dos tipos de muestras, analizando sus propiedades magnéticas y de GMI. 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.

En la segunda fase del trabajo, dos elementos sensitivos, uno situado en la mitad del sustrato de COC (nombrado muestra 2) y el otro en una esquina (nombrado muestra 4), han sido sometidos a un tratamiento de recocido con corriente AC, con el fin de mejorar la GMI y sensibilidad de las muestras flexibles para aplicaciones sensoras. Se ha diseñado un circuito electrónico específico para llevar a cabo el tratamiento de recocido con corriente AC. El circuito se montó cerca del magnetómetro del efecto Kerr a fin de poder medir las curvas de magnetización de las muestras. Para la muestra 4, la cual presentaba una anisotropía transversal antes del tratamiento, las curvas de histéresis obtenidas por efecto Kerr han mostrado que aplicando intensidades de corrientes entre 10 y 50 mA durante 5 minutos, el tratamiento puede reducir el campo de anisotropía de 4.6 Oe a 3.6 Oe, aumentando la sensibilidad del sensor flexible. Por otro lado, en el caso de la muestra 2, la cual presentaba una anisotropía longitudinal antes del tratamiento, no se observó ningún cambio en las propiedades magnéticas, mostrando después del recocido (aplicando 10-150 mA) la misma curva de histéresis del estado inicial.

Por último, se ha estudiado la GMI de las dos muestras flexibles antes y después del tratamiento de recocido. Se ha encontrado que mediante el tratamiento de recocido con corriente se puede mejorar la sensibilidad de la muestra 4, debido a la relajación de tensiones. La sensibilidad aumentó de 17%/Oe (a 140 MHz) a 22 %/Oe (a 87 MHz), lo cual mejoró el punto de operación del sensor GMI flexible. Estos resultados confirman la utilidad del sistema de recocido diseñado. En lo que respecta a la muestra 2, se ha observado que tanto la GMI como la sensibilidad disminuyen después del tratamiento.

Laburpena

Magnetoimpedantzia jigantea (GMI) fenomenoaren inguruko ikerketa interes handikoa da tamainu txikiko sentsore magnetiko bezala izan ditzakeen aplikazio teknologiko eta biomedikoen ondorioz. GMI efektua etorkizun handikoa da elektronika malguarentzat erakusten duen sentsibilitate altuagatik aplikaturiko eremu magnetikoarengan. Substratu flexibleen gainean fabrikaturiko film mehe magnetikoki bigunak siliziozko olata zurrunean oinarrituriko teknologiak eskaintzen duen propietate elektrikoez gain luzatzeko, konprimatzeko eta deformatzeko gaitasuna ere badute. Film meheetan oinarrituriko sentsore magnetiko flexibleen beste ezaugarri berezi batzuk arintasuna, muga termiko edo kimiko barietatea eta biobateragarritasuna dira.

Lehenengo pausu bezala film mehe kapa anitzaren egitura diseinatu genuen, ziena sentsore magnetikoaren elementu sentikorra den. GM efektu handia lortzeko aukeraturiko egitura $[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Cu}(500 \text{ nm})/[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Ti}(6 \text{ nm})$ izan da, fluxu magnetiko irekiarekin. GMI egiturak beirazko substratu zurrun batean eta "Cyclic Olefin Copolymer" (COC) substratu flexible batean jarri ziren "sputtering" prozesuaren bidez. Bitartean 250 Oe-ko eremu magnetiko konstante bat ezarri zitzaion egiturari bere alde laburrean zehar ondo definituriko zeharkako anisotropia indutzeko. Bi laginak alderatu ziren, beraien propietate magnetikoak eta GMI-a aztertuz. 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.

Lanaren bigarren fasean, bi elementu sentikorri, bata COC substratuaren erdian kokatua (lagin 2 deiturikoa) eta bestea izkina batean (lagin 4 deiturikoa), AC korrante bidezko "annealing" tratamendu bat egin zaie, GMI eta sentsibilitatea hobetzeko helburuarekin aplikazio sentsorialentzat. Zirkuitu elektroniko espezifiko bat diseinatu da korrante bidezko "annealing" tratamendua aurrera eramateko. Zirkuitua Kerr efektu bidezko magnetometroaren ondoan muntatu da laginen magnetizazio kurbak neurtzeko. 4 laginarentzat, zeinak tratamendu aurretik zeharkako anisotropia erakutsi zuen, Kerr efektu bidez lorturiko histeresi zikloek erakutsi dute 10 eta 50 mA arteko korranteak aplikatuz 5 minutuz, tratamenduak anisotropi eremua jaitsi dezakeela 4.6 Oe-tik 3.6 Oe-ra, sentsore flexiblearen sentsibilitatea handituz. Bestalde, lagin 2-aren kasuan, zeinak tratamendu aurretik luzeratako anisotropia erakutsi zuen, ez zen propietate magnetikoen aldaketarik ikusi, tratamendu ondoren (10-150 mA aplikatuz) hasierako histeresi ziklo bera erakutsiz.

Azkenik, bi lagin flexibleen GMI-a aztertu da "annealing" tratamenduaren aurretik eta ondoren. Korrante bidezko "annealing" tratamenduaren bidez 4 laginaren sentsibilitatea hobetu daitekeela aurkitu da, tentsioen lasaitzearen ondorioz. Sentsibilitatea 17 %/Oe (140 MHz-tan) izatetik 22 %/Oe (87 MHz-tan) izatera pasatu zen, zeinak GMI sentsore flexiblearen lan puntua hobetu zuen. Emaiza hauek disekaturiko "annealing" sistemaren erabilgarritasuna baieztatzen dute. Lagin 2-ri dagokionez, tratamendu ondoren bai GMI-a zein sentsibilitatea txikitu egiten direla ikusi da.

Abstract

Giant-magnetoimpedance (GMI) research is of great interest due to the potential technological and biomedical applications as small magnetic field sensors. GMI is a very promising effect for flexible electronics because it is characterized by very high sensitivity with respect to the applied magnetic field. Magnetically soft thin-films fabricated on flexible substrates offer the electric properties of conventional rigid silicon wafer based technology but with the ability to be stretched, compressed and deformed into arbitrary shapes. Other characteristic features of thin-film based flexible magnetic field sensors are light-weight, diverse temperature or chemical limitations and biocompatibility.

As the first step we designed the thin-film based multilayered structure for sensitive element of the magnetic field sensor. $[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Cu}(500 \text{ nm})/[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Ti}(6 \text{ nm})$ structures with open magnetic flux have been selected, in order to achieve high GMI effect. The GMI structures were deposited by sputtering onto rigid glass and onto flexible Cyclic Olefin Copolymer (COC) substrate. A constant magnetic field of 250 Oe was applied parallel to the film plane during deposition in order to induce a well defined uniaxial transverse magnetic anisotropy. Their magnetic properties and GMI were comparatively analysed. 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.

In the second phase of the work, two sensitive elements, one situated in the middle of the COC substrate (called as sample 2) and the other in a border (called as sample 4), have been submitted to AC current annealing treatment, in order to improve the GMI and sensitivity of the flexible samples for sensor applications. A specific electronic circuit has been designed to perform the AC current annealing. The circuit was built near the Kerr effect magnetometer so as to measure the magnetization curves of the samples. For the sensitive element deposited in a border of the COC substrate, which before the annealing treatment showed a transverse anisotropy, the hysteresis loops measured by Kerr effect showed that, applying current intensities of 10 to 50 mA during 5 min, the treatment can reduce the anisotropy field from 4.6 Oe to 3.6 Oe, increasing the sensitivity of the flexible sensor. On the other hand, no change of the magnetic properties was observed for the sensitive element situated in the middle of the COC substrate, which before the annealing treatment showed a longitudinal anisotropy, showing after the treatment (applying current intensities from 10 to 150 mA) the same hysteresis loop of the initial state.

Finally, the magnetoimpedance of the two flexible samples has been studied in the state before and after the current annealing. It was found that sensitivity of the sample situated in a border of the COC substrate can be improved through the AC current annealing treatment, due to the relaxation of the stresses. The field sensitivity increased from 17 %/Oe (at 140 MHz) to 22 %/Oe (at 87 MHz), which improved the operation point of the flexible GMI sensor. These results confirm the usefulness of the annealing system designed. With respect to the sample with no transversal anisotropy, situated in the middle of the COC substrate, it was observed that either the magnetoimpedance or the field sensitivity decreased after the annealing treatment.

Índice general

Agradecimientos	i
Resumen	ii
Laburpena	iii
Abstract	iv
Índice general	v
1 Introducción	1
1.1 Objetivos y estructura del trabajo.....	3
2 Fundamentos teóricos	4
2.1 Magnetoimpedancia gigante.....	4
2.1.1 Cuantificación de la GMI.....	5
2.2 Líneas de transmisión en circuitos de microondas.....	6
3 Técnicas experimentales	9
3.1 Preparación de películas delgadas multicapa.....	9
3.1.1 Técnica de Pulverización Catódica o Sputtering.....	9
3.2 Técnicas de caracterización magnética.....	11
3.3.1 Magnetómetro de muestra vibrante.....	11
3.3.2 Efecto magneto-óptico de Kerr.....	12
3.4 Medidas de GMI.....	13
4 Estudio del elemento sensitivo	16
4.1 Preparación de los elementos sensitivos de GMI.....	16
4.2 Caracterización de las muestras.....	18
4.4.1 Caracterización magnética.....	18
4.4.2 Caracterización de la respuesta de magnetoimpedancia.....	19
5 Tratamiento térmico del sensor flexible	21
5.1 Diseño del circuito electrónico.....	21
5.2 Resultados obtenidos.....	23
5.2.1 Influencia del tratamiento térmico sobre las propiedades magnéticas.....	23
5.2.2 Influencia del tratamiento térmico sobre la GMI.....	31
6 Conclusiones	38
Bibliografía	40
Anexos	42

Capítulo 1

Introducción

Los sensores magnéticos son utilizados en un amplísimo espectro de industrias de elevada tecnología como instrumentación, tecnología aeroespacial, armamento, navegación y medicina [1]. La tabla 1.1 muestra algunas características de los diferentes tipos de sensor magnético más comunes (datos adaptados de [1]). Como se puede observar, los sensores de magnetoimpedancia gigante (GMI) son los que ofrecen la mayor sensibilidad.

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 [2] puede verse una lista que recoge un centenar). Una de ellas, que además ha sido comercializada, consiste en un dispositivo que detecta su propia orientación (según el campo magnético de la tierra) y aceleración (utilizando un pequeño imán unido a un voladizo) en tres dimensiones espaciales [3,4]. Este sensor basado en la magnetoimpedancia gigante, denominado AMI601, ha sido integrado en varios modelos de teléfonos móviles comercializados por Vodafone.

El silicio, debido a que es un material semiconductor, es el material que más se usa en la industria electrónica y microelectrónica como material base para la creación de obleas o chips. Aun así, las obleas rígidas de silicio no resultan adecuadas para aplicaciones donde se requiere que el sensor magnético pueda adaptarse a superficies curvadas, flexibles y blandas. Por ello, en la actualidad, existe una demanda creciente en

el desarrollo de sensores magnéticos flexibles que eliminen los inconvenientes de los sensores rígidos convencionales [5].

Recientemente, los sensores GMI fabricados sobre sustratos flexibles han atraído un gran interés debido a las potenciales aplicaciones tecnológicas que ofrecen. La gran sensibilidad que presentan los sensores GMI hace que resulten muy atractivos en el área de la biomedicina, donde resulta cada vez más necesario la implementación de sensores magnéticos miniaturizados y flexibles. Una de las aplicaciones prácticas destacables en el campo de biosensores consiste en la detección de las variaciones de campo magnético debidas a la presencia de nanopartículas magnéticas, que a su vez pueden desempeñar el papel de marcadores biomoleculares, adhiriéndose únicamente a cierto tipo de células, por ejemplo, células cancerígenas. Esta línea de investigación se encuentra aún en fase inicial, pero ya se ha comenzado a trabajar sobre la idea [6,7].

Para lograr un sensor GMI flexible con buenas propiedades magnéticas y una buena respuesta de magnetoimpedancia, resulta de gran importancia la elección de los materiales y el diseño del elemento sensitivo. Aun así, para optimizar y lograr un mejor rendimiento del sensor, muchas veces es necesario realizar tratamientos térmicos, como el recocido, después haber realizado la fabricación de las muestras (en [1] aparecen diferentes técnicas de recocido que existen para mejorar la GMI).

El recocido convencional consiste en un proceso donde las muestras son simplemente calentadas, en un horno, durante un tiempo dado. Mediante el recocido (con temperaturas por debajo de la temperatura de cristalización) los átomos de la muestra empiezan a dispersarse más fácilmente, y manteniendo la muestra a una temperatura alta se llega a alcanzar el equilibrio, de forma que se logra relajar la muestra, eliminando gran parte de las imperfecciones estructurales y el estrés que se produce durante la preparación de las muestras. Asimismo, se puede lograr que el material sea magnéticamente más blando, pudiendo optimizar su respuesta de magnetoimpedancia [8].

Otro tipo de recocido que se está usando cada vez más, probablemente por su simplicidad, es el recocido por medio de la aplicación de corriente¹. Esta técnica permite que la muestra sea calentada directamente, mediante el efecto Joule, aplicando corriente a lo largo de la muestra durante un tiempo determinado. Por tanto, el recocido con corriente puede ayudar a relajar la muestra, mejorando las propiedades magnéticas blandas. Asimismo, esta técnica también resulta útil para inducir una anisotropía magnética, ya que la corriente que fluye a lo largo de la muestra genera un campo magnético [9,10].

¹ En inglés, *current annealing*.

1.1 Objetivos y estructura del trabajo

El objetivo general propuesto para este trabajo consiste en diseñar, fabricar y estudiar el comportamiento de un sensor GMI flexible. Otro de los objetivos planteados ha sido el diseño y puesta en marcha de un sistema de tratamiento térmico, basado en la aplicación de una corriente alterna, para mejorar las propiedades de los sensores GMI sobre sustratos 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.
- Fabricar muestras de los elementos sensitivos de GMI diseñados.
- Realizar medidas, analizar y posteriormente sacar conclusiones de los resultados obtenidos.
- Metodología de investigación.
- Preparación de un *abstract* para un 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 algunos conceptos teóricos cuya correcta comprensión es imprescindible para el presente trabajo.

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

Capítulo 4: se describen los aspectos más relevantes del elemento sensitivo GMI, comparando el comportamiento, tanto magnético como de magnetoimpedancia, de las muestras depositadas sobre sustratos rígidos y flexibles.

Capítulo 5: se describe el circuito electrónico especialmente diseñado para el tratamiento térmico de los sensores GMI flexibles, discutiendo los resultados obtenidos.

Capítulo 6: se presentan las principales conclusiones del trabajo.

^{*} Se ha escrito un *abstract* que ha sido presentado en la segunda Conferencia Internacional de "Recent Trends in Nanomagnetism, Spintronics and their Applications" (visible en el Anexo). Además, ha sido enviado y está en revisión para que se publique en la revista "Journal of Nanoscience and Nanotechnology".

Capítulo 2

Fundamentos teóricos

El objetivo de este capítulo es introducir algunos conceptos teóricos que han sido importantes para el desarrollo del presente trabajo.

2.1 Magnetoimpedancia gigante

La magnetoimpedancia gigante (GMI) consiste en la gran variación de la impedancia ($Z = R + i\omega L$) 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. 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.

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{\pi\sigma f\mu}} \quad (2.1)$$

En consecuencia, de acuerdo a la expresión (2.1), valores altos de conductividad y permeabilidad conducen a una reducción de la *profundidad de penetración*, es decir, habrá menor penetración, por lo que la corriente se concentra en la superficie de la muestra. 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^2 mayor que en ausencia de campo externo. El máximo de la impedancia se obtiene cuando la permeabilidad transversal es máxima.

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 2.1a). Por el contrario, si su anisotropía es longitudinal su curva presenta un único pico en $H=0$ (figura 2.1b). En general, las muestras con anisotropía transversal alcanzan valores de magnetoimpedancia y sensibilidad más altos que en el caso longitudinal [11].

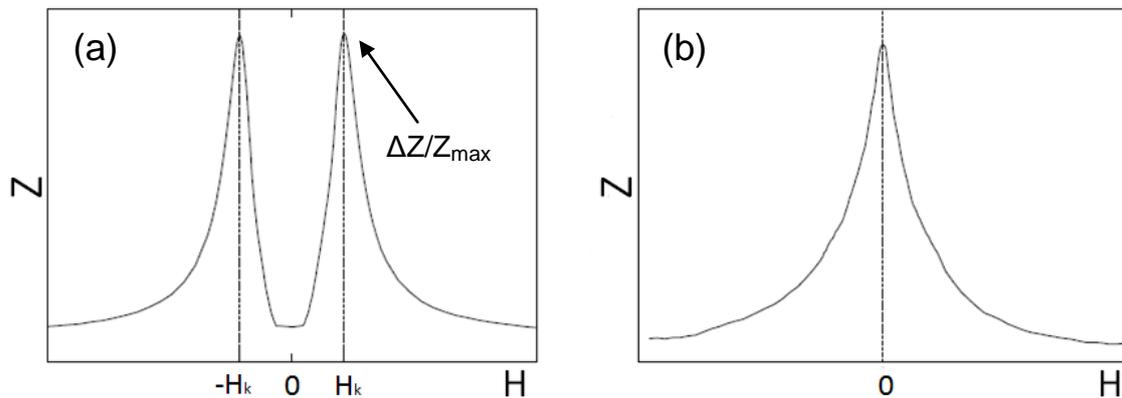


Figura 2.1: Curvas típicas de impedancia frente al campo magnético aplicado, según la anisotropía de la muestra. (a) Anisotropía transversal y (b) anisotropía longitudinal.

2.1.1 Cuantificación de la GMI

En este trabajo, cuantificare la razón del cambio de la magnetoimpedancia gigante comparándola con la impedancia a campo máximo aplicado en la medida³:

$$GMI(\%) = \frac{Z - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \times 100 \quad (2.2)$$

donde Z puede ser la parte real, imaginaria o el valor absoluto de la impedancia y H_{max} es el campo máximo aplicado.

² La permeabilidad transversal μ_T se define como la relación entre M y H_{ac} . En el contexto de la GMI, la permeabilidad se refiere siempre a μ_T .

³ 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.

Otra figura de merito que hay que tener en cuenta para poder dar una idea de las prestaciones de un hipotético sensor es la sensibilidad relativa. Ésta se define como la variación relativa de impedancia por unidad de campo:

$$sens(\%/[H]) = \frac{\Delta Z/Z(\%)}{\Delta H} \quad (2.3)$$

2.2 Líneas de transmisión en circuitos 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.

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 [12,13].

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 (figura 2.2): 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.

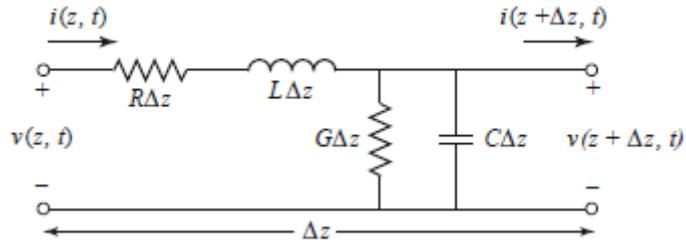


Figura 2.2: Modelo circuital de la línea de transmisión con pérdidas.

Aplicando las leyes de Kirchhoff al circuito de la figura 2.2 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 .

$$V(z) = V_0^+ e^{-\gamma z} + V_0^- e^{\gamma z} \quad (2.4)$$

$$I(z) = I_0^+ e^{-\gamma z} + I_0^- e^{\gamma z} \quad (2.5)$$

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:

$$\gamma = \sqrt{(R + j\omega L) \cdot (G + j\omega C)} = \alpha + j\beta \quad (2.6)$$

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 Z_C . La impedancia característica es la impedancia que representaría la línea si su longitud fuese infinita, es decir, si no existe la onda regresiva.

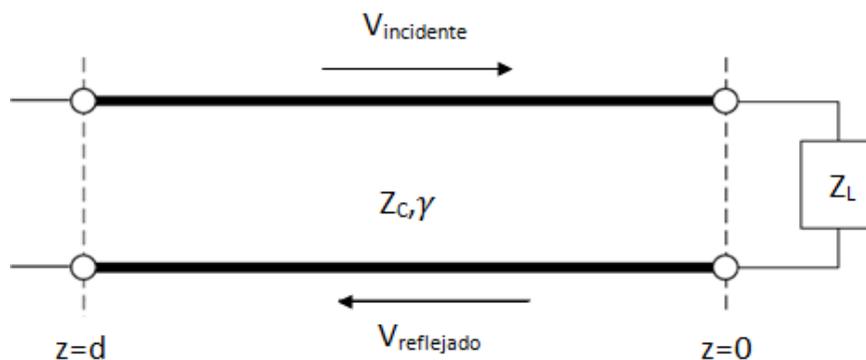


Figura 2.3: Esquema de una línea de transmisión cargada con una carga Z .

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 2.3).

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:

$$\Gamma(z) = \frac{V_{reflejado}}{V_{incidente}} = \frac{V_{reflejado}(z=0)e^{-\gamma z}}{V_{incidente}(z=0)e^{\gamma z}} = \Gamma_L e^{-2\gamma z} \quad (2.7)$$

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:

$$Z(z) = Z_C \frac{1 + \Gamma(z)}{1 - \Gamma(z)} \quad (2.8)$$

Combinando las ecuaciones (2.7) y (2.8), y aplicando relaciones de trigonometría hiperbólica, se obtiene la siguiente expresión para la impedancia de la línea:

$$Z(z) = Z_C \frac{Z_L + Z_C \tanh(\gamma z)}{Z_C + Z_L \tanh(\gamma z)} \quad (2.9)$$

Existe una herramienta gráfica que permite interpretar la expresión (2.9) denominada carta de Smith, siendo la representación básica utilizada en los equipos de medida en altas frecuencias. En esencia, la carta de Smith es una representación en coordenadas polares del coeficiente de reflexión en tensión que permite obtener la impedancia correspondiente.

Capítulo 3

Técnicas experimentales

En este capítulo se presentan las diferentes técnicas experimentales utilizadas para la realización del Trabajo Fin de Grado. No se pretende dar una explicación detallada de las mismas, sino describir de manera sencilla cada técnica, dando una visión global de su funcionamiento.

3.1 Preparación de películas delgadas multicapa

Existen numerosos métodos de producción de materiales de forma de película delgada [14]. En este trabajo se ha optado por la técnica de pulverización catódica, también conocida como *sputtering*, debido a las excelentes propiedades de adherencia y densidad que poseen las capas depositadas mediante esta técnica. Además, permite controlar la velocidad de crecimiento, así como la energía con la que llegan los átomos pulverizados a la superficie del sustrato, facilitando el control de la morfología de las capas depositadas.

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 [15]. 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.

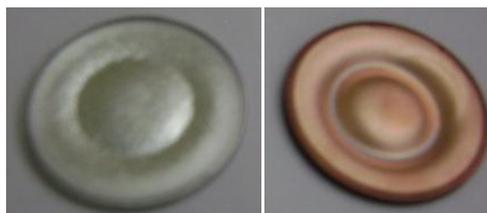


Figura 3.1: Fotografías de los blancos de titanio (izquierda) y cobre (derecha).

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 blanco 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.

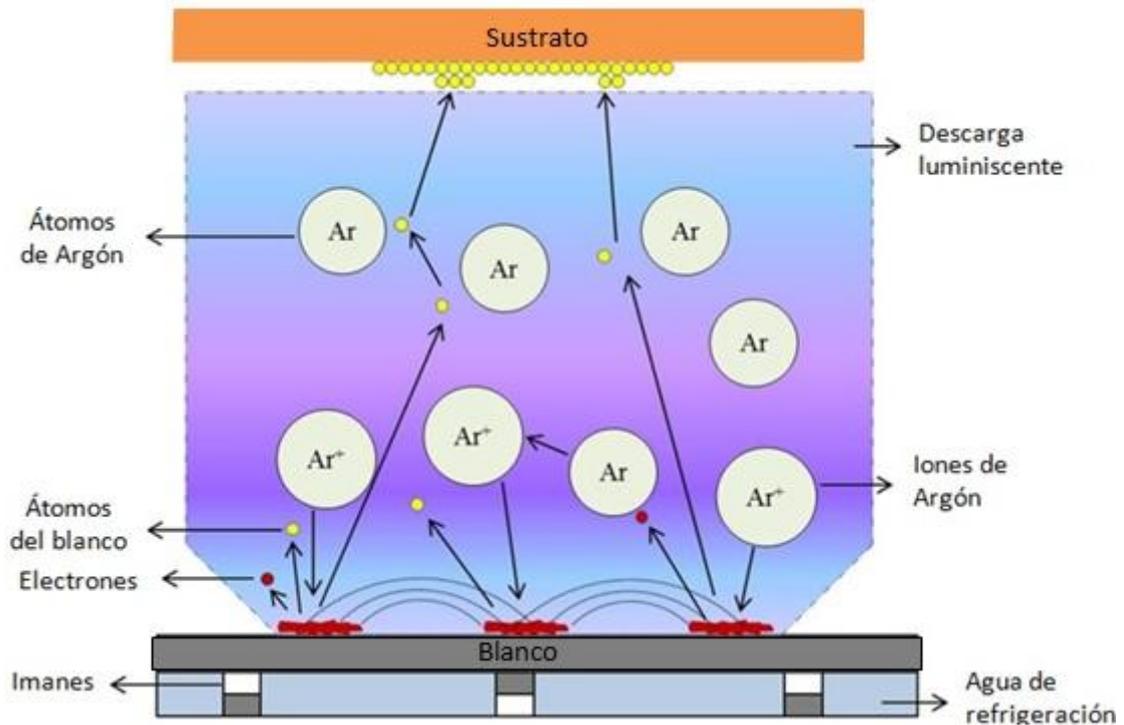


Figura 3.2: Proceso de Pulverización Catódica.

En las proximidades de la superficie del blanco, se superpone al 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.

El proceso de crecimiento mediante la técnica de *sputtering* está condicionado por diferentes parámetros que afectan al ritmo de crecimiento y ,por tanto, a las propiedades estructurales del material depositado. Estos factores son: tipo de material de blanco, la presión del gas que se utiliza, la distancia entre el sustrato y el blanco, la temperatura del sustrato, el ángulo de incidencia entre el sustrato y el blanco y la potencia del arco de voltaje [16].

3.2 Técnicas de 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. Esta técnica experimental, válida para muestras de pequeño tamaño, fue desarrollada por Simón Foner [17] y está basada en la ley de inducción de Faraday. La figura 3.3 muestra una fotografía del magnetómetro VSM utilizado para las medidas.



Figura 3.3: Vista general del VSM de UPV-EHU.

El funcionamiento del VSM se basa en la medida del voltaje inducido en unos bobinados secundarios. La muestra imanada por efecto de un campo magnético aplicado mediante un electroimán, induce un voltaje en el sistema de bobinados secundarios situados a ambos lados de la muestra (figura 3.4). La 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.

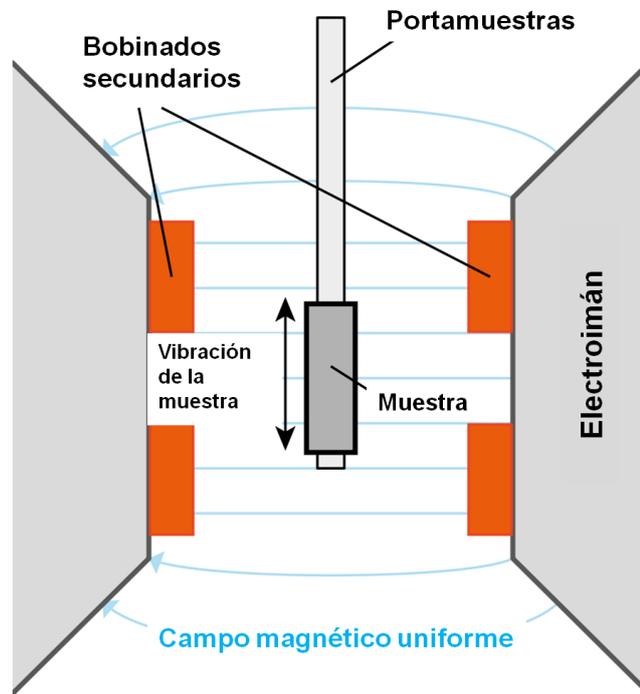


Figura 3.4: Representación esquemática del funcionamiento del VSM.

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 [18]. 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.

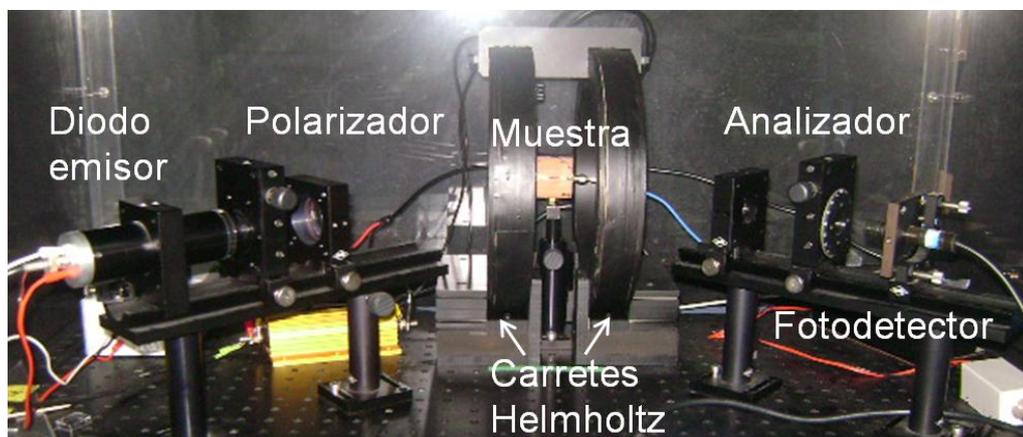


Figura 3.5: Montaje experimental del trazador de ciclos de histéresis por efecto Kerr.

El montaje experimental utilizado para las medidas se muestra en la figura 3.5. Un diodo laser emite un haz de 670 nm de longitud de onda (color rojo) que a su vez se hace pasar por un polarizador, que trasmite 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 carreteras 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.

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. Las líneas “microstrip” 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 3.6).

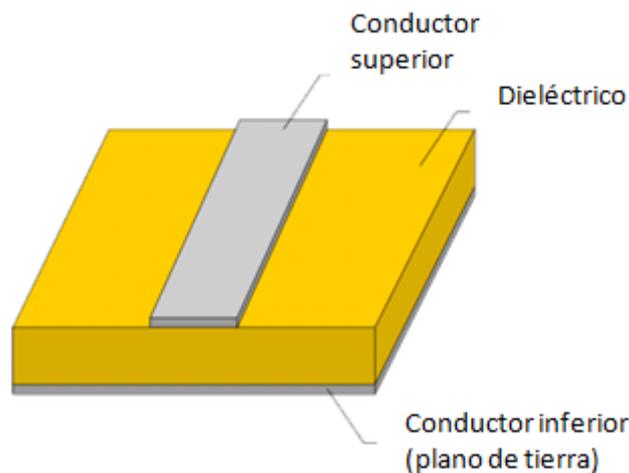


Figura 3.6: Esquema de un tramo de línea de *microstrip*.

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 3.7). La muestra se pega a las líneas “microstrip” con tintura conductora de plata, lo cual proporciona un buen contacto eléctrico libre de propagaciones internas.

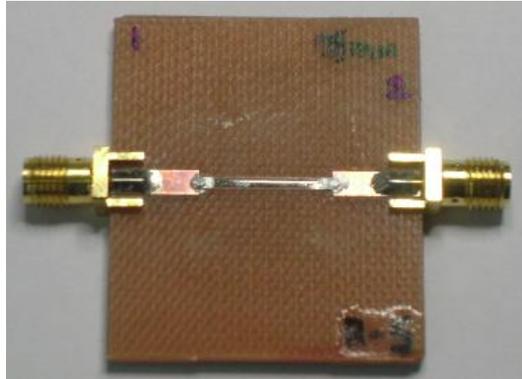


Figura 3.7: Fotografía de un portamuestras, con conectores SMA a ambos extremos de las líneas *microstrip* y una película de 10x0.5 (mm) pegada entre ellas.

Para poder medir la GMI se debe 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 3.8). El portamuestras se sitúa en el medio de los carretes, y se alinea el eje largo de la muestra con el eje de los carretes, de tal manera que el campo magnético aplicado magnetiza la muestra longitudinalmente.



Figura 3.8: Carretes Helmholtz para medidas de GMI.

En la medida intervienen tres aparatos: una fuente de alimentación, un amperímetro y un analizador de redes Agilent E5071C (figura 3.9). La fuente de alimentación genera la corriente continua necesaria para alimentar los carretes Helmholtz, y con el amperímetro conectado en serie se mide dicha corriente. En cuanto al analizador de redes, proporciona los valores de impedancia que se obtienen a partir de la medida de los parámetros de dispersión.

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.

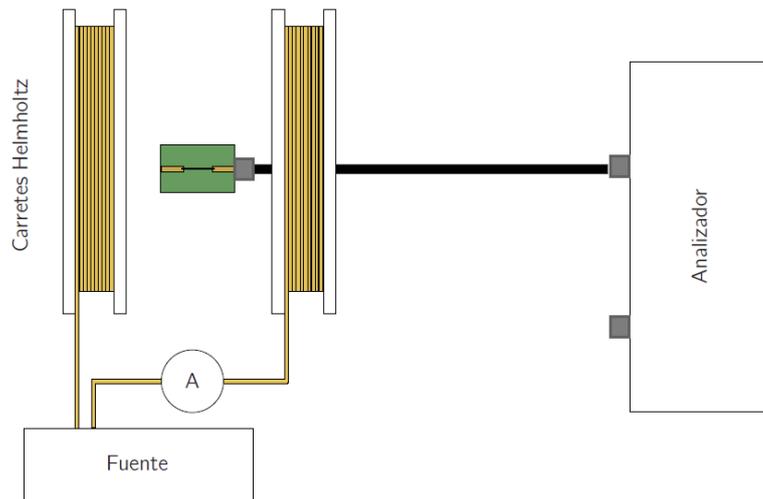


Figura 3.9: Representación esquemática del sistema de medida de magnetoimpedancia.

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

Estudio del elemento sensitivo

En este capítulo se presentan los aspectos más relevantes de la preparación y caracterización, tanto magnética como de magnetoimpedancia, de los elementos sensitivos diseñados, comparando el comportamiento de la muestra depositada sobre sustrato flexible con una muestra depositada sobre sustrato rígido de vidrio.

4.1 Preparación de los elementos sensitivos de GMI

El tipo de geometría elegido para el elemento sensitivo ha sido la de película delgada multicapa, puesto que es la geometría que resulta más prometedora para la aplicación de sensores magnéticos debido a que la preparación de películas delgadas multicapa es integrable en un proceso de fabricación de circuitos electrónicos.

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 $1\ \mu\text{m}$, para poder beneficiarse del efecto pelicular en frecuencias no muy altas. Además, resulta necesario utilizar materiales magnéticamente blandos con anisotropía bien definida para lograr valores de sensibilidad altos en campos magnéticos pequeños. Por ello, como material base del sensor GMI hemos seleccionado aleaciones de Ni-Fe (Permalloy, Py) porque es un material magnéticamente blando, con alta permeabilidad, un bajo campo coercitivo y además su coste es bastante bajo.

Para mejorar la respuesta de magnetoimpedancia se ha elegido una estructura tipo “sándwich” abierta, donde un material conductor no ferromagnético es rodeado por películas magnéticas de alta permeabilidad [19]. Para la capa interna resulta necesario usar un buen conductor ya que una alta relación entre las conductividades de ambos tipos de capas contribuye a aumentar la magnetoimpedancia, por ello el material seleccionado ha sido el cobre.

Cuando se sobrepasa un espesor crítico las películas delgadas de permalloy 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 [20]. Por ello, para frenar la aparición de dicho estado y conseguir espesores más elevados de película magnética se ha

procedido a insertar entre sucesivas capas de Py (con un grosor por debajo del crítico) una fina capa de titanio, de unos pocos nanómetros de espesor.

La figura 4.1a muestra una representación esquemática de la estructura final seleccionada $([\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Cu}(500 \text{ nm})/[\text{Ti}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(170 \text{ nm})]_3/\text{Ti}(6 \text{ nm}))$, elegida de este modo para maximizar la respuesta GMI, de acuerdo a estudios anteriores realizados [21]. Se añadió una capa extra de titanio en la parte superior del elemento sensitivo con el objetivo de proteger la capa de permalloy situada en la parte más alta de la tricapa.

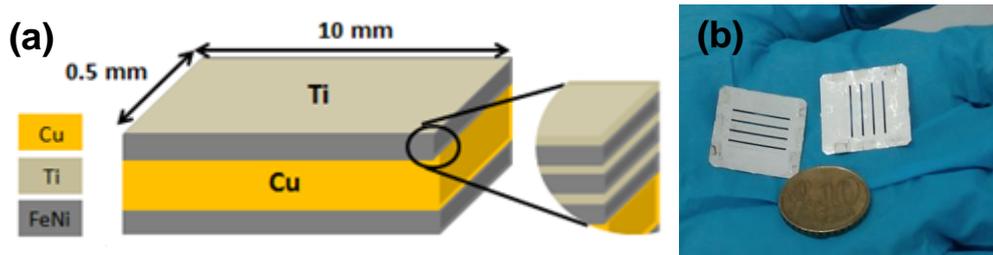


Figura 4.1: (a) Representación esquemática del elemento sensitivo GMI. (b) Fotografía de las mascararas metálicas.

Para realizar el estudio del elemento sensitivo GMI, los materiales que componen el elemento sensitivo seleccionado fueron depositados en vidrio y en copolimero de olefina cíclica (COC), con el fin de comparar el comportamiento de un sensor GMI flexible con un sensor rígido. El sustrato seleccionado para el sensor flexible ha sido 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 [22]). 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.

La deposición de los dos tipos de muestras se realizo en el mismo proceso de *sputtering*, utilizando mascararas metálicas (figura 4.1b). La presión de fondo fue de 3×10^{-7} mbar y la presión de argon fue mantenido constante durante la deposición en un valor de 3.8×10^{-3} mbar. Asimismo, durante el proceso de deposición se aplicó un campo de 250 Oe a lo largo del lado corto del elemento rectangular para inducir a las muestras una anisotropía uniaxial transversal bien definida.

En cuanto a las velocidades de deposición, las películas de FeNi se depositaron a un ritmo de 18 nm/min, mientras que las velocidades utilizadas para las películas de titanio y cobre fueron 4 y 25 nm/min respectivamente. A fin de determinar las velocidades de deposición de cada material se evaluó el espesor obtenido en un depósito de calibración. El espesor ha sido determinado empleando un perfilómetro con una resolución vertical de 20 nm. Para realizar el escalón, previamente al depósito se pinto en la parte central del sustrato una raya con tinte que asegura una muy baja adherencia del material a depositar en el sustrato.

4.2 Caracterización de las muestras

En este apartado presentare las medidas realizadas para caracterizar los dos tipos de muestras estudiadas, es decir, las películas delgadas depositadas sobre vidrio y las depositadas sobre COC. Todas las medidas fueron realizadas a temperatura ambiente.

4.4.1 Caracterización magnética

Para estudiar las propiedades magnéticas de las muestras, se llevo a cabo una caracterización magnética de cada una de ellas mediante la magnetometría de muestra vibrante (VSM). Las medidas de VSM se han realizado en configuración longitudinal, es decir, aplicando el campo magnético a lo largo de la dirección difícil de imanación de la muestra (en la dirección transversal respecto al eje donde se ha inducido la anisotropía en el *sputtering*).

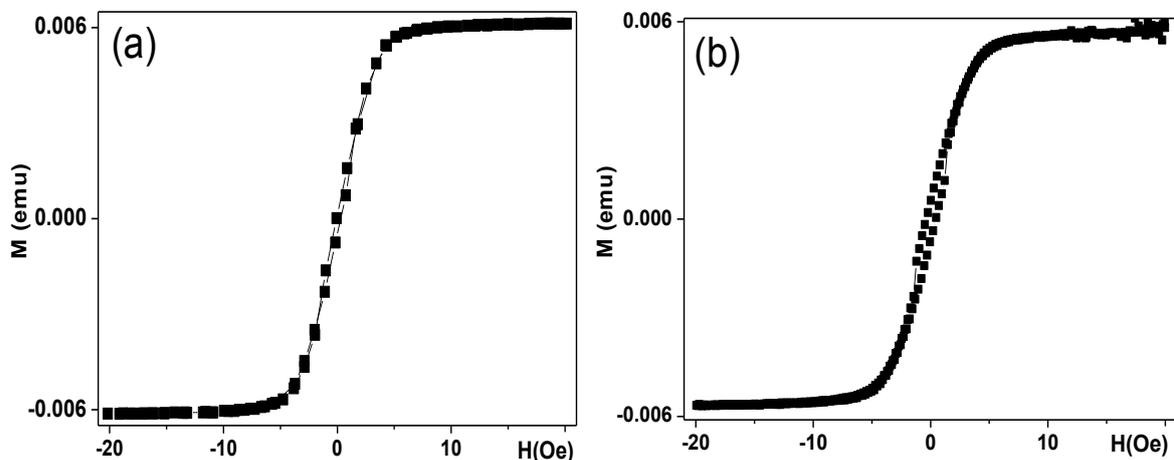


Figura 4.2: Curvas de histéresis longitudinales obtenidas por el método de VSM del elemento GMI depositado sobre vidrio (a) y sobre COC (b).

Como se puede observar en la figura 4.2a, 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 lo que respecta a la muestra depositada sobre COC (figura 4.2b), 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*, consecuencia de los esfuerzos que se generan conforme el sustrato flexible se enfría hasta llegar a temperatura ambiente. Otra causa posible puede ser la rugosidad superficial del plástico, que puede haber cambiado al calentarse.

4.4.2 Caracterización de la respuesta de magnetoimpedancia

En este apartado presentare los resultados concernientes a las medidas de magnetoimpedancia gigante. La GMI ha sido medida en configuración longitudinal (figura 4.3) con una corriente alterna fluyendo paralelo al campo magnético creado por un par de carretas Helmholtz, como se vio en el apartado 3.4.

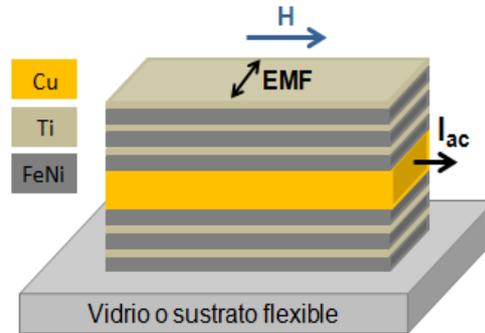


Figura 4.3: Representación esquemática del elemento sensible GMI. I_{ac} —dirección de la corriente que fluye en las medidas de GMI. EMF—eje de magnetización fácil.

La figura 4.4 muestra el comportamiento de la GMI y la sensibilidad, para las películas depositadas sobre los dos tipos de sustratos, en todo el rango de frecuencias. El ratio de GMI se definió respecto el valor máximo del campo aplicado $H_{max}=150$ Oe. La GMI se midió aplicando un campo magnético decreciente y creciente, como se explico en el apartado 3.4. Por simplicidad, en adelante denominare a la rama del campo decreciente “down” y a la del campo creciente “up”.

Se observa que la película depositada sobre sustrato rígido alcanza valores de GMI y sensibilidad más altos que la depositada sobre sustrato rígido, debido probablemente al estrés generado durante el proceso de deposición que se convierte más importante en el caso de sustratos flexibles.

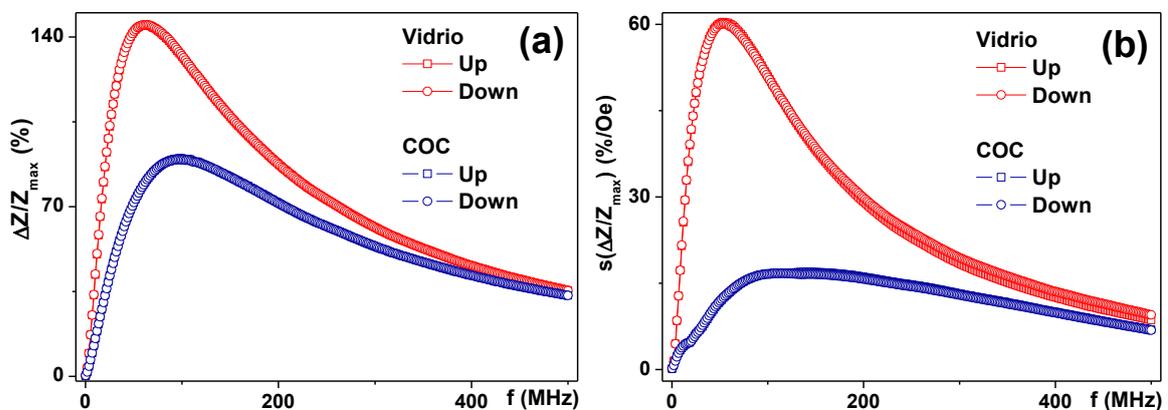


Figura 4.4: Valor máximo del ratio de GMI (a) y sensibilidad (b) de los elementos sensitivos depositados sobre vidrio y COC en función de la frecuencia.

En lo que respecta a la GMI (figura 4.4a), la película depositada sobre sustrato rígido alcanza un valor máximo de GMI de 145 %, mientras que la muestra depositada sobre COC alcanza un valor máximo de 89%. Además, comparando las dos curvas que se muestran en la figura 4.4a, se observa que para la película depositada sobre vidrio el valor máximo de GMI se da a una frecuencia menor que para la depositada sobre COC: 64 MHz para la película crecida sobre vidrio y 97 MHz para la película crecida sobre COC.

En cuanto a la sensibilidad máxima (figura 4.4b), el valor que se logra para en sustrato flexible es de 60 %/Oe, mientras que para el sustrato de COC se logra una sensibilidad máxima de 20 %/Oe. Aun así, la sensibilidad que se logra para el sustrato flexible sigue siendo válida para aplicaciones.

Capítulo 5

Tratamiento térmico del sensor flexible

Como se ha podido ver en el capítulo anterior, la muestra depositada sobre sustrato flexible presenta valores de sensibilidad y de magnetoimpedancia bastante más bajos en comparación con la muestra depositada sobre sustrato de vidrio.

Con la intención de optimizar las propiedades tanto magnéticas como de GMI de las muestras crecidas sobre sustrato flexible, en este capítulo se presenta una propuesta de circuito electrónico para realizar un tratamiento térmico basado en la aplicación de una corriente alterna de recocido. Para ello, en primer lugar se describe el circuito electrónico diseñado, y a continuación se pasa a comprobar la valía del sistema presentando los resultados obtenidos.

5.1 Diseño del circuito electrónico

Para realizar el recocido, es imprescindible que el circuito electrónico diseñado sea capaz de generar una corriente alterna que atraviese la película delgada. Como en el laboratorio no disponíamos de ningún generador de funciones AC, utilizamos una fuente de alimentación bipolar. Por lo general, la fuente de alimentación bipolar es una fuente DC, pero la fuente que utilizamos, la fuente de alimentación PBZ40-10, también da la opción de aplicar corrientes AC de hasta 100 kHz. En nuestro caso, se optó por una señal sinusoidal alterna de 10 kHz. En la figura 5.1 se muestra el esquema general del circuito electrónico para la realización del recocido con corriente alterna.

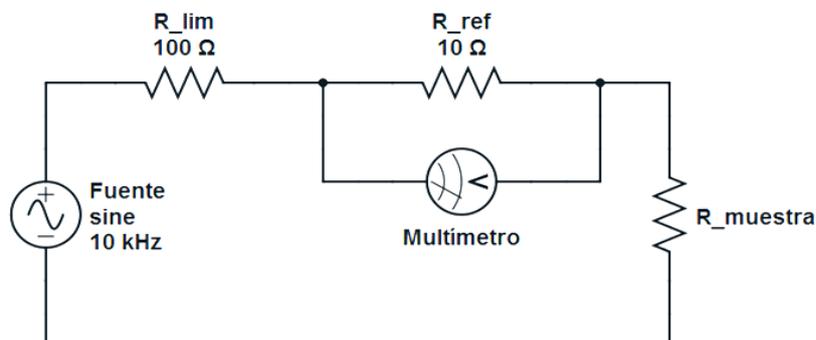


Figura 5.1: Esquema general del circuito diseñado para el recocido.

La corriente que se aplica a la muestra se mide a partir de la diferencia de tensión entre los extremos de una resistencia no inductiva, definida como R_{ref} en la figura 5.1. El valor de esta diferencia de tensión se mide con un multímetro digital de laboratorio.

Antes de transmitir la corriente alterna a la muestra es importante reducir la magnitud de la misma, para así no estropear las propiedades de la película delgada multicapa de permalloy. Por ello, para limitar la corriente que atraviesa la muestra, se ha colocado una resistencia de $100\ \Omega$ en serie con la fuente de alimentación bipolar.

Para poder ver las variaciones que se dan en las curvas de histéresis de las muestras por el efecto del recocido, se ha elegido montar el circuito electrónico cerca del trazador de ciclos de efecto Kerr magneto-óptico. De esta forma, ha sido posible ir viendo el cambio que se daba en las curvas de histéresis a la vez que se iban aplicando diferentes intensidades de la corriente de recocido a lo largo de la muestras. Además, se añadió al circuito un osciloscopio para poder ver en todo momento la señal alterna que se genera mediante la fuente de alimentación bipolar.

En la figura 5.2 puede verse el montaje experimental definitivo que se utilizó para realizar el tratamiento térmico, por medio del recocido con corriente alterna, a las películas delgadas multicapa depositadas sobre el sustrato flexible de COC.

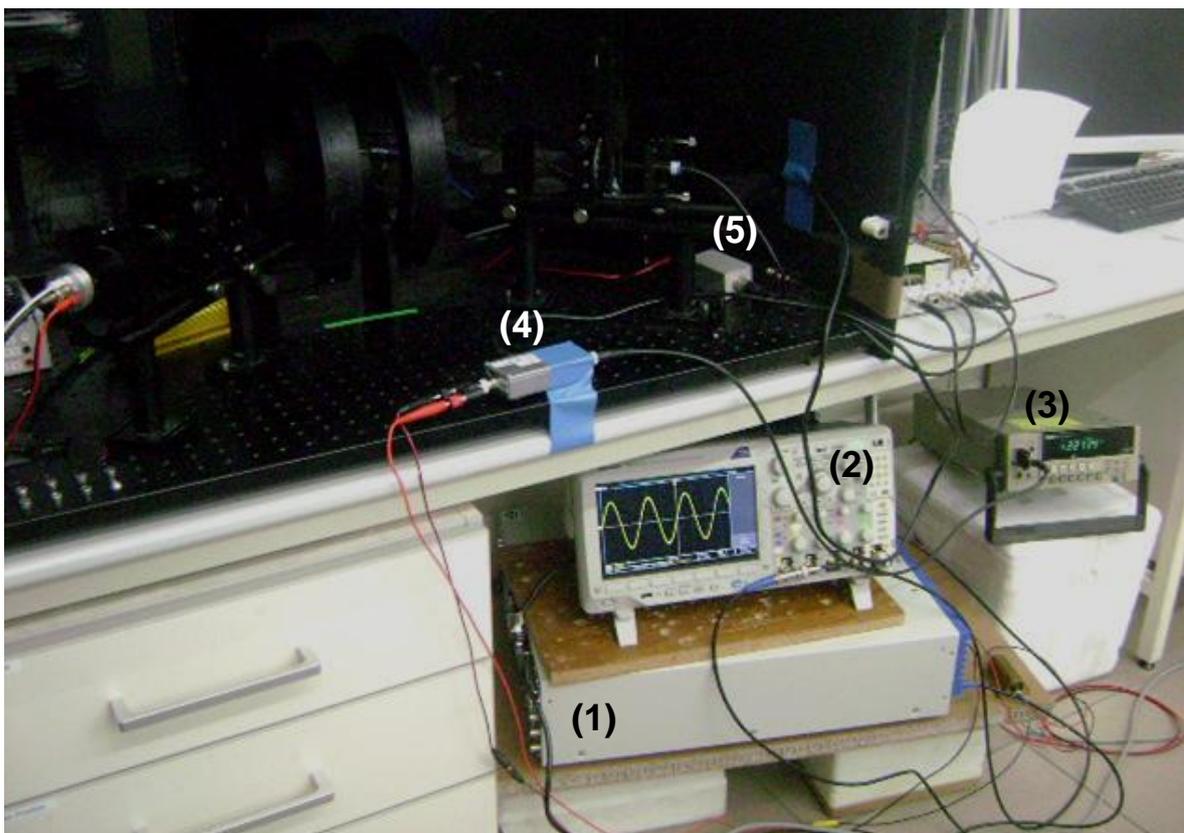


Figura 5.2: Fotografía del sistema de tratamiento térmico diseñado. 1-Fuente de alimentación bipolar. 2-Osciloscopio. 3-Multímetro. 4- R_{ref} . 5- R_{lim} .

5.2 Resultados obtenidos

En este apartado presentare los resultados obtenidos mediante el circuito diseñado para el recocido de las muestras crecidas sobre sustrato flexible. Con el fin de realizar un estudio más amplio, se analizaron dos muestras depositadas sobre el mismo sustrato de COC, las cuales estaban situadas una en un borde del sustrato y la otra en el centro. En la figura 5.3 se muestra la localización que tenían estas dos muestras crecidas sobre sustrato flexible antes de cortarlas. Se enumeraron las muestras para poder saber la localización que tuvo cada una de ellas durante el proceso de *sputtering*.

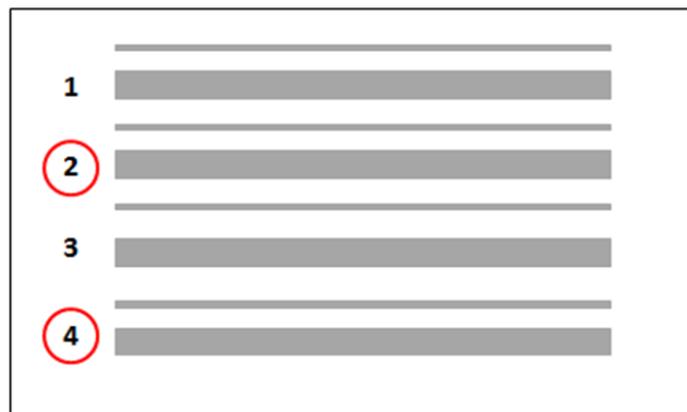


Figura 5.3: Representación esquemática de la posición de las muestras sobre el sustrato de COC. Las muestras estudiadas son la muestra 2 y la muestra 4.

De aquí en adelante, me referiré a las muestras estudiadas utilizando la denominación muestra 2 y muestra 4, por simplicidad y para poder diferenciar cada una de ellas. La muestra 4 es la que se ha analizado en el capítulo 4.

5.2.1 Influencia del tratamiento térmico sobre las propiedades magnéticas

En este apartado presentare las curvas de histéresis que se han obtenido, sometiendo las muestras a un tratamiento térmico por medio del sistema diseñado.

- **Muestra 4**

El procedimiento llevado a cabo para realizar el recocido de la muestra 4 fue el siguiente: se fue variando la intensidad la corriente de recocido, desde 10 mA hasta 50 mA en incrementos de 10 mA. Para cada intensidad de corriente, se hizo pasar la corriente a lo largo de la muestra durante 5 minutos. Al llegar a los 5 minutos, se detuvo el paso de corriente, apagando la fuente de alimentación bipolar, y se obtuvo la curva de histéresis longitudinal (dirección difícil, perpendicular a la anisotropía inducida), tomados por efecto Kerr.

La figura 5.4 muestra las curvas de histéresis tomadas para cada intensidad, comparando cada una de ellas con la curva que presentaba la muestra 4 antes del tratamiento térmico.

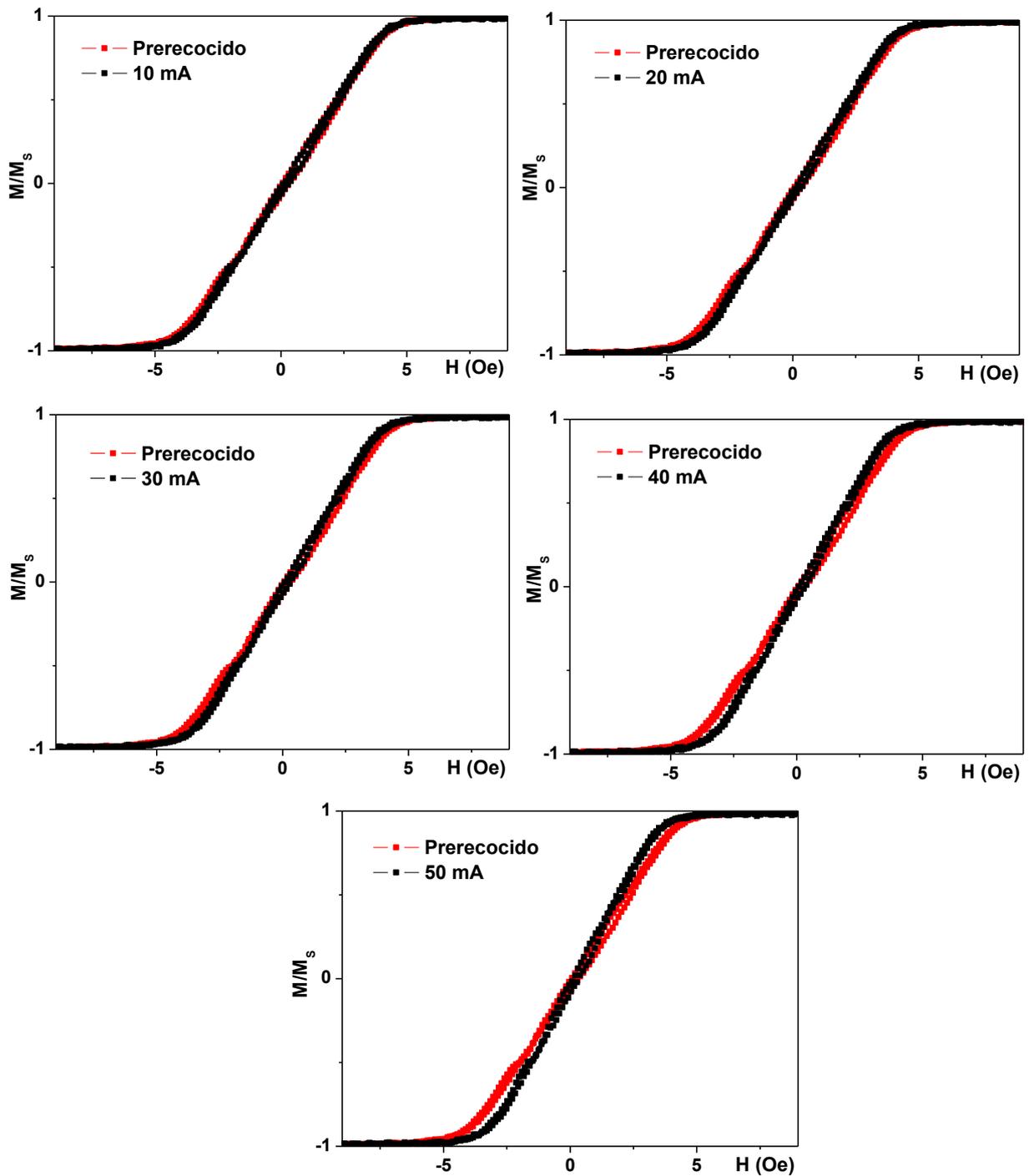


Figura 5.4: Ciclos de histéresis longitudinales de la muestra 4 con diferentes intensidades de la corriente de recocido. Se compara cada curva de la etapa de recocido con la curva que mostro la muestra antes del tratamiento térmico.

En la figura 5.5 se muestra la evolución del campo de anisotropía con la corriente aplicada. Se observa que el valor del campo de anisotropía disminuye al aumentar la corriente aplicada, mostrando un comportamiento que se ajusta bastante a una curva lineal.

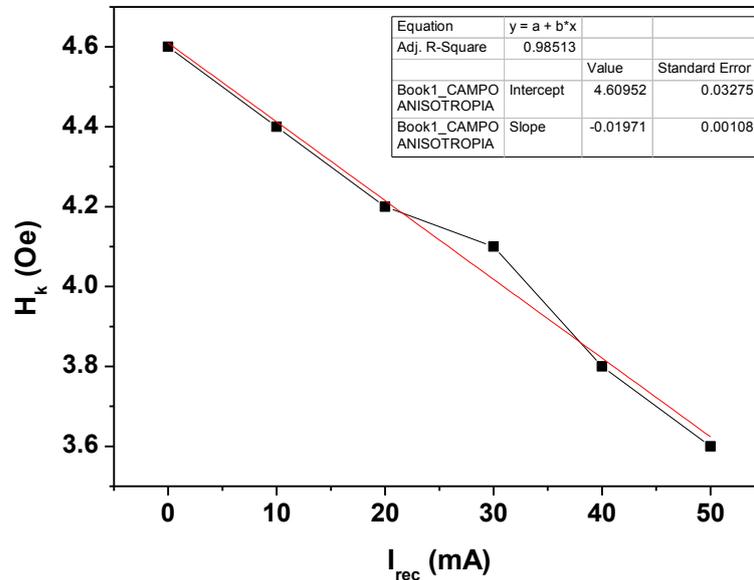


Figura 5.5: Variación del campo de anisotropía en función de la corriente de recocido (I_{rec}) para la muestra 4.

Como ya se ha mencionado anteriormente, para sensores magnéticos basados en el fenómeno de magnetoimpedancia se busca lograr valores altos de permeabilidad, con el fin de lograr valores altos de GMI y de sensibilidad. Para una muestra con anisotropía transversal bien definida el valor de la permeabilidad y del campo de anisotropía vienen dadas por las siguientes expresiones:

$$\mu = \mu_0 \frac{M_s^2}{2K} \quad (5.1)$$

$$H_k = \frac{2K}{\mu_0 M_s} \quad (5.2)$$

donde M_s es la imanación de saturación, μ_0 la permeabilidad en el vacío y K la constante de anisotropía.

Teniendo en cuenta las expresiones (5.1) y (5.2), cuanto más pequeño sea el valor del campo de anisotropía, mayor es la permeabilidad de la muestra. Es decir, para aplicaciones, lo más conveniente es tener una muestra con un campo de anisotropía bajo. Entonces, se puede decir que mediante el tratamiento térmico, realizado con el circuito diseñado, se logra mejorar las prestaciones del sensor GMI flexible, logrando disminuir el valor del campo de anisotropía de 4.6 Oe a 3.6 Oe.

- **Muestra 2**

Antes de empezar con el tratamiento térmico de la muestra 2, se llevo a cabo una caracterización magnética de dicha muestra por efecto Kerr (figura 5.6).

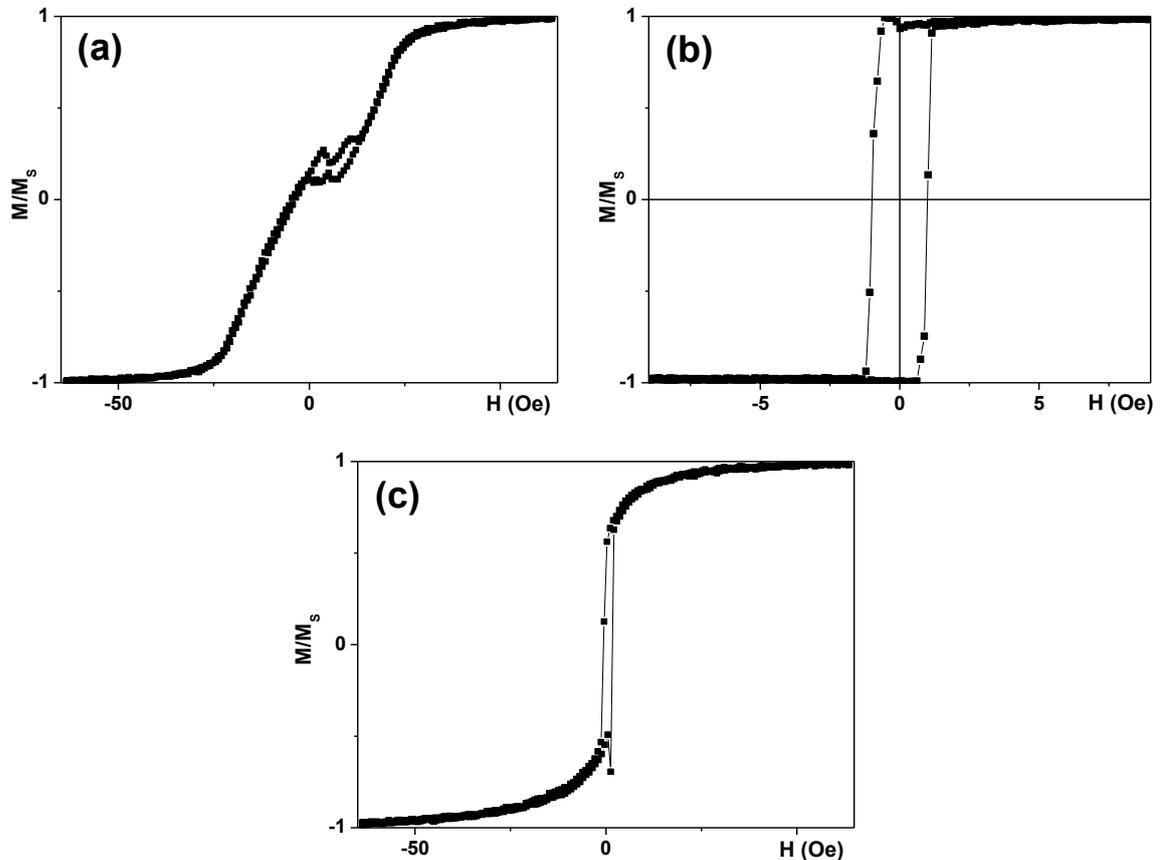


Figura 5.6: Ciclos de histéresis de la muestra 2 obtenidas por efecto Kerr, medidas (a) en la dirección donde se aplico el campo en la deposición de *sputtering*, (b) en la dirección perpendicular y (c) en la dirección intermedia (45 deg).

Como se puede ver en la figura 5.6, en el caso de la muestra 2 no se logro inducir una anisotropía transversal durante el proceso de *sputtering*. Como la anisotropía transversal no ha sido bien inducida, la anisotropía longitudinal de forma adquiere más fuerza, al ser esta disposición más favorable energéticamente. Por ello, muestra un ciclo cuadrado en la dirección longitudinal, es decir, al aplicar el campo a lo largo del lado largo de la muestra (figura 5.6b).

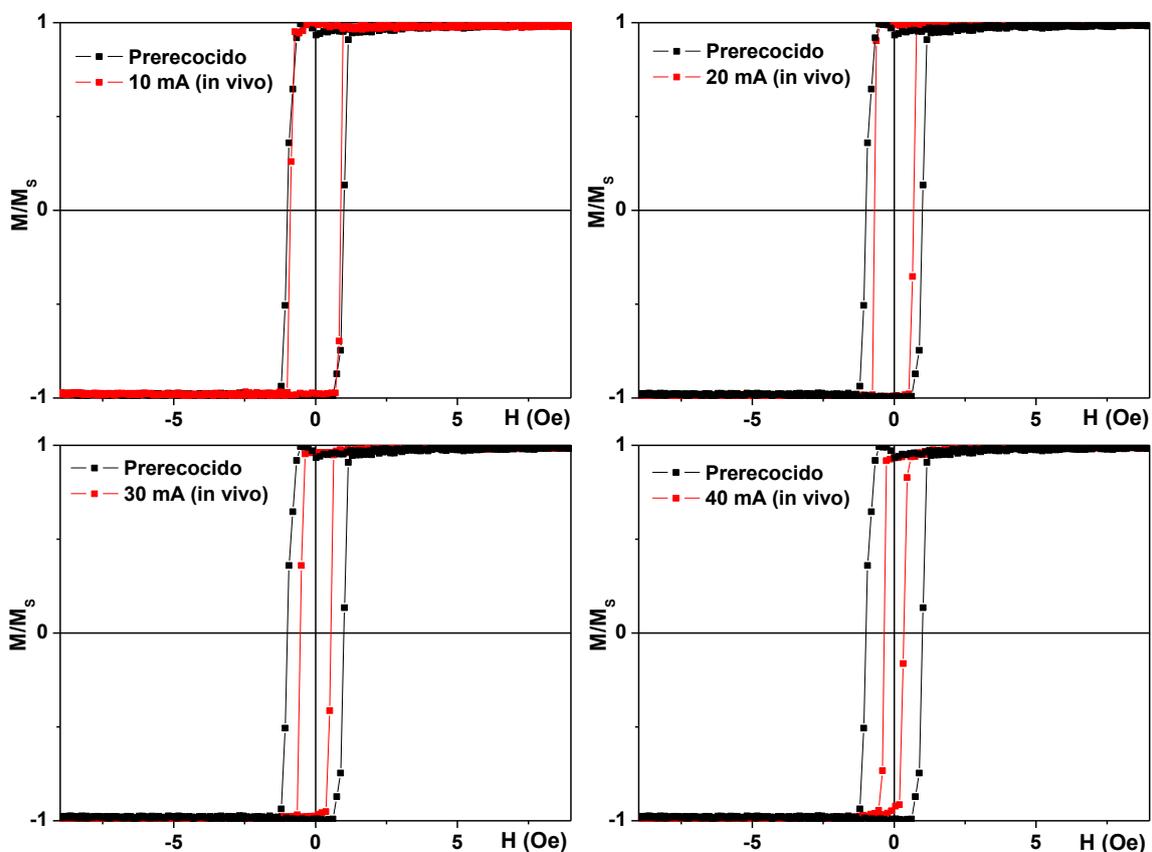
Es difícil precisar las razones por las cuales la muestra 2 no ha resultado tener una anisotropía transversal. Teniendo en cuenta que la muestra 2 se encontraba localizada en el centro del sustrato de COC y la muestra 4 en el borde del sustrato (ver figura 5.3), la diferencia de condiciones térmicas puede haber sido un factor importante. En el borde del sustrato se da una mayor disipación de energía, de forma que la muestra 4 puede haberse calentado menos que la muestra 2 durante el proceso de *sputtering*. Por ello, el hecho de que no se haya logrado inducir una anisotropía transversal en la muestra 2 puede ser

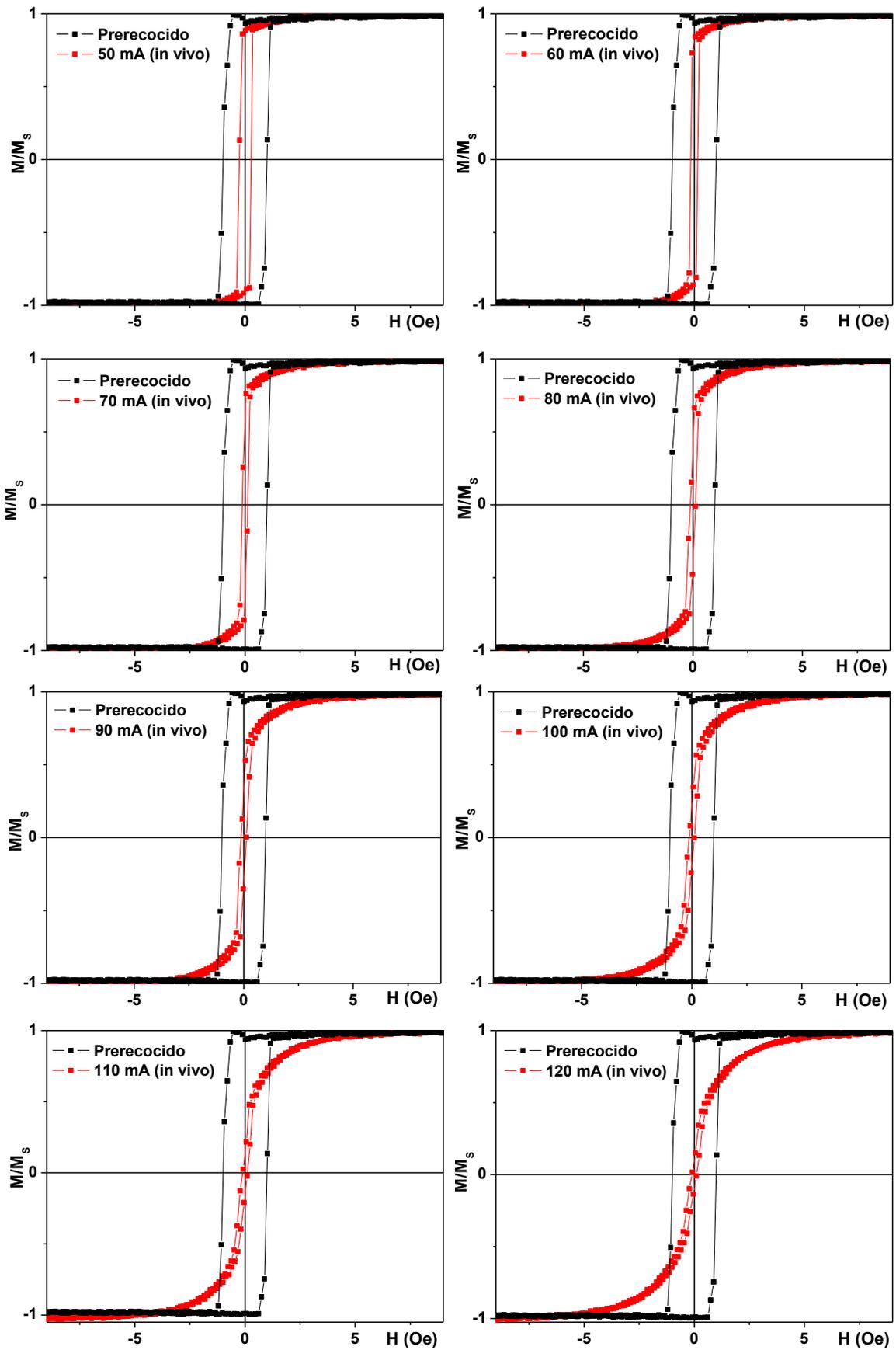
debido al cambio de la rugosidad del polímero al calentarse, dando lugar a un aumento de las tensiones internas.

Con la intención de vencer el factor desimanador y relajar las tensiones inducidas durante el crecimiento, realizamos un tratamiento térmico aplicando una corriente de recocido de mayor intensidad que en el caso de la muestra 4.

El procedimiento que se siguió para realizar el tratamiento térmico de la muestra 2 fue el siguiente: se empezó aplicando una corriente de 10 mA y se fue variando la intensidad en incrementos de 10 mA hasta llegar a 150 mA. Asimismo, de la misma forma se hizo en el tratamiento de la muestra 4, para cada intensidad se fue aplicando la corriente durante 5 minutos. Pero, a diferencia del tratamiento de la muestra 4, en este caso se optó por medir los ciclos mientras se aplicaba la corriente de recocido, es decir, se obtuvieron los ciclos cuando se le estaba aplicando la corriente a la muestra (sin apagar la fuente de alimentación bipolar).

A continuación, se muestran los ciclos de histéresis longitudinales (aplicando el campo magnético a lo largo del lado largo de la muestra) obtenidos mediante el efecto Kerr magneto-óptico. En primer lugar, se observa que a medida que se aumenta la intensidad de la corriente de recocido la curva de histéresis se empieza a estrechar, es decir, disminuye la coercividad. Luego, a partir de 90 mA la curva comienza a inclinarse, empezando a mostrar rasgos de una muestra con anisotropía transversal.





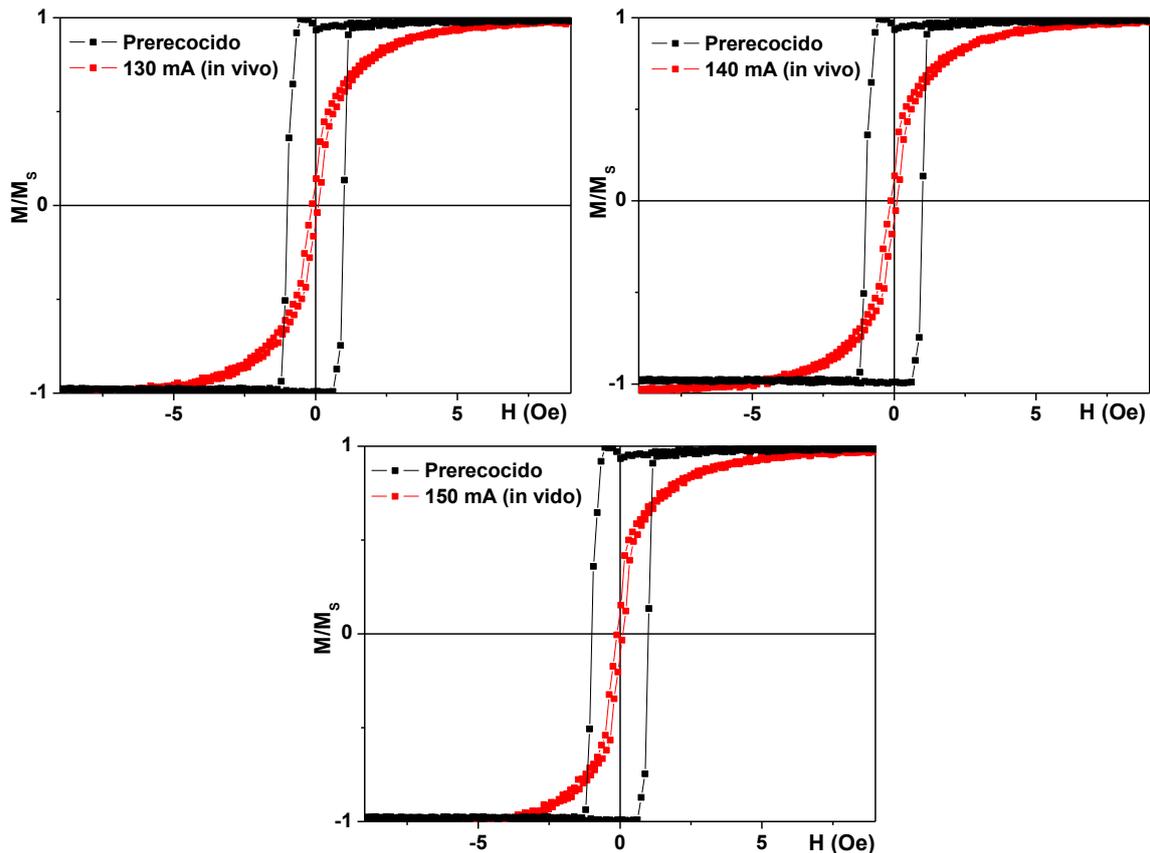


Figura 5.7: Ciclos de histéresis longitudinales de la muestra 2 con diferentes intensidades de la corriente de recocido. Se compara cada curva de la etapa de recocido con la curva que mostro la muestra antes del tratamiento térmico.

La figura 5.8 muestra la evolución del campo coercitivo con la corriente aplicada. Como se puede ver en la gráfica, el valor del campo coercitivo disminuye considerablemente hasta estabilizarse en torno a los 60 mA, a partir del cual el valor del campo coercitivo se mantiene más o menos constante. Entonces, se puede decir que el comportamiento que muestra el campo coercitivo respecto a la corriente aplicada se acerca a una curva exponencial negativa.

Para terminar con el tratamiento térmico aplicamos una corriente de 150 mA durante 15 minutos. Después de haber transcurrido los 15 minutos, apagamos la fuente de alimentación bipolar y realizamos la medida del ciclo de histéresis, mediante el efecto Kerr, en configuración longitudinal.

La figura 5.9 muestra una comparación de las curvas de histéresis obtenidas por efecto Kerr antes y después del tratamiento térmico. Se observa que la curva medida después del recocido, el cual se realizo durante 15 minutos y aplicando una corriente de 150 mA, muestra la misma forma que la curva de antes de realizar el recocido. Por tanto, la muestra 2 presenta un comportamiento reversible, puesto que mantiene las propiedades magnéticas iniciales.

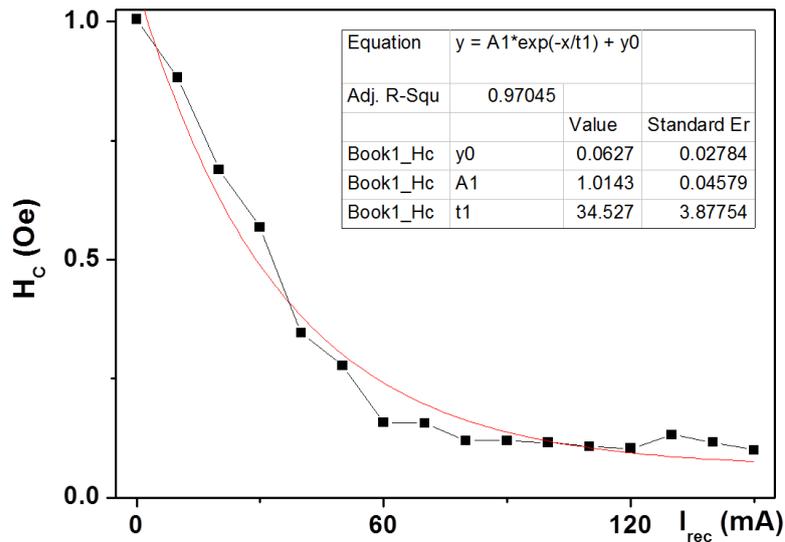


Figura 5.8: Variación del valor del campo coercitivo en función de la corriente de recocido (I_{rec}) para la muestra 2.

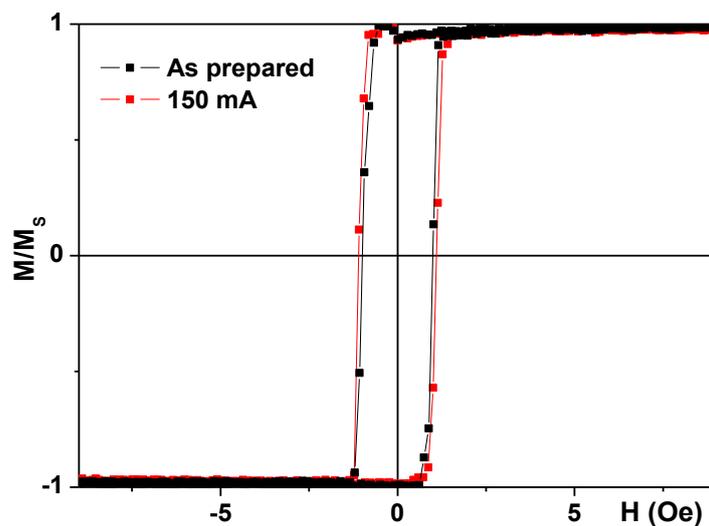


Figura 5.9: Ciclo de histéresis longitudinal de la muestra 2 después de haber aplicado una corriente de 150 mA durante 15 minutos. Se compara la curva que se logra después del recocido con la curva que mostro la muestra antes del tratamiento térmico.

Se puede hacer una aproximación del campo creado por la corriente alterna aplicando la ley de Ampere a la película delgada de 10×0.5 (mm). Para ello, se debe tener en cuenta que la corriente alterna fluye a lo largo del lado largo del elemento rectangular, creando el campo magnético en dirección perpendicular (a lo largo del lado corto de la película). Teniendo en cuenta que 1 Oe equivale a 79.6 A/m, se obtiene que la aplicación de la corriente alterna de 150 mA genera un campo magnético de 1.88 Oe, orientado transversalmente en el plano de la muestra.

Analizando los resultados obtenidos, se puede concluir que como la muestra 2 no presentaba anisotropía transversal, ha sido imposible inducir la anisotropía transversal en

ella. Aun así, se ha podido ver que mientras se le aplica corriente es posible reducir el campo coercitivo e inclinar la curva, debido probablemente a la relajación de tensiones.

5.2.2 Influencia del tratamiento térmico sobre la GMI

En este apartado presentare los resultados concernientes a las medidas de magnetoimpedancia realizadas antes y después del tratamiento térmico de recocido.

• Muestra 4

La figura 5.10 muestra las máximas GMI y sensibilidad relativas del modulo y de la parte real de la impedancia de la muestra 4 en función de la frecuencia, para la rama del campo magnético creciente.

La razón de estudiar por separado las prestaciones del modulo de la impedancia y de la parte real es que existe una técnica denominada “adaptación de impedancias”, habitual en electrónica de alta frecuencia, que permite trabajar únicamente con la parte real de la impedancia, obviando la imaginaria. Así, resulta interesante estudiar por separado la evolución de la GMI en el modulo y en la parte real, ya que podemos escoger la más conveniente en cada caso.

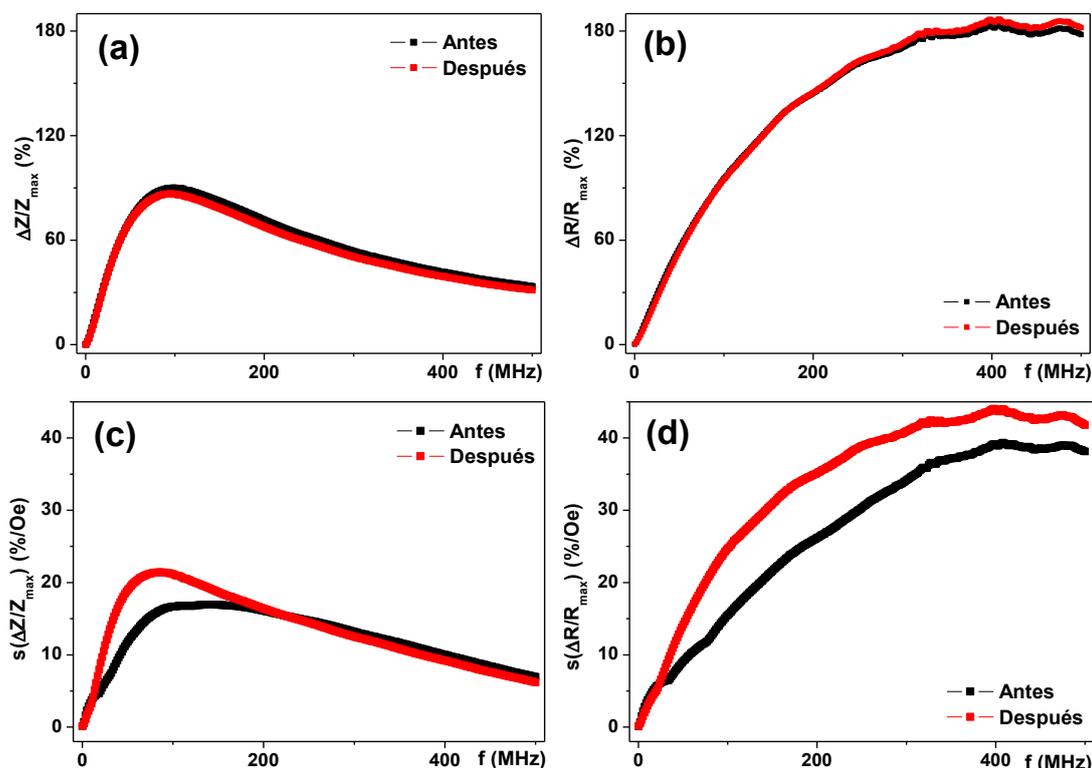


Figura 5.10: Respuesta GMI de la muestra 4 en función de la frecuencia (rama “up”). (a) Valor máximo del ratio de GMI del modulo de la impedancia. (b) Valor máximo del ratio de GMI de la parte real de la impedancia. (c) Sensibilidad de la GMI para el modulo de la impedancia. (d) Sensibilidad de la GMI para la parte real de la impedancia.

La primera conclusión que se puede extraer de la figura 5.10 es que el rango óptimo de trabajo es ligeramente distinto según nos interese una u otra magnitud. También se observa que los máximos de las curvas tienden a desplazarse a frecuencias menores al someter la muestra al tratamiento térmico.

La tabla 5.1 muestra una comparación de los valores máximos de magnetoimpedancia y sensibilidad de la muestra 4, antes y después del tratamiento térmico. También se especifica la frecuencia a la que se obtienen dichos valores máximos.

		Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
$\Delta Z/Z$	$\Delta Z/Z_{\max}$ (%)	90	87
	$f(\Delta Z/Z_{\max} \text{ (%)})$ (MHz)	97	95
	$s(\Delta Z/Z_{\max})$ (%/Oe)	17	22
	$f(s(\Delta Z/Z_{\max}))$ (MHz)	140	87
$\Delta R/R$	$\Delta R/R_{\max}$ (%)	183	186
	$f(\Delta R/R_{\max} \text{ (%)})$ (MHz)	408	396
	$s(\Delta R/R_{\max})$ (%/Oe)	39	44
	$f(s(\Delta R/R_{\max}))$ (MHz)	400	398

Tabla 5.1: Comparación de los parámetros GMI de la muestra 4 antes y después del tratamiento térmico.

Observando la tabla 5.1 se pueden extraer algunas conclusiones. En lo que respecta al módulo de la impedancia, se puede ver que mediante el tratamiento se logra mejorar la sensibilidad de la muestra. Además, se logra bajar la frecuencia donde se alcanza la sensibilidad máxima, pasando de 140 MHz a 87 MHz.

En cuanto a la parte real, los valores de GMI y de sensibilidad que se logran con el módulo de la impedancia son claramente superados, pero los máximos se dan a frecuencias bastante más altas. Por otro lado, al igual que para el módulo, el tratamiento mejora las prestaciones del sensor GMI, aumentando la sensibilidad y disminuyendo la frecuencia.

Teniendo en cuenta todo lo anterior, se puede concluir que si fuese necesario una detección en el rango de bajas frecuencias el módulo de la impedancia resultaría el más apropiado, mientras que si lo que se solicita es una alta sensibilidad la detección de la parte real es la mejor opción. En cualquier caso, dado que diseñar y fabricar un circuito electrónico siempre es más sencillo y barato cuanto más baja es la frecuencia, en general lo más apropiado sería que el sensor diseñado trabajase con el módulo de la impedancia.

El punto en el que se alcanza la sensibilidad máxima constituye el punto de operación de un sensor basado en GMI. La figura 5.11 muestra la respuesta de magnetoimpedancia (rama “up”) antes y después del tratamiento de recocido a la frecuencia donde es máxima la sensibilidad (para el módulo de la impedancia), a 140 MHz antes del recocido y a 87 MHz después del recocido.

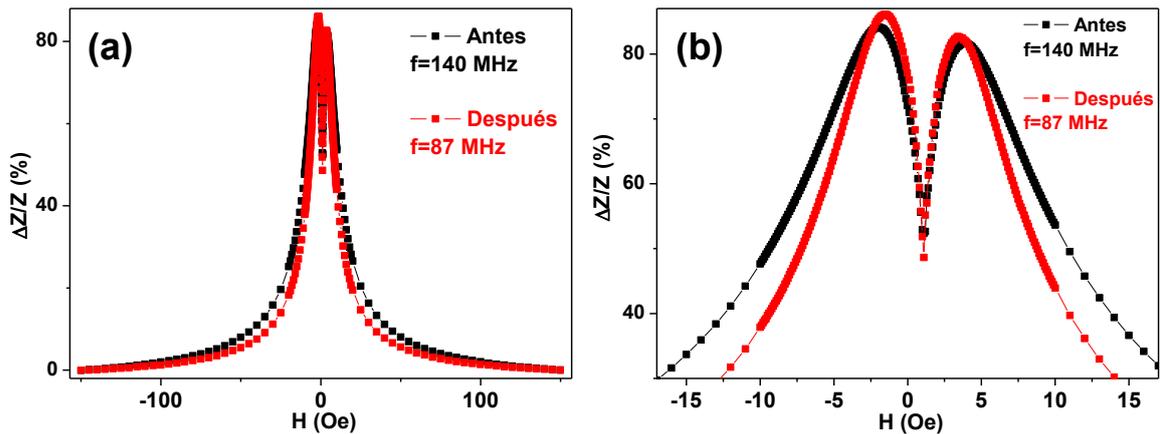


Figura 5.11: GMI de la muestra 4 para todo el rango del campo magnético aplicado en la medida (a) y para campos situados cerca de los valores máximos de GMI (b), a la frecuencia donde es máxima la sensibilidad.

Mediante el tratamiento térmico se logra que los máximos de la curva de GMI se desplacen a campos menores. Asimismo, la curva correspondiente a la de después del tratamiento muestra unos picos más altos (valores de GMI más altos) y estrechos, es decir, la pendiente de la curva aumenta después de haber realizado el recocido. Por otro lado, el valor de GMI a campo nulo es más bajo que el que alcanza la muestra antes del recocido.

La figura 5.12 muestra los intervalos de trabajo del sensor basado en la muestra 4 que se encuentran cerca del segundo pico de la curva de GMI. El interés de escoger zonas lineales como intervalos de trabajo está en que la conversión entre lectura y el valor medido es más fácil si la sensibilidad es constante. Escogiendo una zona lineal como intervalo de trabajo del sensor, basta con multiplicar el valor de salida con un factor constante para conocer el valor de la entrada. El punto óptimo de trabajo, situado en el centro del intervalo de trabajo, es el punto donde es máxima la sensibilidad y constituye el punto de operación del sensor.

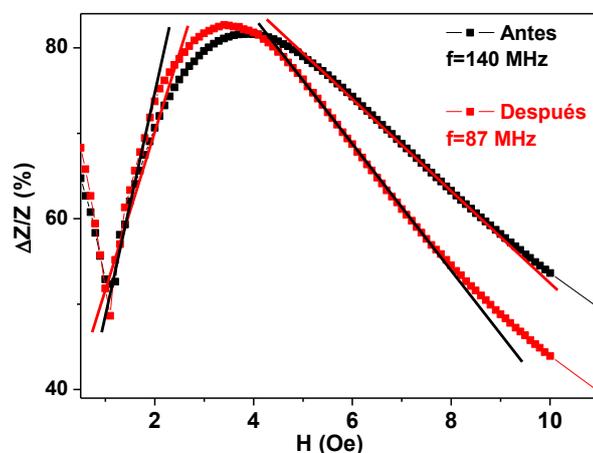


Figura 5.12: Intervalos de trabajo del sensor GMI basado en la muestra 4 antes y después del tratamiento térmico.

En la figura 5.13 y 5.14 se analizan las dos zonas lineales de la figura 5.12. Para lograr la sensibilidad de los intervalos de trabajo se ha empleado un ajuste lineal mediante mínimos cuadrados.

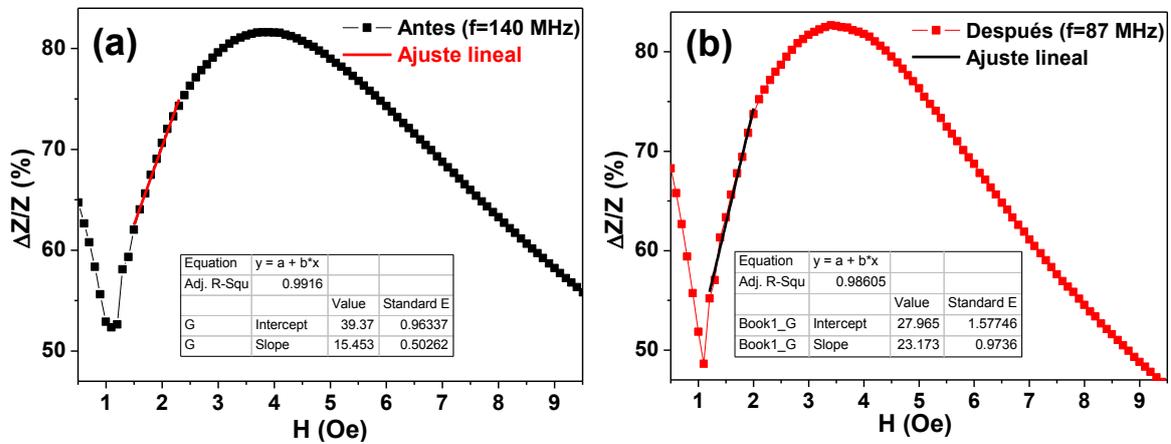


Figura 5.13: Ajuste lineal mediante mínimos cuadrados de la zona lineal situada antes del segundo pico de la curva de GMI de la muestra 4. (a) Antes del tratamiento térmico. (b) Después del tratamiento térmico.

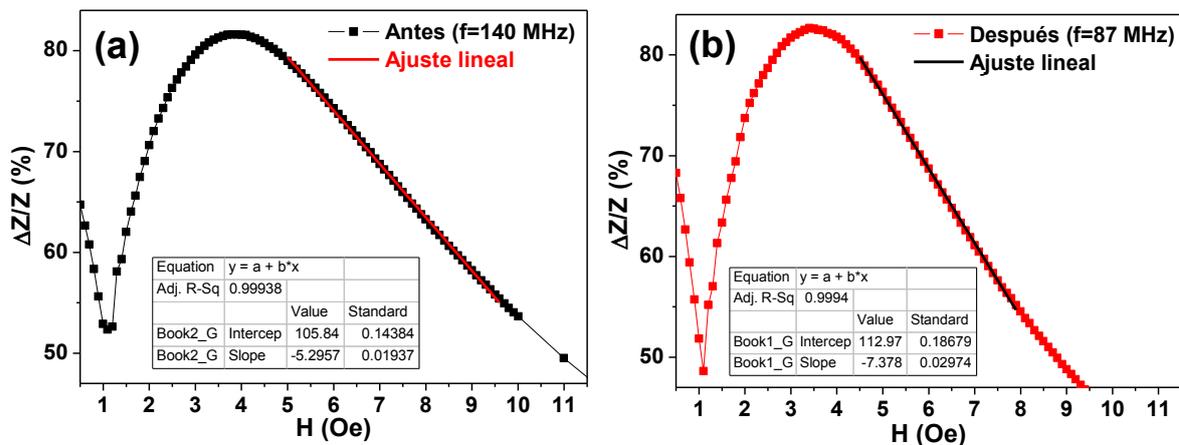


Figura 5.14: Ajuste lineal mediante mínimos cuadrados de la zona lineal situada después del segundo pico de la curva de GMI de la muestra 4. (a) Antes del tratamiento térmico. (b) Después del tratamiento térmico.

En primer lugar, se observa que la zona lineal situada a la izquierda del máximo de la curva de GMI (figura 5.13) presenta una mayor sensibilidad que la situada a la derecha (figura 5.14). Por tanto, la zona lineal que se muestra en la figura 5.13 debería constituir el intervalo de trabajo del sensor GMI basado en la muestra 4, siendo el punto situado en la mitad del intervalo el punto de operación óptimo para el sensor.

En cuanto a la influencia del tratamiento térmico sobre el punto de operación óptimo del sensor, se observa que antes del recocido el punto óptimo de trabajo se logra aplicando a la muestra un campo magnético de 2 Oe, con una sensibilidad en torno al 15

%/Oe (figura 5.13a), mientras que después del recocido el punto óptimo de trabajo se sitúa a 1.5 Oe con una sensibilidad en torno al 23 %/Oe (figura 5.13b).

Teniendo en cuenta todo lo anterior, se puede concluir que mediante el sistema diseñado se ha conseguido mejorar las prestaciones del sensor GMI sobre sustrato flexible, puesto que se logra disminuir tanto la frecuencia de trabajo como el campo magnético que se debe aplicar a la muestra para su óptima operación. Asimismo, se logra aumentar la sensibilidad del sensor flexible.

- **Muestra 2**

La figura 5.15 presenta las máximas GMI y sensibilidad relativas del módulo y de la parte real de la muestra 2 en función de la frecuencia, para la rama del campo magnético creciente. Se observa que en el caso de la muestra 2 los valores de magnetoimpedancia y sensibilidad disminuyen después de haber realizado el recocido.

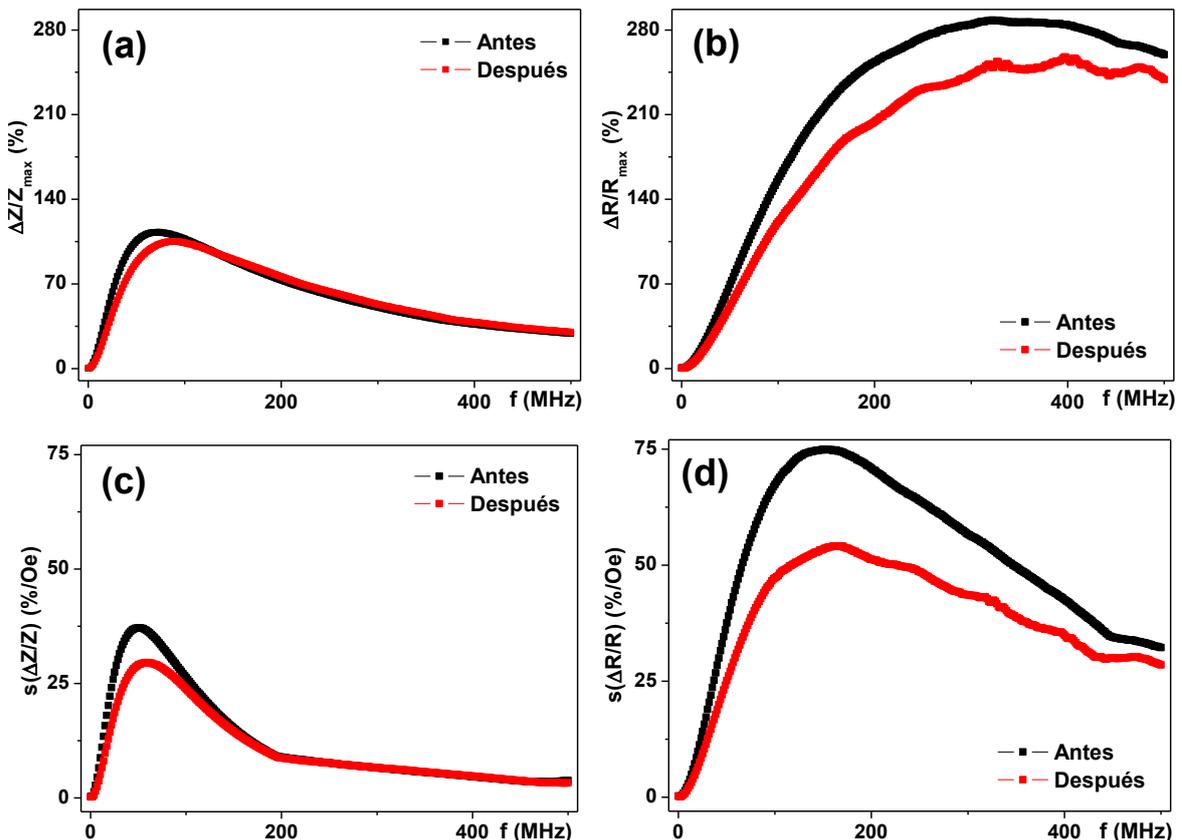


Figura 5.15: Respuesta GMI de la muestra 2 en función de la frecuencia (rama “up”). (a) Valor máximo del ratio de GMI del módulo de la impedancia. (b) Valor máximo del ratio de GMI de la parte real de la impedancia. (c) Sensibilidad de la GMI para el módulo de la impedancia. (d) Sensibilidad de la GMI para la parte real de la impedancia.

La tabla 5.2 presenta los valores máximos de magnetoimpedancia y sensibilidad de la muestra 2, antes y después del tratamiento térmico. Es decir, se muestran los valores de los máximos de las curvas de la figura 5.15, especificando también la frecuencia a la que se obtienen dichos valores máximos. Como se puede observar, al contrario que para la muestra 4, el tratamiento térmico a empeorado las propiedades de magnetoimpedancia de la muestra 2. En primer lugar, al realizar el recocido se da una disminución de los valores máximos de magnetoimpedancia y de sensibilidad, tanto en el valor absoluto de la impedancia como en la parte real. Asimismo, los máximos se encuentran a frecuencias mayores.

		Antes del tratamiento térmico	Después del tratamiento térmico
$\Delta Z/Z$	$\Delta Z/Z_{\max}$ (%)	112	105
	$f(\Delta Z/Z_{\max})$ (MHz)	72	87
	$s(\Delta Z/Z_{\max})$ (%/Oe)	37	30
	$f(s(\Delta Z/Z_{\max}))$ (MHz)	50	59
$\Delta R/R$	$\Delta R/R_{\max}$ (%)	288	256
	$f(\Delta R/R_{\max})$ (MHz)	320	397
	$s(\Delta R/R_{\max})$ (%/Oe)	75	54
	$f(s(\Delta R/R_{\max}))$ (MHz)	150	170

Tabla 5.2: Comparación de los parámetros GMI de la muestra 2 antes y después del tratamiento térmico.

Con el fin de analizar mejor la influencia del tratamiento térmico sobre la muestra 2, medimos su resistencia, antes y después del recocido, empleando para ello la técnica de cuatro puntas. Los valores que se obtuvieron en las medidas realizadas antes y después del recocido fueron 2.65 Ω y 3.15 Ω respectivamente. El hecho de que el valor de la resistencia de la muestra haya aumentado parece indicar que durante el tratamiento térmico, debido al calentamiento de la película multicapa, se dio la difusión entre el cobre y el permalloy, lo cual empeoro las propiedades de magnetoimpedancia de la muestra 2.

La figura 5.16, finalmente, muestra las curvas de magnetoimpedancia de la muestra 2, obtenidas antes y después del recocido, en función del campo magnético aplicado. Para cada curva, la medida de magnetoimpedancia se realizo a la frecuencia donde es máxima la sensibilidad.

Como vimos en el apartado 5.2.1, la muestra 4 posee una anisotropía transversal bien definida, pero en la muestra 2 no se logro inducir bien la anisotropía transversal, por lo que posee una anisotropía longitudinal (debido a que la muestra tiene un lado que es más largo que el otro). Así, a diferencia de la muestra 4, la curva de magnetoimpedancia de la muestra 2 no presenta dos picos muy marcados, acercándose más a una curva de GMI que muestra un solo pico (figura 5.16).

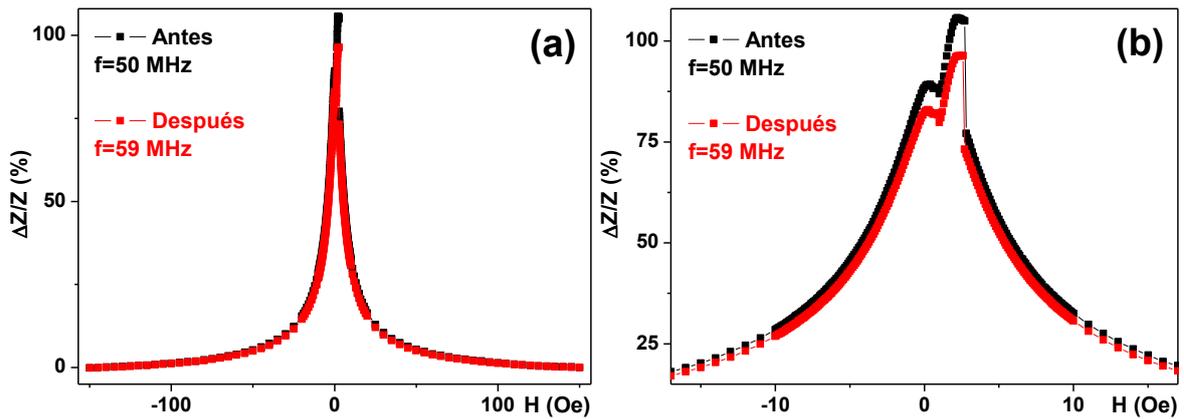


Figura 5.16: GMI de la muestra 2 para todo el rango del campo magnético aplicado en la medida (a) y para campos situados cerca del campo nulo (b), a la frecuencia donde es máxima la sensibilidad.

Como se puede observar en la figura 5.16 el tratamiento no logra cambiar la forma de la curva de magnetoimpedancia. Por tanto, se puede concluir que el tratamiento de recocido con corriente alterna no ha logrado vencer a la anisotropía de forma que poseía la muestra 2. Además, como era de esperar, los resultados obtenidos en las medidas de magnetoimpedancia ratifican los resultados obtenidos por efecto Kerr, los cuales mostraban que la curva de magnetización obtenida después de haber realizado el recocido mantenía la forma inicial (ver figura 5.9).

Capítulo 6

Conclusiones

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 diseñado, fabricado y estudiado el elemento sensitivo GMI, comparando el comportamiento magnético y de GMI del elemento sensitivo depositado sobre sustrato flexible de COC con el depositado sobre sustrato rígido de vidrio. La geometría elegida para el elemento sensitivo ha sido la de película delgada multicapa, con una estructura tipo “sándwich” con flujo magnético abierto. Teniendo en cuenta estudios anteriores sobre la influencia de las diferentes capas magnéticas y el grosor de ellas en la respuesta de GMI, la estructura elegida como elemento sensitivo del sensor GMI ha sido $[\text{FeNi}(170 \text{ nm})/\text{Ti}(6 \text{ nm})]_3/\text{Cu}(500 \text{ nm})/[\text{Ti}(6 \text{ nm})/\text{FeNi}(170 \text{ nm})]_3/\text{Ti}(6 \text{ nm})$. Para la deposición de dicho elemento sobre vidrio y COC se empleó la técnica de *sputtering*, aplicando un campo magnético a fin de inducir una anisotropía uniáxica transversal.

A partir de la magnetometría de muestra vibrante se han obtenido los ciclos de histéresis de las muestras en configuración longitudinal, donde se ha observado una pequeña coercividad para la película multicapa depositada sobre COC. En cuanto a las medidas de GMI, para la muestra crecida sobre vidrio se ha logrado un valor máximo de 145 % a 64 MHz, mientras que para la crecida sobre COC el valor máximo obtenido ha sido de 89 % a 97 MHz. Asimismo, la sensibilidad también ha resultado ser bastante más baja para la muestra flexible, obteniendo un valor de 60 %/Oe para la muestra rígida y 20 %/Oe para la flexible. La disminución de GMI y sensibilidad que se da en el caso del elemento sensitivo crecido sobre COC puede ser consecuencia del estrés generado durante el proceso de deposición.

En la segunda parte del trabajo se ha diseñado un circuito electrónico para someter a las muestras flexibles a un tratamiento térmico. En concreto, el tratamiento térmico elegido ha sido el de recocido con corriente alterna. Se ha realizado el recocido a dos muestras, una situada en la mitad del sustrato de COC y la otra en un borde del sustrato. Antes de realizar el tratamiento térmico, se caracterizaron las dos muestras flexibles analizando su comportamiento magnético y de GMI. La muestra situada en el borde del sustrato de COC ha presentado una curva de magnetización representativa de la anisotropía transversal inducida en el proceso de deposición, pero la situada en la mitad ha mostrado una curva representativa de una anisotropía longitudinal. Las medidas de

GMI han reafirmado estos resultados, presentando la muestra depositada en la mitad una curva de GMI acercándose a un solo pico. Este hecho puede deberse a la diferencia de condiciones térmicas en las que se encuentran las dos muestras. A consecuencia de la disipación de energía la muestra situada en el borde se calienta menos que la situada en el centro. Por tanto, puede que el mayor calentamiento que sufre la muestra situada en el centro haya cambiado la rugosidad del polímero, aumentando así las tensiones internas del elemento sensible.

En lo que respecta al tratamiento realizado a la muestra depositada en el borde del sustrato de COC, se ha logrado mejorar la GMI y la sensibilidad, consiguiendo reducir el valor del campo de anisotropía por medio de la posible relajación de las tensiones internas. Se han analizado las respuestas de GMI tanto del módulo de la impedancia como de su parte real, observando que el módulo de la impedancia es más apropiado para la detección de GMI a bajas frecuencias. Además, se ha realizando un estudio de los intervalos de trabajo del hipotético sensor de magnetoimpedancia flexible, observando que se logra disminuir la frecuencia de trabajo y mejorar el punto de operación óptimo del sensor GMI flexible. Estos resultados han confirmado la valía del circuito electrónico diseñado para mejorar el efecto GMI de las muestras flexibles para aplicaciones sensoras.

En el caso de la muestra situada en la mitad del sustrato de COC, no se ha logrado vencer al factor desimanador, y por tanto ha sido imposible cambiar su anisotropía longitudinal. Además, las medidas de GMI han mostrado que el tratamiento ha disminuido el valor máximo de GMI y la sensibilidad. Aun así, se ha observado una característica interesante: el campo coercitivo disminuía y la curva se inclinaba a medida que se aumentaba la intensidad de la corriente (sin apagar la fuente). Es decir, mientras no se detenía el paso de la corriente y a medida que se aumentaba su intensidad, la anisotropía de la muestra se iba volviendo transversal, debido a la relajación de las tensiones internas. Pero, el campo magnético creado por la corriente de recocido no ha sido lo suficientemente grande para lograr inducir una anisotropía longitudinal en la muestra, por ello al apagar la fuente la curva de histéresis retomaba la forma inicial. También se ha realizado una medida de la resistencia, observando una disminución de su valor. Por tanto, se puede concluir que el empeoramiento de la respuesta de GMI puede ser debido a que al calentarse el permalloy se haya difundido en el cobre.

De todo lo anterior se concluye que aunque el estrés es un problema inherente a los sustratos flexibles, es posible optimizar las propiedades magnéticas de los elementos sensitivos crecidos sobre sustrato flexible sometiendo a las muestras a tratamientos térmicos posteriores a la fabricación. La utilización del fenómeno de GMI para la electrónica flexible es un área de investigación reciente que está todavía en proceso de elaboración, por tanto resulta necesario trabajar más en busca de las condiciones óptimas que entran en juego a lo largo del diseño del elemento sensitivo. Asimismo, sería interesante experimentar con otro tipo de tratamientos térmicos, diseñando otro tipo de sistemas. Teniendo en cuenta que las películas depositadas sobre sustrato flexible han resultado tener tensiones internas apreciables, creo que otra opción interesante puede ser el tratamiento de recocido con corriente alterna que a la vez aplica estrés a la muestra, pudiendo de este modo relajar más las tensiones y mejorar el rendimiento del sensor flexible basado en la película delgada multicapa.

Bibliografía

- [1] Manh-Huong Phan, Hua-Xin Peng: *Giant magnetoimpedance materials Fundamentals and applications*. Progress in Materials Science, vol 53, pp. 323-420, 2008.
- [2] K. Mohri, T.Uchiyama, L.P. Shen, C.M. Cai, L.V. Panina: *Amorphous wire and CMOS IC-based sensitive micro-magnetic sensors (MI sensor and SI sensor) for intelligent measurements and controls*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 249, pp. 351-356, 2002.
- [3] C. M. Cai, M. Yamamoto, H. Aoyama, M. Mori, Y. Honkura: *3-axis amorphous wire type giant magneto-impedance sensors*. Digest of the IEEE International Magnetics Conference, p. 204, 2005.
- [4] H. Takei, M. Mori, E. Kako, H. Aoyama, M. Yamamoto, Y. Honkura: *Acelerometer using MI sensor*. Digest of the IEEE International Magnetics Conference, p. 205, 2005.
- [5] Liu Yi-Wei, Zhan Qing-Feng, Li Run-Wei: *Fabrication, properties and applications of flexible magnetic films*. Chinese Physical Society, vol. 22, núm. 12, 2013.
- [6] G.V. Kurlyandskaya, M.L. Sanchez, A. Hernando, V.M. Prida, P. Gorria, M. Tejedor: "Giant-magnetoimpedance-based sensitive element as a model for biosensor". *Applied Physics Letters*, vol. 82, pp. 3053-3055, 2003.
- [7] G.V. Kurlyandskaya, E. Fernández, A. P. Safronov, A. V. Svalov, I. Bekelov, A. Burgoa Beitia, A. García-Arribas, F. A. Blyakhman: *Giant magnetoimpedance biosensor for ferrogel detection: model system to evaluate properties of natural tissue*. Applied Physics Letters, vol. 106, 2015.
- [8] Andrea Saad, José Angel García, Galina Kurlyandskaya, Jesús Daniel Santos, Laura Elbaile: *Influence of Residual Stresses and Their Relaxation on Giant Magnetoimpedance of CoFeSiB Metallic Glasses*. Japanese Journal of Applied Physics, vol. 44, pp. 4939-4944, 2005.
- [9] M. Ipatov, L. González-Legarreta, J. Garcia, A. Chizhik, L. Domínguez, V. Zhukova, A. Zhukov, B. Hernando, J. González: *Induced Giant Magnetoimpedance Effect by Current Annealing in Ultra Thin Co-Based Amorphous Ribbons*. IEEE Transactions on Magnetics, vol. 49, núm. 3, 2013.

- [10] Jingshun Liu, Hongxian Shen, Dawei Xing, Jianfei Sun: *Optimization of GMI properties by AC Joule annealing in melt-extracted Co-rich amorphous wires for sensor applications*. *Physica Status Solidi*, vol. 211, pp. 1577-1582, 2014.
- [11] L. Kraus: *Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy*. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 195, pp. 764-778, 1999.
- [12] 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
- [13] David M. Pozar: *Microwave engineering*. John Wiley & Sons, New York [etc.]: 2005.
- [14] *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. Vol. 33, núm. 5, 1994.
- [15] <http://eprints.ucm.es/1955/1/T22213.pdf>
- [16] 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.
- [17] Simon Foner: *Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer*. *The Review of Scientific Instruments*, vol. 30, núm. 7, 1959.
- [18] Z. Q. Qiu and S. D. Bader: *Surface magneto-optic Kerr effect*. *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 71, núm. 3, March 2000.
- [19] L. V. Panina, K. Mohri: *Magneto-impedance in multilayer films*. *Sensors and Actuators*, vol. 81, pp. 71–77, 2000.
- [20] A. V. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, H. Hammer, P. A. Savin, 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, núm. 7, pp. 868–871, 2004.
- [21] G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, E. Fernandez, A. Garcia-Arribas, J. M. Barandiaran: *FeNi-based magnetic layered nanostructures: Magnetic properties and giant magnetoimpedance*. *J. Appl. Phys.*, vol. 107, 2010.
- [22] http://www.topas.com/sites/default/files/files/TOPAS_Brochure_E_2014_06%281%29.pdf

Anexos

- Abstract del trabajo presentado en RTNSA 2015.

MAGNETOIMPEDANCE BIOSENSOR PROTOTYPE FOR FERROGEL DETECTION

GALINA V. KURLYANDSKAYA^{1,2*}, EDUARDO FERNANDEZ¹, ALEXANDER P. SAFRONOV^{2,3}, ANDREY V. SVALOV^{1,2}, AIZETI BURGOA BEITIA¹, IGOR V. BEKETOV³, FELIX A. BLYAKHMAN⁴

¹University of the Basque Country, BCMaterials, UPV-EHU, Bilbao, Spain

²Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia

³Institute of Electrophysics UD RAS, Ekaterinburg, Russia

⁴Ural State Medical University, 3 Repin Street, Ekaterinburg 620028, Russia
galina@we.lc.ehu.es

Magnetic biosensor is a compact analytical device incorporating a biological or a biologically derived material associated with a physicochemical magnetic transducer or transducing microsystem. The description of the first “magnetic biosensor” was reported in [1] introducing the idea of a biosensor in a giant magnetoresistance prototype. Since then, many attempts were made aiming to develop a magnetic field sensor adapted for biosensing using different physical phenomena, including giant magnetoimpedance (MI) [2]. In this work we describe our experience in the measurements of the change of MI of FeNi/Ti-based multilayered sensitive element in the presence of ferrogels with different concentration of magnetic nanoparticles using a specially designed MI sensor prototype as a model for biosensors.

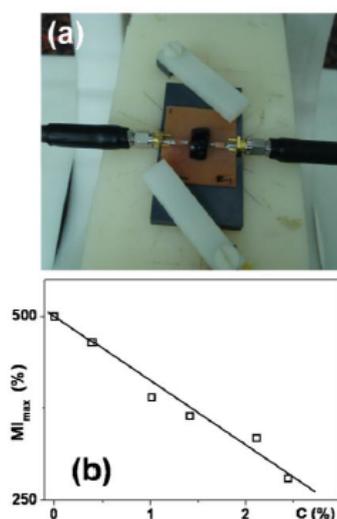


Figure 1. General view MI element during measurements with ferrogel (a); concentration dependence of the maximum value of MI (b).

Gels are very promising model systems with many properties close to the properties of natural tissues. Ferrogels were synthesized by radical polymerization of acrylamide in a stable aqueous suspension of γ -Fe₂O₃ spherical magnetic nanoparticles (MNPs) made by laser target evaporation. Particle size distribution was lognormal with median value 9.2 nm and 0.368 dispersion. The samples with 2.44, 2.11, 1.41, 1.01, 0.39 % by weight of MNPs in ferrogel were prepared. The multilayered structures [FeNi (100 nm)/Ti(6 nm)]₅/Cu(500 nm)/[Ti(6 nm)/FeNi(100 nm)]₅/Ti(6 nm) were deposited by dc-magnetron sputtering onto glass substrates using metallic masks with a background pressure of 3×10^{-7} mbar and a working Ar pressure of 3.8×10^{-3} mbar. A transverse magnetic anisotropy was induced during the deposition process by the application of an in-plane constant magnetic field of 250 Oe. Figure 1 shows the change of the maximum value of MI as a function of concentration (C) of MNPs in ferrogel. As the surface modified iron oxide MNPs were shown promising for different cancer therapies the demonstrated ability of MI sensor prototype to measure their concentration dependence opens a variety of applications.

[1] Baselt D.R., G.U. Lee, M. Natesan, S.W. Metzger, P.E. Sheehan, R. A. Colton, A biosensor based on magnetoresistance technology. *Biosens. Bioelectron.* 13, 731-739 (1998).

[2] G. V. Kurllyandskaya, V. I. Levit, Advanced materials for drug delivery and biosensors based on magnetic label detection, *Mater. Sci. Eng. C* 27 (2007) 495–503.