# ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ ИМЕНИ М.Н. МИХЕЕВА УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

Блинов Илья Викторович

# МАГНИТНЫЕ И МАГНИТОРЕЗИСТИВНЫЕ СВОЙСТВА СЛОИСТЫХ НАНОСТРУКТУР НА ОСНОВЕ АНТИФЕРРОМАГНИТНОГО ТРОЙНОГО СПЛАВА Ni-Fe-Mn

Специальность 01.04.11 – Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: доктор технических наук, профессор Попов Владимир Владимирович

Екатеринбург – 2016

# ОГЛАВЛЕНИЕ

| ВВЕДЕНИЕ4   |  |    |  |  |  |
|---|--|----|--|--|--|
| ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР12  |  |    |  |  |  |
| 1.1 Э   | ффект гигантского магнитосопротивления   | 12 |  |  |  |
| 1.2 Э   | ффект однонаправленной анизотропии   | 15 |  |  |  |
| 1.2.1   | Открытие и применение эффекта однонаправленной анизотропии   | 15 |  |  |  |
| 1.2.2   | Феноменологическая модель обменного смещения   | 18 |  |  |  |
| 1.2.3   | Модель Майкледжона и Бина  | 20 |  |  |  |
| 1.2.4   | Зависимость $H_{\text{ex}}$ от толщины   | 23 |  |  |  |
| 1.2.5   | Температура блокировки   | 25 |  |  |  |
| 1.2.6   | Материалы для обменного смещения   | 26 |  |  |  |
| 1.3 C   | пиновый клапан   | 29 |  |  |  |
| 1.3.1   | Используемые в спиновых клапанах антиферромагнетики  | 32 |  |  |  |
| 1.4 П   | остановка задачи исследования  | 35 |  |  |  |
| ГЛАВА 2   | МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ  | 37 |  |  |  |
| 2.1 N   | атериалы   | 37 |  |  |  |
| 2.2 N   | Іетодики приготовления образцов  | 37 |  |  |  |
| 2.2.1   | Магнетронное напыление и определение толщины приготовленных пленок   | 37 |  |  |  |
| 2.2.2   | Электронно-лучевое напыление   | 39 |  |  |  |
| 2.2.3   | Подготовка подложек  | 40 |  |  |  |
| 2.2.4   | Ионное травление и определение толщины удаляемого слоя   | 41 |  |  |  |
| 2.2.5   | Термомагнитная обработка   | 42 |  |  |  |
| 2.3 N   | Іетоды исследования  | 43 |  |  |  |
| 2.3.1   | Определение распределения элементов и состава слоев  | 43 |  |  |  |
| 2.3.2   | Методика измерения намагниченности   | 44 |  |  |  |
| 2.3.3   | Методика измерения магнитосопротивления  | 45 |  |  |  |
| 2.3.4   | Методика исследования микроструктуры   | 45 |  |  |  |
| 2.3.5   | Методика исследования магнитной структуры  | 46 |  |  |  |
| 2.3.6   | Методика исследования химического состава мишеней и приготовленных   |    |  |  |  |
| образ   | цов  | 46 |  |  |  |
| ГЛАВА 3<br>КОНЦЕН<br>АНИЗОТІ  | ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТРОЙНОГО СПЛАВА Ni-Fe-Mn С РАЗЛИЧНОЙ<br>ГРАЦИЕЙ КОМПОНЕНТОВ ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ ОДНОНАПРАВЛЕННОЙ<br>РОПИИ В БИСЛОЯХ ФМ/АФ | 48 |  |  |  |
| 3.1 Вли   | яние состава сплава Ni-Fe-Mn на магнитные характеристики образцов  | 49 |  |  |  |
| 3.2 Влияние типа подложки и толщин ФМ и АФ слоев на магнитные свойства              |  |    |  |  |  |
| 3.3 Исследование влияния термомагнитной обработки на магнитные свойства             |  |    |  |  |  |
| 3.4 Влияние типа А $\Phi$ слоя на температурную зависимость поля смещения, $H_{ex}$ |  |    |  |  |  |
| Выводы по Главе 3   |  |    |  |  |  |
| ГЛАВА 4 МЕХАНИЗМ ОБРАЗОВАНИЯ УПОРЯДОЧЕННОЙ ФАЗЫ NiFeMn                              |  |    |  |  |  |

| 4.1 Образование упорядоченной антиферромагнитной фазы при термомагнитной<br>обработке однослойных пленок Ni-Fe-Mn   |
|---|
| 4.2 Образование упорядоченной АФ фазы NiFeMn в бислоях марганец/пермаллой62   |
| 4.2.1 Структура и магнитные свойства бислоев NiFe/Mn до термомагнитной обработки63  |
| 4.2.2 Исследование влияния термомагнитной обработки на магнитные и структурные<br>свойства бислоев марганец/пермаллой   |
| 4.2.3 Влияние буферного слоя Ni <sub>77</sub> Fe <sub>23</sub> на магнитные характеристики бислоев марганец/пермаллой70   |
| 4.2.4 Исследование температурной зависимости <i>H</i> <sub>ex</sub> 73  |
| Выводы по Главе 4   |
| ГЛАВА 5 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АФ NiFeMn В НАНОСТРУКТУРАХ ТИПА СПИНОВЫЙ<br>КЛАПАН76  |
| 5.1 Спиновый клапан с верхним расположением АФ слоя (Ni <sub>70</sub> Fe <sub>30</sub> ) <sub>20</sub> Mn <sub>80</sub> 76  |
| 5.1.1 Влияние толщины антиферромагнитного и медного слоев на магнитные и магниторезистивные характеристики спинового клапана на основе (Ni <sub>70</sub> Fe <sub>30</sub> ) <sub>20</sub> Mn <sub>80</sub> 77 |
| 5.2 Спиновый клапан с АФ упорядоченной фазой NiFeMn81   |
| Выводы по Главе 5   |
| Заключение  |
| Список сокращений и условных обозначений, использованных в диссертации  |
| Благодарности   |
| Список Литературы   |

#### введение

#### Актуальность темы исследования и степень ее разработанности

Работа направлена на решение фундаментальной задачи физики магнитных явлений, связанной с изучением обменного взаимодействия, возникающего на границе раздела в наноструктурах ферромагнетик (ФМ)/антиферромагнетик (АФ), содержащих антиферромагнитный сплав Ni-Fe-Mn. Рассматривается возможность использования этого сплава в качестве материала для закрепляющего слоя в спиновых клапанах. Выявляются закономерности и механизм формирования однонаправленной анизотропии в бислоях марганец/пермаллой при различных режимах термомагнитной обработки.

Современные магниторезистивные наноматериалы, состоящие из ультратонких слоев магнитных и немагнитных металлов, обладают эффектом гигантского магнитосопротивления (ГМС) [1,2], благодаря чему имеют широкое применение в различных технических приложениях [3]. Гигантский магниторезистивный эффект полученный в 1988 – 1990 годы в сверхрешетках, приготовленных методами молекулярнолучевой эпитаксии и магнетронного напыления достигал 10-80 % в поле насыщения ( $H_s$ ) напряженностью в десятки кЭ при 4,2 К [2,4].

В 1991 году был предложен новый тип наноструктуры – спиновый клапан [5]. Магниторезистивная чувствительность спиновых клапанов оказалась гораздо выше, чем у сверхрешеток. В простейшем случае, спиновый клапан состоит из двух ферромагнитных (ФМ) слоев, разделенных немагнитной прослойкой, и антиферромагнитного (АФ) слоя [6]. При этом в одном из ФМ слоев, связанном с АФ слоем, в результате обменного взаимодействия на интерфейсе  $\Phi$ M/A $\Phi$  формируется однонаправленная магнитная анизотропия. Петля магнитного гистерезиса бислоя  $\Phi$ M/A $\Phi$  оказывается смещенной по оси магнитного поля. Смещение центра петли гистерезиса относительно нуля характеризуется полем смещения ( $H_{ex}$ ) [6].

Для спиновых клапанов характерно резкое изменение электрического сопротивления в малых магнитных полях. Большие величины магнитосопротивления (5-15) % и чувствительности (1-5) %/Э делают спиновые клапаны удобным материалом для применения в устройствах микроэлектроники [7].

К важным характеристикам, определяющим эффективную работу спиновых клапанов, относятся оптимальное значение  $H_{\rm ex}$  и высокое значение температуры блокировки  $(T_{\rm b})$  – критической температуры, при которой величина  $H_{\rm ex}$  для бислоя  $\Phi$ M/A $\Phi$  становится равной нулю.

Перспективы применения спиновых клапанов побудили поиск новых металлических антиферромагнетиков с большим полем смещения, высокой температурой Нееля (*T*<sub>N</sub>) и

высокой коррозионной стойкостью. За последнее время исследовано достаточно много антиферромагнитных материалов, демонстрирующих в контакте с ΦМ эффект однонаправленной анизотропии. Однако металлических антиферромагнитных материалов, пригодных для использования в спиновых клапанах, относительно немного. В настоящее время в качестве материалов для закрепляющего АФ слоя в спиновых клапанах используются следующие двойные сплавы, включающие марганец: FeMn, IrMn, NiMn, PtMn [6]. Наиболее дешевым и простым в изготовлении из указанных антиферромагнитных материалов является ГЦК сплав Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>, который характеризуется средней температурой блокировки T<sub>b</sub> = (120-190) <sup>о</sup>С, достаточно высоким полем смещения, но низкой коррозионной стойкостью. Другой сплав Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> в упорядоченном состоянии имеет более высокую температуру блокировки T<sub>b</sub> = (240-400) °C, лучшую коррозионную стойкость и более высокое значение *H*<sub>ex</sub> по сравнению с сплавом Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Однако для упорядочения сплава Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> необходим продолжительный отжиг при температурах (250-280) °C, что может привести к ухудшениям магниторезистивных характеристик, например, вследствие изменения качества интерфейсов, что, в свою очередь, усложняет технологический процесс получения спиновых клапанов [6].

Для усиления обменного взаимодействия в системах  $\Phi$ M/A $\Phi$  и, как следствие, увеличения  $H_{ex}$ ,  $T_b$  и повышения коррозионной стойкости в настоящей работе было предложено использовать систему трехкомпонентных сплавов Ni-Fe-Mn, для которой недостатки бинарных сплавов Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> будут выражены в меньшей мере. И на основе этой системы предложено создание материалов с необходимыми для спиновых клапанов комплексом свойств.

Магнитная фазовая диаграмма системы Ni-Fe-Mn [8] показывает, что неупорядоченные твердые растворы в системе Ni-Fe-Mn при определенной атомной концентрации могут быть антиферромагнитными при температурах существенно выше комнатной, поэтому тройные сплавы могут быть использованы в качестве закрепляющих слоев в спиновых клапанах. Кроме того, в этой системе возможно образование упорядоченной антиферромагнитной фазы. Согласно [9], температура блокировки при использовании этой фазы может достигать 330 °C, что заметно выше температуры Нееля неупорядоченного твердого раствора в системе Ni-Fe-Mn. Вследствие высокой температуры блокировки данная фаза представляется весьма перспективной для использования в спиновых клапанах. Однако на данный момент условия и механизм образования тройной упорядоченной фазы не понятны. Таким образом, работа, направленная на создание новых антиферромагнитных материалов с высокими значениями  $T_{\rm b}$  и  $H_{\rm ex}$ , необходимыми для приготовления искусственных магнитных наноструктур с улучшенными магнитными и магниторезистивными характеристиками, является актуальной.

Отметим, что до выполнения настоящей диссертационной работы существовали проблемы, связанные с механизмом образования упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn. Кроме того отсутствовали данные о температурном и концентрационном диапазоне стабильности A $\Phi$  фазы NiFeMn. В связи с чем, важной задачей, на решение которой направлены исследования в диссертации, является разработка методики и оптимизация режимов нанесения слоев и термомагнитной обработки, необходимых для получения A $\Phi$  фазы с высокой  $T_b$ , а также использование этой фазы в качестве закрепляющего слоя в спиновом клапане.

Актуальность данных исследований подтверждается также задачами, реализованными в рамках научных программ и тем, выполняемых по заданиям Министерства образования и Науки РФ, президиума РАН и программ фундаментальных исследований УрО РАН и РФФИ.

## Цель работы и задачи исследования

Определение механизмов формирования обменного взаимодействия в наноструктурах ФМ/АФ с антиферромагнитными тройными сплавами Ni-Fe-Mn для выяснения возможности их использования в качестве закрепляющих слоев в спиновых клапанах. Установление связи между структурой, магнитными и магниторезистивными свойствами наноструктур в зависимости от состава антиферромагнитного слоя, толщин и порядка нанесения ФМ и АФ слоев, используемого типа подложки, проведенной термомагнитной обработки.

Разработка методики и определение параметров, необходимых для получения АФ фазы с высокой температурой блокировки, позволяющей создавать спиновые клапаны с высокой термостабильностью и улучшенными магнитными и магниторезистивными характеристиками.

## Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Приготовление бислоев ΦМ/AΦ с эффектом однонаправленной анизотропии, включающих AΦ сплав Ni-Fe-Mn, на различных подложках (поликристаллические – стекло, монокристаллические – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Исследование влияния толщин слоев, типа подложки, термомагнитной обработки на гистерезисные характеристики бислоев ΦМ/AΦ.

2. Приготовление пленок с антиферромагнитным монослоем Ni-Fe-Mn с различной атомной концентрацией компонент. Исследование условий образования упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn при различных режимах термомагнитной обработки.

3. Приготовление бислоев марганец/пермаллой и исследование кинетики формирования в них упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn при термомагнитной обработке.

4. Приготовление спиновых клапанов с верхним расположением антиферромагнитного сплава Ni-Fe-Mn. Оптимизация магнитных и магниторезистивных свойств посредством варьирования толщин слоев с целью получения высоких значений магнитосопротивления и поля смещения.

5. Разработка методики, позволяющей создавать спиновые клапаны с высокой термостабильностью, включающие упорядоченную антиферромагнитную фазу NiFeMn.

Научная новизна работы заключается в следующем:

Показано, что при термомагнитной обработке выше 300 °C однослойных пленок, приготовленных из сплавов системы Ni-Fe-Mn, образования упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn не происходит, а происходит распад на две фазы – марганец и пермаллой.

Продемонстрирована возможность образования упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn при термомагнитной обработке бислоев марганец/пермаллой. Исследован термодиффузионный механизм образования данной фазы. Ключевую роль в образовании упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn при термомагнитной обработке бислоев марганец/пермаллой играет диффузия марганца по границам кристаллитов в нанокристаллической пленке пермаллоя.

В спиновых клапанах в качестве закрепляющего слоя применены тройные сплавы Ni-Fe-Mn.

#### Научная и практическая значимость работы.

В настоящей работе получена новая информация, касающаяся наноструктур Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Ni-Fe-Mn. Создана новая наноструктура типа «спиновый клапан», содержащая АФ слой Ni-Fe-Mn. Определен характер изменения ГМС и магнитных характеристик образцов, включающих сплав Ni-Fe-Mn, в зависимости от толщин слоев, режима термомагнитной обработки, порядка нанесения слоев и типа используемой подложки.

Показано, что при использовании AФ сплава Ni-Fe-Mn, напыленного из мишени соответствующего состава на ферромагнитный слой в присутствии магнитного поля, можно достичь относительно высоких значений  $H_{ex} \cong 40$  Э и малого отношения  $H_c/H_{ex} \cong 0,2$  с температурой блокировки  $\cong 170$  °C. Магнитосопротивление спинового клапана содержащего AФ слой Ni-Fe-Mn составляет ~ 7%, а магниторезистивная чувствительность  $\Delta(\Delta R/R_s)/\Delta H = 0,75$  %/Э. Функциональные характеристики данных наноструктур не уступают спиновым клапанам с AФ слоем Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Полученные данные демонстрируют возможность применения неупорядоченного тройного сплава Ni-Fe-Mn в качестве закрепляющего слоя в спиновых клапанах.

7

В бислоях марганец/пермаллой определены параметры, обеспечивающие формирование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn. Дополнительно создана новая структура, содержащая упорядоченную АФ фазу NiFeMn. Образцы данного типа обладают большими значениями обменного смещения (плотности энергии обменного взаимодействия) и высокой температурой блокировки: ( $H_{ex} = 380 \ \Im (J_{ex} = 0.27 \ \Im pr/cm^2), T_b \cong 270 \ ^{\circ}C$ ).

Разработан полный технологический цикл создания спиновых клапанов с упорядоченной AФ фазой NiFeMn со следующими усредненными характеристиками: поле смещения пиннингованного слоя  $H_{\rm ex} \cong 100$  Э,  $T_{\rm b} \cong 270$  °C с магнитосопротивлением ~ 4 %.

## Методология и методы исследования

Для выполнения поставленных в работе целей и задач использованы следующие методы и подходы: образцы приготавливались по технологии электронно-лучевого напыления на сверхвысоковакуумной установке Varian (США). Толщины слоев контролировались с помощью кварцевого толщиномера. Также была использована оптимизированная технология напыления наноструктур при помощи напылительной системы магнетронного напыления MPS-4000-C6 (Ulvac). Толщины слоев определялись по известной скорости напыления, определенной экспериментально для каждого распыляемого материала.

Определение скорости напыления материалов производилось с помощью оптического профилометра Zygo NewView 7300 по известному времени напыления и измеренной толщине пленки.

Для магнетронного напыления использовались мишени аттестованного состава. Элементный состав пленок контролировался при помощи рентгеновского микроанализа на базе растрового электронного микроскопа с автоэмиссионным катодом FEI Inspect F с интегрированной системой микроанализа Genesis APEX 2 EDS.

Аттестация образцов проводилась с использованием нейтронографии, просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, рентгеноструктурного анализа, Оже-электронной спектроскопии.

Измерение магнитных и магниторезистивных свойств образцов было проведено на метрологически аттестованном оборудовании. Магнитосопротивление определялось четырехконтактным методом с относительной погрешностью 0,1 %. Намагниченность насыщения образцов определялась с относительной погрешностью 3 %.

Для создания спиновых клапанов с упорядоченной АФ фазой NiFeMn был разработан технологический цикл с последовательностью следующих операций:

8

 формирование упорядоченной АФ фазы при помощи термомагнитной обработки бислоев марганец/пермаллой;

– ионное травление приготовленного образца для удаления поверхностного слоя;

магнетронное напыление на подготовленный образец слоистой структуры, состоящей из ферромагнитных и немагнитных слоев;

– отжиг в магнитном поле выше температуры блокировки.

#### Положения, выносимые на защиту

1. Результаты исследований, показывающие перспективность применения антиферромагнитного тройного сплава Ni-Fe-Mn в качестве материала для закрепляющего слоя в спиновых клапанах.

2. В бислоях марганец/пермаллой определены режимы нанесения и термомагнитной обработки, обеспечивающие формирование упорядоченной АФ фазы NiFeMn. Показано, что данная фаза образуется на границах зерен пермаллоя, по которым диффундирует Mn.

3. Разработан полный технологический цикл изготовления многослойных наноструктур с высокой термостабильностью на основе упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn.

# Степень достоверности полученных результатов

Достоверность полученных результатов, аргументированность заключений и выводов диссертационной работы обеспечивается использованием аттестованных образцов и аттестованного современного экспериментального оборудования. Результаты исследований, приведенные в диссертации, согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам.

#### <u>Личный вклад автора</u>

Постановка задач проводилась автором совместно с научным руководителем. Автором совместно с Матвеевым С.А. и Архиповой Н.К. изготовлены образцы методом электроннолучевого напыления. Изготовление образцов методом магнетронного напыления проведено автором при участии Проглядо В.В. и Наумовой Л.И. Автором проведены магнитные и магниторезистивные измерения на вибромагнитометре. Магнитные измерения на сквидмагнитометре проведены в Центре коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» Королевым А.В. и в ОМТТ НИИ ФПМ УрФУ Волеговым А.С. Оже-спектроскопические исследования проводились при участии Степанова К.А. и Седовой П.Н. Лично автором проведена термомагнитная обработка наноструктур, исследовано распределение концентрации элементов по глубине образцов. Исследования микроструктуры методами просвечивающей электронной микроскопии проведены Т.П.

9

Кринициной в Центре коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов». Рентгенографические исследования проведены при участии Гавико В.С. и Наумовой Л.И. Нейтронографические измерения проводились Ворониным В.И. Ренгеноспектральный микроанализ проводился Патраковым Е.И. Ионное травление проводилось при участии Максимовой И.К. Результаты исследований докладывались автором на всероссийских и международных конференциях. Обсуждение результатов и подготовка публикаций велась автором совместно с Поповым В.В., Миляевым М.А. и Устиновым В.В.

#### Апробация работы.

Результаты работы докладывались на международных и всероссийских конференциях: IX Молодежная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-9) (Екатеринбург, 17-23 ноября, 2008 г); 16-я Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых учёных ВНКСФ-16 (Волгоград, 22-29 апреля, 2010); XI Всероссийская молодёжная школа-семинар проблемам по физики конденсированного состояния (СПФКС-ХІ) (Екатеринбург, 15-21 ноября, 2010); Recent Trends in Nanomagnetism, Spintronics and their Applications (RTNSA) (Ordizia, Basque Country, 1–4 June 2011); XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13) (Екатеринбург, 7–14 ноября 2012 г.); 21-st International Colloquium on Magnetic Films and Surfaces (ISMFS 2012) (Шанхай, Китай, 24-28 сентября 2012); International Conference «TechConnect World», (Santa Clara, California, USA, June 18–21, 2012); Moscow International Symposium on Magnetism (MISM-2014) (Москва, 30 июня – 4 июля 2014 г.); Научная сессия ИФМ УрО РАН по итогам 2014 г. (Екатеринбург 2015 г.); 20 International Conference on Magnetism (ISM-2015) (Spain, Barcelona, 5-10 July 2015); VI Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» (EASTMAG-2016) (Красноярск, 15–19 августа 2016) r.); International conference on Magnetism and Spintronics (Sol-SkyMAG 2016), (San Sebastian, Spain, 28-30 июня, 2016 г.); Magnetic materials.New technoligies (BICMM-2016), (Listvyanka village, Irkutsk region, Russia, 22–26 августа, 2016 г.).

# Связь работы с научными программами и темами

Работа выполнялась в рамках государственного задания по теме "Спин" (2010–2013 г.г. № госрегистрации 01201064333, 2014–2016 гг. № госрегистрации № 01201463330) при поддержке грантов президиума РАН № 09-П-2-1037, № 12-П-2-1051, РФФИ № 16-32-00128, программы фундаментальных исследований УрО РАН (проект № 15-9-2-44), гранта НШ №6172.2012.2, гранта Министерства образования и науки РФ №14.Z50.31.0025, гранта молодых ученых и аспирантов УрО РАН № 11-2-НП-531.

#### Соответствие диссертации паспорту специальности

Содержание диссертации соответствует пункту 2. «Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий» и пункту 5. «Разработка различных магнитных материалов, технологических приемов, направленных на улучшение их характеристик, приборов и устройств, основанных на использовании магнитных явлений и материалов» паспорта специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений.

#### Публикации

По теме диссертации опубликовано 6 статей в реферируемых научных журналах, входящих в перечень ВАК, а также 13 тезисов докладов в материалах российских и международных конференций. Основные публикации приведены в конце автореферата.

# Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из списка сокращений и условных обозначений, введения, 5 глав, заключения и списка литературы. Общий объем диссертации составляет 101 страницу, включая 44 рисунка, 3 таблицы, 10 формул и список цитируемой литературы из 141 наименования.

# ГЛАВА 1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

#### 1.1 Эффект гигантского магнитосопротивления

Эффект гигантского магнитного сопротивления был обнаружен в 1988 г. независимо друг от друга двумя научными коллективами под руководством Петера Грюнберга и Альберта Ферта [1,2]. За открытие эффекта ГМС они были в 2007 г. удостоены Нобелевской премии по физике. Эффект был назван гигантским, поскольку он на порядок превышал эффект анизотропного магнитосопротивления [10].

Впервые эффект ГМС был получен в трехслойной наноструктуре Fe/Cr/Fe и сверхрешетках Fe/Cr, приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии [1,2]. В таких структурах при определенной толщине немагнитной прослойки Cr ФМ слои Fe упорядочены антиферромагнитно, то есть ориентация намагниченности в ФМ слоях антипараллельна [11]. Если такую структуру поместить в достаточно сильное внешнее магнитное поле, чтобы преодолеть обменное взаимодействие между слоями Fe, то ориентация намагниченностей в слоях изменится на параллельную, вследствие чего электросопротивление структуры уменьшится. Величина эффекта ГМС описывается отношением:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{\rm ap} - R_{\rm p}}{R_{\rm p}},\tag{1.1}$$

где  $R_{ap}$  и  $R_p$  – сопротивление образца при антипараллельной и параллельной ориентации намагниченности в соседних слоях, соответственно.

Для описания магниторезистивных кривых используют отношение:

$$\frac{\Delta R(H)}{R} = \frac{R(0) - R(H)}{R(H)} , \qquad (1.2)$$

где R(0) и R(H) – сопротивление образца в нулевом поле и магнитном поле H, соответственно.

На Рисунке 1.1. показана полевая зависимость сопротивления сверхрешетки (Fe/Cr)<sub>n</sub> с различной толщиной прослойки хрома и числа пар бислоев (а) и трехслойной структуры Fe/Cr/Fe и однослойной плёнки Fe толщиной 25 нм (б). Видно, что при увеличении магнитного поля сопротивление структуры уменьшается и достигает минимума в поле насыщения  $H_s$ . Следовательно, эффект ГМС максимален, когда антипараллельная конфигурация намагниченности в соседних слоях изменяется на параллельную. Как следует из данных работы [2], при толщине хрома 0,9 нм, магнитосопротивление в сверхрешетке

(Fe/Cr)<sub>n</sub> составляет 20% при комнатной температуре. Для сравнения на Рисунке 1.1. б показан эффект анизотропного магнитосопротивления для однослойной пленки Fe толщиной 25 нм. Отметим, что поле насыщения в сверхрешетках составляет десятки кЭ.



Рисунок 1.1 – Полевая зависимость магнитосопротивления сверхрешетки (Fe/Cr)<sub>n</sub> (a); трехслойной структуры Fe/Cr/Fe и однослойной плёнки Fe толщиной 25 нм (б) [12]

Простейшая схема, объясняющая эффекта ГМС, показана на Рисунке 1.2. Структура состоит из двух ФМ слоев, разделенных немагнитной прослойкой толщиной несколько нм. Первый магнитный слой пропускает электроны только в одном спиновом состоянии, когда спин электрона параллелен локальной намагниченности. Если намагниченность во втором слое ориентирована параллельно, то электроны легко проникают через структуру – сопротивление мало. Если же намагниченность во втором слое направлена антипараллельно первому слою, то оба электрон-спиновых состояния оказываются в невыгодном положении и сопротивление будет высоким. Максимальное сопротивление наблюдается для антипараллельной ориентации намагниченности.



Рисунок 1.2 – Схема, поясняющая эффект ГМС. «Спин вверх» – электроны со спином параллельным локальной намагниченности. «Спин вниз» – электроны со спином антипараллельным локальной намагниченности

Источником ГМС является механизм различного рассеяния двух групп электронов, ориентацией направлению отличаюшихся спинов по отношению к локальной намагниченности, рассеивающей электроны магнитной структуры. Для реализации этого механизма необходимо, чтобы средние длины свободного пробега *l* существенно различались для электронов со спинами, направленными параллельно и антипараллельно локальной намагниченности. Такая ситуация наблюдается в 3d-ферромагнитных металлах, в которых вследствие обменного расщепления  $3d^+$ - и  $3d^-$ -зон возникают при  $E > E_F$  различия в плотности незанятых состояний, в которые рассеиваются электроны со спинами параллельными и антипараллельными локальной намагниченности, что и приводит к зависимости скорости рассеяния от направления спина электронов. В результате электроны со спинами параллельными локальной намагниченности слабо рассеиваются. Наоборот, электроны со спинами антипараллельными локальной намагниченности рассеиваются сильнее. Рассеивающими центрами для этих электронов являются магнитные неоднородности, дефекты кристаллической решетки, границы зерен [13].

Как показали дальнейшие исследования, эффект ГМС наблюдается не только в системе Fe/Cr и возникает, когда достаточно тонкие слои ((1-3нм) 3d переходных металлов (Fe, Co, Ni) разделены тонкими слоями переходного немагнитного металла (Cr, Cu, Ag, Au) [4,14-

16]. Так, например, в сверхрешетках (Co/Cu)<sub>n</sub>, приготовленных методом магнетронного напыления  $\frac{\Delta R}{R} = 65$  % при комнатной температуре [14].

Антипараллельная ориентация намагниченности может быть также получена в структурах с различной коэрцитивной силой ФМ слоев. При перемагничивании слоев с разной  $H_c$  будет существовать интервал полей, в котором будет наблюдаться антипараллельная ориентация намагниченности соседних слоев [17]. Например, в структуре типа NiFe/Cu/Co/Cu приложение малого внешнего магнитного поля приведет к антипараллельной конфигурации намагниченности, а приложение большего поля – к параллельной. Подобные системы характеризуются меньшими, по сравнению со сверхрешетками, полями насыщения, которые составляют сотни и десятки эрстед [18,19].

Эффект ГМС наблюдается в структурах типа «спиновый клапан». В таких структурах изменение ориентации намагниченности от антипаралельной к параллельной, а следовательно и изменение магнитосопротивления происходит в полях напряженностью в единицы и десятки эрстед [6]. Особенностью структур спиновый клапан является слабый гистерезис магнитосопротивления в области малых магнитных полей, который может быть уменьшен до десятых долей эрстеда и высокая чувствительность (1-3) %/Э к магнитному полю [20,21].

Исследования ГМС в многослойных структурах можно проводить в двух геометриях: продольной, то есть электрический ток пропускается вдоль плоскости слоёв (CIP – current in plane) и поперечной, то есть ток протекает перпендикулярно слоям (CPP – current perpendicular to plane). СРР-геометрия характеризуется большими величинами ГМС (более чем в два раза по сравнению с СIP), однако ее гораздо сложнее реализовать [22].

#### 1.2 Эффект однонаправленной анизотропии

#### 1.2.1 Открытие и применение эффекта однонаправленной анизотропии

Если материал, имеющий границу раздела  $\Phi$ М/А $\Phi$ , охладить в магнитном поле через температуру Нееля ( $T_N$ ) антиферромагнетика (с температурой Кюри  $T_C$  больше, чем  $T_N$ ), то в  $\Phi$ М образуется анизотропия (обменное смещение, обменный сдвиг) [22,23,25]. Обменный сдвиг – одно из явлений, связанных с обменной анизотропией, создаваемой на границе

раздела между ФМ и АФ материалами. Этот вид анизотропии был открыт в 1956 г. Майкледжоном и Бином [26].

Эффект обменного смещения наблюдали во многих различных системах, содержащих ФМ/АФ границы раздела, такие как малые частицы [22,26,27], негомогенные материалы [22,28], ФМ пленки на АФ монокристаллах [29,30] и тонкие пленки [28,31,32]. Помимо интерфейсов ФМ/АФ обменный сдвиг и связанные с ним эффекты наблюдали также в других типах границ раздела. Например, на границах ферримагнетиков с АФ [33] и с ФМ [34], а также на границах типа разбавленный магнитный полупроводник/АФ [35-38].

Эффект обменного сдвига проявляется в смещении петли магнитного гистерезиса системы  $\Phi$ M/A $\Phi$  из симметричного положения относительно H = 0 в сторону больших или меньших полей на величину  $H_{ex} = (H_1 + H_2)/2$  (Рисунок 1.3.).



Рисунок 1.3 – Петля магнитного гистерезиса бислоя Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> с эффектом обменного смещения [39]

Майкледжон и Бин обнаружили, что в образце, состоящем из наночастиц кобальта, петля гистерезиса при температуре ниже комнатной сдвигается вдоль оси поля после охлаждения в приложенном магнитном поле. Впоследствии было установлено, что частицы частично окислились до антиферромагнетика СоО. Таким образом, можно считать, что частицы состоят из ядра однодоменного Со с оболочкой из АФ СоО. Майкледжон и Бин описали, каким образом обменные взаимодействия через границу раздела между Со и СоО будут создавать смещенную петлю гистерезиса и другие проявления обменной анизотропии. [22,26].

На Рисунке 1.4 показаны петли гистерезиса при 77 К для структуры, состоящей из мелких частично окисленных частиц Со диаметром 10-100 нм. Сдвинутая петля (1) измерена после охлаждения в поле 10 кЭ; симметричная петля (2) была измерена после охлаждения в

нулевом поле. Майкледжон и Бин показали, что сдвиг петли эквивалентен энергии однонаправленной анизотропии в выражении для свободной энергии при T=0 К однодоменной сферической частицы с одноосной анизотропией, расположенной так, что ось легкого намагничивания совпадает с направлением поля H, которое приложено антипараллельно намагниченности насыщения частицы  $M_s$ , то есть, энергия однодоменной сферической частицы F равна:

$$F = HM_{\rm s}\cos\Theta - K_{\rm u}\cos\Theta - K\sin^2\Theta \tag{1.3}$$

где  $\Theta$  – угол между направлением легкого намагничивания и направлением намагниченности,  $K_u$  и  $K_1$  – константы однонаправленной и одноосной энергии анизотропии, соответственно. Решение этого уравнения легко выражается в терминах эффективного поля

$$H' = H - K_{\rm u}/M_{\rm s},\tag{1.4}$$

которое приводит к смещению петли гистерезиса на величину  $K_u/M_s$  по оси магнитного поля *H*. Таким образом, объяснение сдвига петли эквивалентно объяснению однонаправленной анизотропии.



Рисунок 1.4 – Петли магнитного гистерезиса частично окисленных частиц Со при 77 К [22,26]. Петля (1) после охлаждения образца в магнитном поле 10 кЭ. Петля (2) – охлаждение в нулевом поле

Практическое применение эффекта обменного смещения было предложено вскоре после его открытия. Например, поверхностно-модифицированные частицы, такие как окисленные наночастицы FeCo с увеличенной коэрцитивной силой используются в качестве магнитотвердых магнетиков [40]. Недавно было показано, что смешивание магнитного материала для постоянных магнитов (например SmCo<sub>5</sub>) с антиферромагнитным материалом улучшить, вследствие эффекта (например, NiO) позволяет обменного сдвига, магнитотвердые характеристики постоянных магнитов [41]. Порошковые наночастицы с обменным смещением применяются в устройствах носителей записи и магнитнорезонансной томографии [41]. Эффект обменного смещения используется в устройствах спинтроники типа «спиновый клапан», которые являются частью считывающих головок в жестких дисках [43,44], на их основе изготавливают магниторезистивную оперативную память [45,46] и различные типы магниторезистивных датчиков [7,47-49].

В настоящее время выполняются обширные экспериментальные и теоретические исследования, направленные на более полное и детальное изучения эффекта обменного смещения. Подробная информация об этих исследований отражена в обзорах [50-55].

Отметим, что однонаправленная анизотропия может быть получена не только охлаждением бислоя ФМ/АФ в магнитном поле, а также сдвиг петли гистерезиса формируется при напылении в магнитном поле антиферромагнитного слоя на ферромагнитный слой.

#### 1.2.2 Феноменологическая модель обменного смещения

Хотя ясное понимание обменного смещения на микроскопическом уровне пока отсутствует, простая феноменологическая модель может быть использована для объяснения сдвига петли гистерезиса. Смещение петли гистерезиса может быть качественно понятно в предположении обменного взаимодействия на границе раздела  $\Phi$ M/A $\Phi$ . На Рисунке 1.5 показано возникновение обменного смещения в бислое  $\Phi$ M/A $\Phi$ . Предполагается, что критические температуры  $\Phi$ M и A $\Phi$  должны удовлетворять условию:  $T_{\rm C}>T_{\rm N}$ , где  $T_{\rm C}$  и  $T_{\rm N}$  – температуры Кюри и Нееля для  $\Phi$ M и A $\Phi$ , соответственно.



Рисунок 1.5 – Модель, описывающая смещение петли гистерезиса бислоя ФМ/АФ [51]

Цифры 2-5 обозначают направление спинов в слоях на различных стадиях перемагничивания. Петля гистерезиса смещена в область отрицательных полей противоположно приложенному магнитному полю на величину *H*<sub>ex</sub>.

При приложении магнитного поля в области температур T<sub>N</sub><T<T<sub>C</sub>, ФМ спины выстраиваются по полю и ФМ магнитоупорядочен, в то время как АФ спины остаются направленными произвольно и антиферромагнитный слой находится в парамагнитном состоянии (Рисунок 1.5 стадия 1). Петля гистерезиса симметрична относительно оси магнитного поля. При охлаждении до *T*<*T*<sub>N</sub> в присутствии поля из-за взаимодействия на интерфейсе АФ спины, ближайшие к ФМ, выстраиваются ферромагнитно по отношению к ФМ, предполагая ферромагнитное взаимодействие. Другие спиновые плоскости в АФ следуют АФ упорядочению так, чтобы получилась нулевая суммарная намагниченность (Рисунок 1.5 стадия 2). Также предполагается, что и ФМ, и АФ находятся в однодоменном состоянии и остаются в нем в течение всего цикла перемагничивания. Когда поле меняет направление, ФМ спины начинают поворачиваться. Однако для достаточно большой АФ анизотропии АФ спины остаются неизменными (Рисунок 1.5 стадия 3). Следовательно, взаимодействие между ФМ-АФ спинами на границе раздела пытается выстроить ферромагнитно ФМ спины по АФ спинам на интерфейсе. Другими словами, АФ спины на границе раздела вызывают микроскопический момент кручения ФМ спинов, чтобы поддерживать их в начальном положении ферромагнитно расположенными на границе раздела (Рисунок 1.5 стадия 3). Следовательно, ФМ спины имеют некую единственную стабильную конфигурацию, т.е. анизотропия однонаправленная. Таким образом, поле, необходимое для полного поворота ФМ при взаимодействии с АФ должно быть больше. Однако, когда магнитное поле меняет направление (Рисунок 1.5. стадия 4), ФМ спины могут начать поворачиваться при меньших полях, что вызывается взаимодействием с АФ спинами, которые теперь вызывают момент кручения в том же направлении, что и поле (Рисунок 1.5. стадия 5). Материал ведет себя так, как будто имеется дополнительное внутреннее смещающее поле, и петля гистерезиса сдвигается по оси поля на величину обменного смещения. Однако, эта простая феноменологическая модель не объясняет экспериментально наблюдаемое увеличение коэрцитивной силы в бислое ФМ/АФ. Отметим, что в этой модели допускается, что спины АФ жестко фиксированы относительно направления магнитного поля при охлаждении в течение полного цикла перемагничивания.

# 1.2.3 Модель Майкледжона и Бина

Первая теоретическая модель для объяснения обменного смещения была предложена Майкледжоном и Бином (Модель М-Б) [22,27]. Эта модель была предложена для учета величины сдвига петли гистерезиса систем ФМ/АФ. Были сделаны следующие предположения: 1) ФМ находится в однодоменном состоянии и перемагничивается когерентным вращением намагниченности; 2) АФ имеет одноосную анизотропию в плоскости пленки, находится также в однодоменном состоянии и ориентация АФ спинов сохраняется во время поворота спинов ФМ; 3) граница раздела ФМ/АФ рассматривается атомно-гладкой и АФ спины в приграничном слое нескомпенсированы, то есть результирующая намагниченность первого слоя антиферромагнетика отлична от нуля; 4) обменное взаимодействие через  $\Phi$ М/АФ интерфейс характеризуется плотностью энергии обменного взаимодействия на границе раздела,  $J_{ex}$ .

В этой модели энергия на единицу площади системы с обменным сдвигом в предположении когерентного вращения намагниченности может быть записана как:

$$E = -HM_{\Phi M}t_{\Phi M}\cos(\theta - \beta) + K_{\Phi M}t_{\Phi M}\sin^2(\beta) + K_{A\Phi}t_{A\Phi}\sin^2(\alpha) - J_{ex}\cos(\beta - \alpha)$$
(1.5)

где H – приложенное поле,  $M_{\Phi M}$  – намагниченность насыщения  $\Phi M$ ,  $t_{\Phi M}$  – толщина  $\Phi M$ слоя,  $t_{A\Phi}$  – толщина  $A\Phi$  слоя,  $K_{\Phi M}$  – анизотропия  $\Phi M$  слоя,  $K_{A\Phi}$  – анизотропия  $A\Phi$  слоя и  $J_{ex}$ – константа взаимодействия на границе раздела (плотность граничной обменной энергии),  $\beta$ , α и θ – углы между намагниченностью и осью анизотропии ΦМ, намагниченностью АФ подрешетки и осью АФ анизотропии, приложенным полем и осью ФМ анизотропии (см. Рисунок 1.6). Отметим, что оси анизотропии АФ и ФМ обычно предполагаются лежащими в одном направлении (т.е. коллинеарными). Первый член в уравнении для энергии объясняет влияние приложенного поля на ФМ слой, второй член – влияние ФМ анизотропии, третий принимает в расчет АФ анизотропию и последний – учитывает взаимодействие на границе раздела.

В простейшем случае ФМ анизотропия предполагается незначительной (условие  $K_{\Phi M} \cdot t_{\Phi M} << K_{A\Phi} \cdot t_{A\Phi}$  часто выполняется экспериментально), таким образом,

$$E = -HM_{\Phi M}t_{\Phi M}\cos(\theta - \beta) + K_{A\Phi}t_{A\Phi}\sin^2(\alpha) - J_{ex}\cos(\beta - \alpha)$$
(1.6)

Минимизируя энергию относительно α и β, можно найти смещение петли

$$H_{ex} = J_{ex}/M_{\Phi M} t_{\Phi M} \tag{1.7}$$

Другой важный результат такой минимизации, что для наблюдения однонаправленной анизотропии требуется условие

$$K_{A\Phi}t_{A\Phi} \ge J_{ex} \tag{1.8}$$

Если  $K_{A\Phi}t_{A\Phi} >> J_{ex}$ , то система минимизирована при соблюдении условия:  $\alpha$  мало и не зависит от  $\beta$ . Однако, если  $J_{ex} >> K_{A\Phi}t_{A\Phi}$ , то энергетически более выгодно поддерживать малой разность ( $\beta$  -  $\alpha$ ), т.е.,  $A\Phi$  и  $\Phi$ M спины вращаются вместе, таким образом сдвига петли не будет, а только увеличится коэрцитивная сила.



Рисунок 1.6 – Схематическая диаграмма углов в системе с обменным смещением [53]. Оси ФМ и АФ анизотропии принимаются коллинеарными, и намагниченность АФ подрешетки  $M_{A\Phi}$  имеет два противоположных направления

Однако, во-первых, величина  $H_{ex}$  в тонкопленочных системах, предсказанная этой моделью на порядок больше, чем наблюдается экспериментально [53-58], хотя в некоторых случаях достигается хорошая согласованность [59-61]. Во-вторых, модель не учитывает множество параметров важных в обменном смещении, такие как домены в АФ и ФМ, шероховатость интерфейса или АФ спиновая структура. Кроме того, коэрцитивная сила одинакова для ФМ слоя с эффектом обменного смещения и без него, что не согласуется со многими экспериментами, в которых обычно  $H_c$  увеличивается [62-64].

В минувшие десятилетия были предложены несколько моделей и теорий для количественного и качественного описания механизма обменного смещения. Согласно классификации Коэхурна и Ногиеса, модели в зависимости от масштаба латеральной длины делятся на три категории: макроскопическая, мезоскопическая и микроскопическая. Детальное описание этих моделей изложено в обзорах [6,53]. Отметим недавнюю работу [65], в которой исследовались поликристаллические пленки АФ с размером зерна от 5 до 15 нм. Было доказано, что величина обменного смещения в поликристаллических пленках контролируется долей АФ слоя, который термически стабилен и упорядочен. Была достигнута отличная согласованность между экспериментально определенным распределением объема зерен и изменением обменного сдвига как с толщиной пленки, так и

с размером зерна. Это позволило согласовать теорию с экспериментом для многих исследованных систем, в частности объяснить изменения  $H_c$  и  $H_{ex}$  при изменении толщины пленки А $\Phi$ .

#### 1.2.4 Зависимость *H*<sub>ex</sub> от толщины

В данном параграфе представлены экспериментально определенные зависимости  $H_{\rm ex}$  от толщин ФМ и АФ слоев в тонкопленочных системах.

Для всех изученных систем наблюдалось, что обменный сдвиг приблизительно обратно пропорционален толщине ФМ слоев

$$H_{\rm ex} \propto 1/_{t_{\rm \Phi M}},\tag{1.9}$$

это указывает на то, что обменный сдвиг – эффект границы раздела [31,32,61,66-78].

На Рисунке 1.7 показаны зависимости  $H_{\rm ex}$  и  $H_{\rm c}$  от толщины слоя пермаллоя для бислоя Ni $_{80}$ Fe $_{20}$ /Fe $_{50}$ Mn $_{50}$ .

Соотношение (1.9) справедливо для довольно толстых ФМ слоев (несколько сотен нанометров [61,67-69,73,79-81]). Однако, если ФМ слой слишком тонкий, соотношение больше не действует [82], по-видимому, потому что ФМ слой получается прерывистым. Толщина, при которой это происходит (обычно несколько нм), меняется от системы к системе и зависит от микроструктуры и условий роста ФМ слоя [31,70,72,75,83-85].



Рисунок 1.7 – Зависимость  $H_{ex}$  (черные кружки) и  $H_c$  (светлые кружки) от толщины ФМ слоя для Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> при фиксированном  $t_{A\Phi} = 50$  нм [78]

Зависимость  $H_{ex}$  от толщины АФ более сложная. Основная тенденция заключается в том, что для толстых АФ слоев, например, более 20 нм,  $H_{ex}$  не зависит от толщины АФ слоя. Когда толщина АФ слоя уменьшается,  $H_{ex}$  уменьшается резко до тех пор, пока для достаточно тонких АФ слоев (обычно несколько нм) не становится равной нулю, как показано на Рисунке 1.8. Точная толщина, при которой имеют место различные стадии этого процесса, зависит от специфики системы, ее микроструктуры и температуры измерений [31,73,75,84,86].

Уменьшение  $H_{ex}$  для достаточно тонких АФ слоев вызвано несколькими связанными факторами. Как показано в модели М-Б, обменный сдвиг требует соблюдения условия  $K_{A\Phi}$  $t_{A\Phi} \ge J_{ex}$ . Таким образом, при уменьшении  $t_{A\Phi}$  это условие не выполняется. Кроме того, доменная структура АФ может также влиять на  $H_{ex}$ , если толщина получается сравнимой с размером АФ доменной стенки. Наконец, уменьшение толщины АФ слоя может изменить размер зерна АФ, который, в свою очередь, влияет на критическую толщину, при которой  $H_{ex} = 0$ . Отметим, что в некоторых случаях наблюдается уменьшение  $H_{ex}$  для большой толщины АФ после выравнивания  $H_{ex}$  [31,65,73]. Вероятно, такое поведение обусловлено микроструктурными изменениями в АФ слое с толщиной, например, один тип фазы или ориентация больше уже не стабильны выше определенной толщины.



Рисунок 1.8 – Зависимость  $H_{ex}$  (квадраты) и  $H_c$  (треугольники) от толщины А $\Phi$  слоя для Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> при фиксированной толщине Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>,  $t_{NiFe} = 50$  нм [31]

#### 1.2.5 Температура блокировки

Обменный сдвиг исчезает выше температуры, часто называемой температурой блокировки. Температурой блокировки  $T_b$  – это температура, при которой разрушается обменное взаимодействие на интерфейсе ФМ/АФ и обменный сдвиг,  $H_{ex}$  равен нулю. В некоторых случаях  $T_b$  много меньше, чем объемная  $T_N$ , однако в других случаях  $T_b \approx T_N$ . Происхождение этого эффекта, очевидно, связано, по крайней мере отчасти, с размером зерна и с толщиной АФ слоя через конечные размерные эффекты [87]. Другими словами, если размер зерна (или толщина слоя) меньше (тоньше), чем зависящий от системы критический размер АФ, температура Нееля АФ существенно снижается. Это предположение, очевидно, подтверждается тем фактом, что системы на основе монокристаллического АФ и толстых АФ пленок с большими зернами имеют тенденцию к равенству  $T_b$  и  $T_N$  [61,88,89], в то время как поликристаллические и системы с очень тонкими пленками имеют  $T_b < T_N$  [82,88,90,91].

Другие размерные эффекты вызваны тем, что анизотропия в АФ зависит от его размеров и что условие (1.8) должно выполняться. Если предположить, что АФ анизотропия

уменьшается при уменьшении его размеров, то можно ожидать уменьшения  $T_{\rm b}$ . Уменьшение анизотропии предполагает меньший обменный сдвиг и, как следствие,  $T_{\rm b} < T_{\rm N}$ .

#### 1.2.6 Материалы для обменного смещения

Для сравнения различных систем, независимо от ферромагнитного материала и его толщины, величина обменного смещения выражается как энергия поверхности раздела на единицу площади интерфейса. Для бислоев ФМ/АФ поверхностная плотность обменной энергии выражается:

$$J_{ex} = H_{ex} M_{\Phi M} t_{\Phi M} , \qquad (1.10)$$

где *M*<sub>ФМ</sub> – намагниченность насыщения ферромагнетика, *t*<sub>ФМ</sub> - толщина ФМ, *H*<sub>ex</sub> – сдвиг петли гистерезиса (поле смещения).

Тонкопленочные материалы с эффектом обменного смещения являются наиболее широко изученным типом систем. В этих системах граница раздела может хорошо контролироваться и характеризоваться [31,61]. Среди слоистых систем наиболее часто исследуются АФ/ФМ границы раздела, однако, изучались также и родственные системы, содержащие ферримагнетик (ферри), такие как ферри/ФМ [34], АФ/ферри [33], ферри/ферри [92]. Пленки с интерфейсом АФ/ФМ можно разделить на три основные категории в зависимости от используемого АФ: оксидные, металлические и другие.

Большинство ранних работ по обменному сдвигу в тонких пленках проводились на окисленных пленках переходных металлов Co-CoO [32,66,71], Ni-NiO [79,93,94], Fe-FeO [72,95] или окисленном Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> [67,96].

Окисленные пленки Со проявляют довольно большой обменный сдвиг [66,71,97], в то время как окисленные Ni и Fe пленки обычно показывают меньший сдвиг петли гистерезиса [73,95] Однако такого рода образцы трудно сравнивать. Хотя оксидные слои могут быть измерены достаточно точно, пленка может иметь тенденцию к окислению через границы зерен, увеличивая таким образом поверхность границы раздела. Более того, оксид обычно поликристалличен и иногда многофазен [32]. Однако, как можно видеть из Таблицы 1, окисленные Со пленки - это системы, проявляющие наибольшую энергию границы раздела  $J_{ex} = 3,5$  эрг/см<sup>2</sup> при 10 К [97].

Фактически, все металлические АФ материалы, исследованные на предмет обменного смещения, это сплавы Mn. Одна из самых изученных АФ систем среди пленок с обменным сдвигом –  $Fe_{50}Mn_{50}$ . Она стала основой для большинства спиновых клапанов с эффектом ГМС [14]. Антиферромагнетик  $Ni_xMn_x$  [6,84,98] вызывает интерес, так как его  $T_N$  существенно выше комнатной температуры, и он имеет более высокую коррозионную

стойкость, по сравнению с Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> [99]. Отметим, что перспективные применения спиновых клапанов побудило исследования новых металлических A $\Phi$  с высокой  $T_N$  и хорошими коррозионными свойствами, таких как Cr<sub>x</sub>Mn<sub>y</sub>M<sub>1-x-y</sub>, где M = Pt, Rh, Cu, Pd, Ir, Ni, Co, Ti, а также Pd<sub>x</sub>Pt<sub>y</sub>Mn<sub>1-x-y</sub>, Co<sub>x</sub>Mn<sub>x</sub>, Fe<sub>x</sub>Mn<sub>y</sub>Rh<sub>1-x-y</sub> или Cr<sub>x</sub>Al<sub>1-x</sub>. Более того, исследуются и другие A $\Phi$  системы, такие как чистый Cr или Mn [53].

Другие неметаллические или неоксидные системы, проявляющие обменный сдвиг, включают сульфиды, флюориды и нитриды [53]. Первой среди них обнаружена система FeS [100,101]. Ее изучение проводилось после сульфидирования поверхности Fe пленки. Как и в случае с оксидными пленками, полученные результаты сложно сравнивать с результатами исследования других систем, т.к. неясны детали структуры. Также детально были изучены FeF<sub>2</sub> [61, 102] и MnF<sub>2</sub> [53]. Еще одной системой, интересной для исследования вследствие своей высокой  $T_b$  и коррозионной стойкости, является CrN [103].

Ферримагнетики, вследствие своей магнитной структуры, в бислоях могут быть как в качестве АФ, так и ФМ. Системы ФМ/ферри (Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>/TbCo [34,86], Fe<sub>20</sub>Ni<sub>80</sub>/DyCo [69], Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/TbFe [104] и Fe/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [105]) или ферри/АФ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CoO [33,88,106] и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO [106,107]) могут проявлять большой обменный сдвиг. Наиболее известная система Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-CoO (ферри/АФ) имеет наибольший обменный сдвиг из имеющихся двухслойных систем (исключая окисленные пленки Co) с  $J_{ex} = 2,2$  эрг/см<sup>2</sup> при 10 K [33].

В Таблице 1 представлены используемые для обменного смещения материалы, их температуры блокировки и Нееля и значения поверхностной плотности энергии обменного взаимодействия J<sub>ex.</sub>

Таблица 1 – Температуры блокировки, Нееля и поверхностная плотность энергии обменного взаимодействия некоторых исследованных материалов, используемых для обменного смещения. Значения *J*<sub>ex</sub> даны при комнатной температуре, если не указано другое [53]

| Материал  | T <sub>b</sub> , °C | $T_{\rm N}$ , °C | $J_{ m ex}$ , эрг/см $^2$ |
|---|---------------------|------------------|---------------------------|
| NiO   | 190                 | 252              | 0,04-0,12                 |
| CoO (10 K)  | от -73 до 17        | 17               | 0,40-3,50                 |
| Co <sub>x</sub> Ni <sub>1-x</sub> O                 | 120-160             | -                | 0,04-0,06                 |
| FeO(10 K)   | -173                | 73               | 0,05-0,10                 |
| a-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                    | 170-350             | 677              | 0,003-0,07                |
| Fe <sub>x</sub> Ni <sub>1-x</sub> O(77 K)           | от -233 до -73      | от -73 до        | 0,02-0,08                 |
|   |                     | 250              |                           |
| Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                      | -                   | 37               | 0,003                     |
| $Fe_{50}Mn_{50}$                                    | 110-190             | 230              | 0,01-0,19                 |
| Ni <sub>50</sub> Mn <sub>50</sub>                   | 240-400             | 800              | 0,10-0,46                 |
| Ni <sub>25</sub> Mn <sub>75</sub>                   | 150                 | -                | 0,07                      |
| Fe <sub>x</sub> Ni <sub>y</sub> Mn <sub>1-x-y</sub> | 200-350             | -                | 0,03-0,16                 |
| FeMnRh  | 150                 | -                | 0,05                      |
| Co <sub>x</sub> Mn <sub>1-x</sub>                   | -                   | -                | 0,14                      |
| α-Mn (5 K)  | -223                | -183             | 0,08-0,2                  |
| Cr(4 K)   | -140                | 37               | 0,002                     |
| Cr <sub>1-x</sub> Mn <sub>x</sub>                   | 170                 | -                | 0,02                      |
| $Cr_{x}Mn_{y}Pt_{1-x-y}$                            | 330                 | -                | 0,08-0,35                 |
| Cr <sub>x</sub> Mn <sub>y</sub> Cu <sub>1-x-y</sub> | 300                 | -                | 0,04-0,05                 |
| Cr <sub>x</sub> Mn <sub>y</sub> Ir <sub>1-x-y</sub> | 270                 | -                | 0,04                      |
| Cr <sub>x</sub> Mn <sub>y</sub> Ni <sub>1-x-y</sub> | -                   | -                | 0,03                      |
| Pt <sub>x</sub> Mn <sub>1-x</sub>                   | 130-380             | 210-700          | 0,02-0,32                 |
| Ir <sub>x</sub> Mn <sub>1-x</sub>                   | 130-290             | 420              | 0,01-0,19                 |
| Cr <sub>x</sub> Al <sub>1-x</sub>                   | 270                 | 630              | 0,01-0,04                 |
| FeS   | 260                 | 340              | 0,11                      |
| FeF <sub>2</sub>                                    | -195                | -195             | 0,5-1,3                   |
| MnF <sub>2</sub>                                    | -206                | -206             | 0,05-0,10                 |
| CrN   | -73                 | -13              | 0,3-0,4                   |
| TbCo  | 140-170             | -                | 0,08-0,70                 |
| TbFe  | 140                 | -                | 0,08                      |

#### 1.3 Спиновый клапан

В 1991 году Дени предложил новый тип наноструктуры – спиновый клапан [5]. Для спиновых клапанов характерно изменение электрического сопротивления в магнитных полях напряженностью несколько эрстед. Спиновые клапаны характеризуются большой величиной магнитосопротивления (5-15) % и высокой чувствительностью (1-5) %/Э [6]. Это позволяет использовать спиновые клапаны в качестве материала для целого ряда практических приложений [3,7]. В спиновом клапане, в отличие от сверхрешеток, антипараллельная ориентация намагниченности в слоях достигается с помощью эффекта обменного смещения, возникающего на интерфейсе ФМ/АФ. В простейшем случае спиновый клапан состоит из двух ферромагнитных слоев, разделенных немагнитной прослойкой, и антиферромагнитного слоя. При этом в одном из ФМ слоев, связанном с АФ слоем, формируется однонаправленная анизотропия, и его перемагничивание происходит в относительно высоких магнитных полях – десятки и сотни эрстед. Намагниченность же второго ФМ слоя свободна, и он перемагничивается в малых полях (единицы эрстед). Следовательно, изменение ориентации намагниченностей с параллельной на антипараллельную может происходить в малых полях, что приводит к высокой чувствительности данного типа структур. Отметим, что немагнитный слой в спиновом клапане должен быть достаточно толстым, чтобы минимизировать обменное взаимодействие между ферромагнитными слоями. К важным характеристикам, определяющим эффективную работу спиновых клапанов, относятся оптимальное значение  $H_{\rm ex}$  и высокое значение температуры блокировки T<sub>b</sub> – критической температуры, при которой величина H<sub>ex</sub> для бислоя ФМ-АФ становится равной нулю [6].

На Рисунке 1.9 показаны структура и составляющие слои трех типов спиновых клапанов: спиновый клапан с верхним расположением АФ слоя (а), с нижним расположением АФ слоя (b), двойной или симметричный спиновый клапан (c).

Структуры (a) и (b) называют также «простой спиновый клапан». В них два ФМ слоя разделены немагнитным и АФ слой контактирует с одним из ФМ слоев. Намагниченность этого ФМ слоя, называемого закрепленным или пиннингованным ( $F_p$ ), зафиксирована в определенном направлении из-за обменного взаимодействия с АФ слоем, называемым закрепляющим или пиннингующим (AF), и в ФМ слое образуется однонаправленная анизотропия. Направление пиннинга для спиновых клапанов с верхним расположением АФ слоя определяется ориентацией магнитного поля при напылении АФ слоя на ФМ слой или охлаждением в магнитном поле. Для клапанов с нижним расположением – только при охлаждении в магнитном поле выше  $T_b$ . В качестве АФ часто используют сплавы и соединения, содержащие марганец, например, FeMn или антиферромагнитные окислы, такие

как NiO. Пиннингованный слой обычно состоит из сплава  $Co_{90}Fe_{10}$  [6]. Другой слой ФМ, называемый свободный слой ( $F_f$ ), – как правило, магнитомягкий, например, пермаллой. В качестве немагнитного материала (NM) используют медь. ГЦК сплавы системы Ni-Fe-Co, используемые в качестве свободного и пиннингованного слоя имеют близкие параметры кристаллической решетки по сравнению с медью, в отличие от серебра и золота, поэтому рост слоев в спиновом клапане происходит с малым количеством дефектов кристаллической структуры, и как результат возрастает длина свободного пробега электронов. Поэтому спиновые клапаны, в которых в качестве немагнитного слоя используются медь, обладают большим магниторезистивным эффектом, по сравнению с клапанами, включающими немагнитные слои из серебра или золота [6].

Буферный слой часто используют для формирования необходимой микроструктуры спинового клапана с определенным размером зерна, кристаллографической структуры и для формирования гладких интерфейсов. Верхний защитный слой служит для защиты структуры от окисления.



Рисунок 1.9 – Структура и основные слои разных типов спиновых клапанов [6]:

- (а) клапан с верхним расположением антиферромагнитного слоя;
- (b) клапан с нижним расположением антиферромагнитного слоя;
- (с) двойной или симметричный спиновый клапан
- *F*<sub>f</sub> и *F*<sub>p</sub> свободный и закрепленный (пиннингованый) ферромагнитные слои;
- NM немагнитный слой;
- AF антиферромагнитный закрепляющий (пинниингующий) слой

Рисунке 1.10 Ha показаны петля гистерезиса полевая И зависимость магнитосопротивления спинового клапана. Направление пиннинга противоположно положительному направлению магнитного поля. Петля магнитного гистерезиса состоит из двух петель, соответствующих перемагничиванию свободного слоя в малых полях и закрепленного слоя в больших полях. При приложении сильного магнитного поля намагниченности свободного и пиннингованного слоев сонаправлены, при этом сопротивление клапана мало. В слабом магнитном поле вблизи поля межслоевого взаимодейстивия *H*<sub>in</sub> начинается перемагничивание свободного слоя, в то время как ориентация намагниченности пиннингованного слоя остается неизменной. При этом намагниченности слоев антипараллельны, вследствие чего происходит рост сопротивления структуры. Перемагничивание пиннингованного слоя начинается в магнитном поле, близком к Hex. В этом случае антипаралельная ориентация намагниченностей сменяется на параллельную и сопротивление структуры уменьшается. Поле H<sub>in</sub> характеризует взаимодействие ФМ слоев. В данной геометрии в отсутствии внешнего магнитного поля, если  $H_{in}$  положительно, то ФМ слои упорядочены ферромагнитно, наоборот, если  $H_{in} < 0$ , то упорядочение – антиферромагнитное.



Рисунок 1.10 – Петля магнитного гистерезиса (а) и магнитосопротивления (b) спинового клапана [108]. Парные стрелки показывают направление намагниченности свободного (нижняя стрелка) и пиннингованного (верхняя стрелка) слоев.  $H_{c1}^{FL} - H_{c2}^{FL}$ ,  $H_{c1}^{PL} - H_{c2}^{PL}$  - коэрцитивные силы свободного и пиннигованного слоя, соответственно,  $H_{in}$  – поле межслоевого взаимодействия,  $H_{ex}$  – поле обменного смещения

Отметим, что при перемагничивании ФМ слоев наблюдается гистерезис намагниченности и, как следствие, магнитосопротивления. Интервал полей от  $H_{in}$  до  $H_{ex}$  и гистерезис магнитосопротивления свободного слоя – важные характеристики спинового клапана, позволяющие использовать его в устройствах, например, для создания элементов памяти, где два магнитных состояния свободного слоя соответствуют цифровому «0» и «1».

#### 1.3.1 Используемые в спиновых клапанах антиферромагнетики

Эффективная работа спиновых клапанов определяется прежде всего оптимальным значением *H*<sub>ex</sub>. Важным для работы клапана является также высокое значение температуры блокировки ( $T_b$ ) и малое отношение  $H_c/H_{ex} < 1$ . Термическая стабильность эксплуатационных характеристик и коррозионная стойкость изделия также имеют существенное значение для работы клапана. Для повышения температурной стабильности спиновых клапанов необходимо использовать антиферромагнетики с температурой Нееля значительно превышающую комнатную температуру. Необходимость повышения термостабильности обуславливается требованием к эксплуатационным характеристикам изделий. приготовленных на основе спиновых клапанов. Также ограничения накладывают технологические процессы изготовления сенсоров, например, методы литографии. Поэтому не все материалы, указанные в Таблице 1, могут использоваться в качестве закрепляющего слоя в клапанах. В основном, применяют металлические антиферромагнитные сплавы, включающие марганец: FeMn, IrMn, Rh-RuMn, CrMnPt, NiMn, PtMn, PtPdMn и некоторые AΦ оксиды, такие как NiO или α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В Таблице 2 представлены часто применяемые в спиновых клапанах антиферромагнетики и их характеристики (отношение  $H_0/H_{ex}$ , коррозионная стойкость, минимальная толщина АФ слоя, необходимая для возникновения смещения петли гистерезиса пиннингованного слоя и режимы термомагнитной обработки для получения обменного смещения). Значения плотности обменной энергии (J<sub>ex</sub>), температур блокировки и Нееля указаны в Таблице 1.

Таблица 2 – Отношение *H*<sub>c</sub>/*H*<sub>ex</sub>, коррозионная стойкость, минимальная толщина АФ слоя и режимы термомагнитной обработки для некоторых антиферромагнитных материалов, используемых в спиновых клапанах [6]

| Антиферромагнетик                        | $H_{\rm c}/H_{\rm ex}$ | Коррозионная<br>стойкость | Минимальная<br>толщина АФ, нм | Типичный режим<br>термомагнитной<br>обработки, час/°С |
|--|------------------------|---------------------------|-------------------------------|---|
| $\mathrm{Fe}_{50}\mathrm{Mn}_{50}$       | 0,1-0,5                | низкая                    | 8                             | _   |
| $Ir_{20}Mn_{80}$                         | 0,1-0,5                | средняя                   | 6                             | _   |
| $Cr_{0,46}Mn_{0,46}Pt_{0,08}$            | 0,1                    | средняя                   | 25                            | 2/230   |
| Ni <sub>50</sub> Mn <sub>50</sub>        | 0,5-0,8                | хорошая                   | 25                            | 10-40/280   |
| PtMn                                     | 0,4-1,0                | хорошая                   | 14                            | 5-20/260  |
| $Pd_{0,6}Pt_{0,4}Mn$                     | 0,5                    | хорошая                   | 20-40                         | 10/250  |
| NiO                                      | 0,2-0,9                | наилучшая                 | 30                            | _   |
| $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | >1                     | наилучшая                 | >50                           | _   |

Отметим, что клапаны на основе NiMn, PtMn и Pd<sub>0,6</sub>Pt<sub>0,4</sub>Mn всегда подвергаются процедуре отжига [6].

Наиболее простым в изготовлении из указанных антиферромагнитных материалов является ГЦК сплав  $Fe_{50}Mn_{50}$ , который характеризуется средней температурой блокировки  $T_b$ = (110-190) °C, достаточно высоким полем смещения, малым H<sub>c</sub>/H<sub>ex</sub>, но низкой коррозионной стойкостью. Другой сплав Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> в упорядоченном состоянии имеет более высокую температуру блокировки T<sub>b</sub> = (240-400) °C, лучшую коррозионную стойкость и более высокое значение *H*<sub>ex</sub> по сравнению с Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Однако, для упорядочения сплава NiMn необходим продолжительный отжиг при температурах (250-280) °С. Проводимая термообработка может значительно ухудшить их магниторезистивные характеристики, что усложняет технологический процесс получения спиновых клапанов. Кроме того, данный сплав характеризуется высоким  $H_{c}/H_{ex}$  [6]. Можно предположить, что в системе трехкомпонентных сплавов Ni-Fe-Mn есть композиции, для которых указанные недостатки бинарных сплавов Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> будут выражены в меньшей мере и возможно создать на базе тройных сплавов Ni-Fe-Mn материалы, обладающие необходимым комплексом свойств для спиновых клапанов. На Рисунке 1.11 показана магнитная фазовая диаграмма тройной металлической системы Ni-Fe-Mn. Температуры Нееля и Кюри для тройных составов обозначены в Кельвинах. Закрашенная область соответствует упорядоченной фазе NiMn. Согласно этой диаграмме, неупорядоченные твердые растворы в системе Ni-Fe-Mn с определенной концентрацией компонент антиферромагнитны при температурах выше комнатной. Следовательно, в бислоях, состоящих из ферромагнетика и неупорядоченных антиферромагнетиков типа Ni-Fe-Mn, можно ожидать возникновения однонаправленной анизотропии. Отметим, что литературе отсутствуют данные о возможности использования тройных сплавов Ni-Fe-Mn в качестве пиннингующего слоя в многослойных структурах.



Рисунок 1.11 – Магнитная фазовая диаграмма металлической системы Ni-Fe-Mn [8]. Жирная линия обозначает состав Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> и Mn. Закрашенная область соответствует упорядоченной фазе NiMn

Кроме того, в системе Ni-Fe-Mn возможно образование упорядоченной антиферромагнитной фазы с высокой температурой блокировки. В частности, при отжиге бислоев пермаллой/сплав, содержащий марганец, возможно образование упорядоченного антиферромагнитного соединения NiFeMn. В подобных бислоях, прошедших особую термомагнитную обработку, температура блокировки может составлять 330 °C [9], что заметно выше температуры Нееля неупорядоченного твердого раствора в системе Ni-Fe-Mn. Поэтому данная фаза представляется весьма перспективной для использования в спиновых клапанах. Однако, на данный момент условия и механизм ее образования не понятны.

Бислои типа пермаллой/марганец впервые изучались в работах [9,109]. В этих работах появление однонаправленной анизотропии фиксировалось при температурах отжига, начиная с 300 °C. В более поздней работе [110] слой, полученный с помощью отжига бислоя марганец/пермаллой, использовался в качестве закрепляющего слоя в спиновом клапане. Полученная при этом величина магнитосопротивления составляла 1 %. Однако, во всех этих

работах величина  $H_{ex}$  не превышала 30 Э и была того же порядка, что и коэрцитивная сила. Появление однонаправленной анизотропии в работах [9,109] объяснялось образованием сплошного антиферромагнитного слоя NiFeMn на границе раздела между пермаллоем и марганцем.

В работе [111] появление однонаправленной анизотропии в бислоях пермаллой/марганец фиксировалось после отжига в магнитном поле при 240 °C. Максимальная величина поля смещения составляла 290 Э при температуре отжига 300 °C в течение 4 ч. После такой обработки отношение  $H_c/H_{ex} = 0.9$ , что достаточно высоко. Авторы этой работы появление однонаправленной анизотропии также связывали с образованием антиферромагнитного слоя NiFeMn на межслойной границе.

Существенно иной механизм образования однонаправленной анизотропии был предложен в работе [112]. Согласно этой работе, появление однонаправленной анизотропии связано с диффузией марганца по границам зерен пермаллоя и образованием на них антиферромагнитной фазы, обволакивающей зерна пермаллоя. В этой работе  $H_c$  всегда была больше  $H_{ex}$ , независимо от режима термомагнитной обработки.

Отметим, что в настоящее время имеются проблемы, связанные с условиями и механизмом образования упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn, и отсутствуют данные о температурном и концентрационном диапазоне ее стабильности. В работах [113,114] данную фазу пытались получить путем отжига тонких пленок состава (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-</sub>  $_x$ Mn<sub>x</sub> при концентрации марганца в диапазоне (5–60) ат. %. Однако, при отжиге происходило фазовое расслоение на пермаллой и марганец.

#### 1.4 Постановка задачи исследования

Из приведённого выше обзора литературы следует, что в настоящее время исследователи проявляют повышенный интерес к многослойным плёночным структурам. Так, эффект ГМС нашел применение в наноструктурах типа «спиновый клапан», которые подходят для реализации множества технических приложений. В настоящее время материалов эффектом обменного смещения, исследовано множество с однако антиферромагнитных материалов, применяемых в спиновых клапанах относительно немного. АФ материалы должны удовлетворять множеству требований. Поэтому создание новых АФ материалов и исследование их характеристик актуально до сих пор. В литературе практически отсутствуют сведения о комплексном изучении тонкопленочных структур из тройных сплавов Ni-Fe-Mn, причем также не рассматривается их применение в качестве закрепляющих слоев в спиновых клапанах.

Поэтому В настоящей работе поставлена задача определения механизмов  $\Phi M/A\Phi$ формирования обменного взаимодействия В наноструктурах с антиферромагнитными тройными сплавами Ni-Fe-Mn для выяснения возможности их использования в качестве закрепляющих слоев в спиновых клапанах. Установления связи между структурой и магнитными и магниторезистивными свойствами наноструктур в зависимости от состава антиферромагнитного слоя, толщин и порядка нанесения ФМ и АФ слоев, используемого типа подложки, термомагнитной обработки. А также разработка методики и определение параметров, необходимых для получения АФ фазы с высокой температурой блокировки, позволяющей создавать спиновые клапаны с высокой термостабильностью И улучшенными магнитными И магниторезистивными характеристиками.
## ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ 2.1 Материалы

В работе исследованы:

– массивный сплав  $(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}$  и однослойные пленки стекло/ $(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}/Ta$ , стекло/ $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Mn_{40}/Ta$ , приготовленные методом магнетронного напыления. На данной серии образцов была проведена термомагнитная обработка в интервале температур (300–500) °C;

– бислои, приготовленные магнетронным напылением, с общей структурной формулой: подложка/буферный слой/ФМ/АФ/защитный слой. В качестве подложки использовали Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и стекло. В качестве буферного и защитного слоев использовался тантал. ФМ слой – пермаллой. В качестве АФ – сплавы (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>, (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>, (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>, Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>;

многослойные структуры типа «спиновый клапан», приготовленные магнетронным напылением, с общей структурной формулой: стекло/Ta/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/Cu/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/AΦ/Ta. AΦ – сплавы (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>; Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>;

бислои марганец/пермаллой, приготовленные электронно-лучевым напылением на подложки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и стекло;

многослойные структуры, состоящие из упорядоченной AΦ фазы NiFeMn, полученной в результате термомагнитной обработки бислоев марганец/пермаллой: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/Ta, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/Ta.

## 2.2 Методики приготовления образцов

Исследованные образцы были приготовлены методами магнетронного (ионноплазменного) и электронно-лучевого напыления.

## 2.2.1 Магнетронное напыление и определение толщины приготовленных пленок

Магнетронное напыление проводилось с помощью напылительной системы MPS-4000-C6 (Ulvac) на подложки из монокристаллического сапфира (1012) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и стекла (Corning). Общий вид установки для напыления показан на Рисунке 2.1.

Установка состоит из трех вакуумных камер: 1) камера загрузки с радиочастотным магнетроном, предназначенным для очистки поверхности подложек методом обратного распыления; 2) камера напыления диэлектриков, 3) камера напыления металлов, которая

содержит шесть магнетронных источников на постоянном токе. Базовое давление остаточных газов в камере напыления металлов составляет (2 – 4)×10<sup>-7</sup> Па. Напыление производится в атмосфере особо чистого аргона. Для обеспечения однородной толщины по всей площади пленки подложка вращается при напылении.

Определение скорости напыления каждого материала производилось с помощью оптического профилометра Zygo NewView 7300 по известному времени напыления и измеренной на профилометре высоте «ступеньки». Для получения пленок необходимой толщины по измеренной скорости определялось необходимое время напыления. Скорости напыления используемых материалов приведены в Таблице 3.

Процесс приготовления наноструктур контролировался специальной компьютерной программой, в которой задаются и контролируются последовательность напыления слоев, время напыления каждого слоя, время запуска в камеру газообразного аргона, мощность магнетронов, давление аргона, температура подложки и скорость ее вращения. В процессе напыления для создания однонаправленной анизотропии было приложено магнитное поле, создаваемое с помощью постоянных магнитов.



Рисунок. 2.1 – Высоковакуумная магнетронная напылительная система MPS-4000-C6.

Напыление производилось при следующих технологических параметрах:

- мощность магнетронов – 100 Bт;

- давление аргона – 0,1 Па;

- чистота аргона 99,9998 %;
- частота вращения подложки 10 об./мин.;
- напряженность магнитного поля приложенного в плоскости подложки 110 Э;
- температура подложки во время напыления  $(23 \pm 2)$  °C;
- остаточное давление газов в камере напыления перед запуском аргона  $3 \times 10^{-7}$  Па.

В качестве мишеней использовались следующие материалы и сплавы: Ta, Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>, Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>, Cu, (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>, (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>, (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>, (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>, Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>.

Таблица 3 – Скорости напыления материалов при мощности магнетронов 100 Вт и давлении аргона 0,1 Па

| Напыляемый материал               | Скорость напыления, | Скорость напыления, нм/с |
|-----------------------------------|---------------------|--------------------------|
|                                   | нм/мин              |                          |
| Та                                | 2,8                 | 0,046                    |
| Ni <sub>80</sub> Fe <sub>20</sub> | 3,1                 | 0,052                    |
| $Co_{90}Fe_{10}$                  | 2,7                 | 0,045                    |
| Cu                                | 7,0                 | 0,117                    |
| $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Mn_{40}$    | 4,0                 | 0,067                    |
| $(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}$    | 4,4                 | 0,073                    |
| $(Ni_{70}Fe_{30})_{30}Mn_{70}$    | 4,2                 | 0,70                     |
| $(Ni_{70}Fe_{30})_{20}Mn_{80}$    | 3,7                 | 0,062                    |
| $Fe_{50}Mn_{50}$                  | 3,7                 | 0,062                    |

## 2.2.2 Электронно-лучевое напыление

Электронно-лучевое напыление выполнялось на установке Varian. Общий вид установки показан на Рисунке 2.2. Камера загрузки содержит 4 испарителя, что позволяет напылять последовательно 4 материала без разгерметизации вакуумной камеры. Приготовление пленок производилось при давлении 10<sup>-5</sup> Па после предварительного прогрева подложки при температуре 250 °C в течение 1 часа. Скорость осаждения материалов контролировалась при помощи встроенного кварцевого толщиномера. Скорость напыления материалов составляла (5–10) нм/мин.



Рисунок 2.2 – Высоковакуумная установка электронно-лучевого напыления Varian

## 2.2.3 Подготовка подложек

Очистка поверхности стеклянных и сапфировых подложек проводилась следующим образом:

- промывка в ацетоне в ультразвуковой ванне при температуре 40 °C в течение – 10 мин;

- очистка струей этилового спирта с последующей протиркой поверхности подложки безворсовой салфеткой.

Последняя операция применялась непосредственно перед установкой подложки в установки магнетронного и электронно-лучевого напыления. После откачки камеры загрузки магнетрона до давления  $P = 6 \times 10^{-5}$  Па поверхность подложки очищалась методом обратного распыления с помощью магнетрона переменного тока в камере загрузки в течение 4 минут.

## 2.2.4 Ионное травление и определение толщины удаляемого слоя

Травление образцов, предназначенное для удаления поверхностного слоя, выполнялось на установке реактивного ионно-плазменного травления PlasmaPro NGP 80 RIE Oxford Instruments, изображенной на Рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – Установка реактивного ионно-плазменного травления PlasmaPro NGP 80 RIE

Реактивное ионное-плазменное травление является разновидностью сухого травления, в которой существенной составляющей процесса является ионная бомбардировка поверхности материала. Стандартной конфигурацией реактивного ионно-плазменного травления для приложений микроэлектронных технологий является емкостной высокочастотный разряд между параллельными электродами. Подложка размещается на электроде, к которому подводится высокочастотное напряжение 13,56 МГц. Разрядная камера и второй электрод заземлены. Для подачи газов в зону разряда используется подвод газа через т.н. газовый душ в заземленном электроде. Анизотропия травления обеспечивается ускорением ионов в направлении подложки при прохождении слоя пространственного заряда у поверхности электрода. Система оснащена столиком-подложкодержателем диаметром 240 мм, на котором могут быть размещены одна или несколько подложек диаметром от 50 до 200 мм. Схема ионного травления показана на Рисунке 2.4. Травление проводилось в атмосфере аргона, температура образца составляла 20 °C в течение всего технологического цикла.

Определение скорости распыления материала производилось с помощью атомносилового микроскопа АСМ-2000 по известному времени травления и измеренной с помощью атомно-силового микроскопа высоте «ступеньки». Для получения пленок с необходимой толщиной по измеренной скорости распыления определялось время травления. Определенная ионного травления образца  $Al_2O_3/$ скорость Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм), отоженного при 260 °С в течение 4 ч., составляла 1,5 нм/мин.



Рисунок 2.4 – Схема реактивного ионно-плазменного травления

### 2.2.5 Термомагнитная обработка

Термомагнитная обработка наноструктур для формирования однонаправленной анизотропии выполнялась установке оригинальной конструкции при давлении 10<sup>-4</sup> Па в постоянном магнитном поле 2 кЭ, приложенном в плоскости образца в интервале температур (230-500) °C. Отжиг образцов, предназначенных для создания спиновых клапанов с АФ упорядоченной фазой NiFeMn, выполнялся в установке Varian непосредственно после

напыления без разгерметизации вакуумной камеры при температуре 260 °С и давлении 10<sup>-8</sup> Па в магнитном поле 1 кЭ, приложенном в плоскости образца.

## 2.3 Методы исследования

## 2.3.1 Определение распределения элементов и состава слоев

Распределение элементов в образцах изучалось методом Оже-электронной спектроскопии на Оже-спектрометре AES-10kV Varian (Рисунок 2.5).

Используемый для исследований Оже-спектрометр снабжен средствами откачки, позволяющими получать безмасляный вакуум  $7 \times 10^{-9}$  Па. Спектрометр снабжен ионной пушкой, позволяющей получать ионы с энергией до 3 кэВ. В комбинации с ионным распылением Оже-спектроскопический анализ использован для определения распределения концентрации элементов по глубине в тонких пленках, которое получается при непрерывной регистрации элементного состава на дне кратера в ходе распыления. Распыления образцов осуществлялось ионами Ar с энергией 3 кэВ и плотностью ионного потока 300 мкA/см<sup>2</sup>. Скорость распыления составляла от 2 до 5 нм/мин в зависимости от состава многослойной структуры. Количественный анализ осуществлялся с использованием коэффициентов элементной чувствительности с матричными поправками с точностью  $\pm 6.2$  %.



Рисунок 2.5 – Оже-спектрометр Varian AES-10kV

## 2.3.2 Методика измерения намагниченности

Исследование магнитных характеристик приготовленных пленок было выполнено на автоматизированном вибрационном магнитометре ABM-1 в автоматическом режиме при комнатной температуре. Метод вибрационной магнитометрии основан на измерении амплитуды переменного сигнала с детектирующих катушек, наводимого в них магнитным моментом вибрирующего в магнитном поле образца. При постоянной частоте и амплитуде вибрации образца амплитуда сигнала, идущего от детектирующих катушек, пропорциональна магнитному моменту образца. Для получения магнитных характеристик исследуемых образцов в системных единицах измерения использовался эталонный образец с известными магнитными характеристиками.

Технические характеристики вибрационного магнитометра ABM-1:

- диапазон изменения напряженности магнитного поля (от 0 до 20 кЭ);
- чувствительность 10<sup>-5</sup> эме;
- масса исследуемого ферромагнитного материала: от  $1 \times 10^{-6}$  г до 50 мг;

- диапазоны изменения магнитного поля: (0 – 20) кЭ, минимальный шаг 5 Э; (0 – 2) кЭ, минимальный шаг 0,5 Э.



Рисунок 2.6 – Автоматизированный вибрационный магнитометр АВМ-1

Магнитные измерения в интервале температур от 10 до 530 К были выполнены на СКВИД-магнитометрах MPMS-5XL и MPMS-XL-7 (Quantum Design), оснащенным высокотемпературной приставкой.

Коэрцитивная сила  $H_c$  и поле смещения  $H_{ex}$  определялись из петель гистерезиса как половина ширины петли и сдвиг центра петли гистерезиса относительно нуля по оси магнитного поля.

### 2.3.3 Методика измерения магнитосопротивления

Для измерения магнитосопротивления была использована методика, реализованная на магнитометра ABM-1. В нем вместо держателя образца, основе вибрационного предназначенного свойств лля исследования магнитных пленочных образцов, устанавливался держатель, предназначенный для исследования электрических свойств пленок. Размеры образца составляют приблизительно 2×8 мм. При этом направление магнитного поля, приложенного во время роста наноструктуры или во время отжига параллельно меньшей стороне образца. Магнитное поле при измерении направлено в плоскости пленки и перпендикулярно направлению протекания тока. Магнитосопротивление определялось как  $\Delta R/R_s = (R(H) - R_s)/R_s * 100\%$ , где  $R_s$  – сопротивление в поле магнитного насышения.

## 2.3.4 Методика исследования микроструктуры

Рентгеноструктурный анализ. Исследование фазового состава образцов и наличия текстуры проводилось методами рентгеновской дифракции. Измерения выполнялись на рентгеновском дифрактометре ДРОН-6 в излучении  $CrK_{\alpha}$ , и модернизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М в излучении  $CoK_{\alpha}$ . Использовалась схема фокусировки по Бреггу-Брентано с кремниевым монохроматором на первичном пучке. Для ограничения вертикальной и горизонтальной расходимости пучка использовалась система щелей Соллера и фокусирующие щели.

Электронная микроскопия. Дополнительно для фазового анализа была использована методика просвечивающей электронной микроскопии. Данный метод также использован для анализа определения размера кристаллических зерен и наличия упорядочения в наноструктурах.

Исследования выполнялись на оборудовании ЦКП ИФМ УрО РАН на просвечивающих электронных микроскопах Philips CM-30 и Теспаі G-30. Для изготовления образцов для электронной микроскопии поверхности пленки использовалась специальная методика,

заключающаяся в скалывании подложки под определенным углом с целью получения кусочка пленки, выступающего за край подложки. Образцы для поперечного сечения подготавливались путем шлифовки подложек образцов с геометрическими размерами 5×8 мм. Для определения размера кристаллитов в образцах использовался «метод секущих».

#### 2.3.5 Методика исследования магнитной структуры

Изучение кристаллической и магнитной структуры тройного сплава (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub> осуществлялось при помощи нейтронографических исследований. Нейтронографические исследования проводились на стационарном исследовательском атомном реакторе ИВВ-2М (ИФМ УрО РАН, г. Заречный). При измерениях использовался нейтронный дифрактометр Д7А, который, располагается на горизонтальном канале реактора. Длина волны монохроматических нейтронов  $\lambda = 1,529$  Å, разрешение дифрактометра составляло  $\Delta d/d =$ 0,002. Для получения такого разрешения наряду с жесткой коллимацией на данном приборе была выполнена двухкристальная система монохроматизации тепловых нейтронов. Для увеличения светосилы дифрактометра был разработан детектор тепловых нейтронов модульного типа (100 независимых сцинтилляционных счетчиков, расположенных через 0,3 градуса), позволяющий собирать информацию в угловом интервале 30 градусов. Температурные исследования кристаллической и магнитной структуры были выполнены в гелиевом рефрижераторе замкнутого цикла, интервал температур (4,2 – 350) К, точность поддержания температуры 0,5 К. Уточнение структурных параметров и количественный анализ нейтронограмм проводили методом полнопрофильного анализа Ритвельда с использованием программы "Fullprof".

## 2.3.6 Методика исследования химического состава мишеней и приготовленных образцов

Локальные исследования химического состава мишеней для магнетронного напыления и пленочных наноструктур проводились на растровом электронном микроскопе FEI Inspect F, оснащенном энергодисперсионным спектрометром EDAX. В основе метода рентгеноспектрального микроанализа лежит явление генерации рентгеновского излучения при взаимодействии вещества с потоком электронов с энергией (1-30) кэВ. Возникающее при этом рентгеновское излучение делится по происхождению на две составляющие: тормозное излучение, имеющее непрерывный спектр, и характеристическое, обладающее линейным спектром. Тормозное излучение не несет прямой информации о составе образца и считается фоновым сигналом. Набор линий характеристического излучения индивидуален для каждого элемента периодической системы, интенсивность испускаемых линий пропорциональна концентрации элемента в исследуемом материале. Этот факт позволяет проводить качественный и количественный анализ химического состава материала в точке попадания сфокусированного электронного пучка. Прилагаемое к микроскопу программное обеспечение позволяет измерять интенсивность рентгеновского излучения имеющихся в образцах элементов, учитывать эффекты, связанные с поглощением и переизлучением линий характеристического излучения и рассчитывать на основании полученных данных массовые и атомные концентрации присутствующих в образце элементов.

Получаемые данные о составе образца выдаются в виде спектров, численных таблиц с привязкой к электронному изображению образца и карт распределения элементов по поверхности образца. Рентгеноспектральный микроанализ показал, что состав пленок совпадает с составом использованных мишеней.

## ГЛАВА З ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТРОЙНОГО СПЛАВА Ni-Fe-Mn С РАЗЛИЧНОЙ КОНЦЕНТРАЦИЕЙ КОМПОНЕНТОВ ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ ОДНОНАПРАВЛЕННОЙ АНИЗОТРОПИИ В БИСЛОЯХ ФМ/АФ

В настоящее время в качестве материалов для закрепляющего АФ слоя в спиновых клапанах используются двойные сплавы, например, FeMn и NiMn [6]. Наиболее дешевым и простым в изготовлении антиферромагнитным материалом является ГЦК сплав Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>, который характеризуется средней температурой блокировки  $T_b = (120-190)$  °C, достаточно высоким полем смещения, но низкой коррозионной стойкостью. Другой сплав Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> в упорядоченном состоянии имеет более высокую температуру блокировки  $T_b = (240-400)$  °C, лучшую коррозионную стойкость и более высокое значение  $H_{ex}$  по сравнению с сплавом Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Однако, для упорядочения сплава Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> необходим продолжительный отжиг при температурах (250-280) °C, что может привести к ухудшениям магниторезистивных характеристик, например, вследствие изменения качества интерфейсов, что в свою очередь усложняет технологический процесс получения спиновых клапанов [6].

Для усиления обменного взаимодействия в системах  $\Phi M/A\Phi$ , повышения термостабильности и, как следствие, увеличения  $H_{ex}$ ,  $T_b$  и повышения коррозионной стойкости предложено использовать систему трехкомпонентных сплавов Ni-Fe-Mn, для которой недостатки бинарных сплавов Ni<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> будут выражены в меньшей мере.

Согласно магнитной фазовой диаграмме тройной металлической системы Ni-Fe-Mn (Рисунок 1.11) неупорядоченные твердые растворы в системе Ni-Fe-Mn при определенной атомной концентрации могут быть антиферромагнитными при температурах выше комнатной. Следовательно, в бислоях, состоящих из ферромагнетика и неупорядоченных антиферромагнетиков типа Ni-Fe-Mn, можно ожидать возникновения однонаправленной анизотропии.

С целью изучения обменного взаимодействия и характера изменения магнитных свойств в системе ФМ/АФ, содержащей сплавы системы Ni-Fe-Mn, нами были изготовлены наноструктуры по методу, описанному в 2.2.1.

Были приготовлены следующие группы образцов:

1.  $Al_2O_3/Ta(5)/Ni_{80}Fe_{20}(20)/(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}(50)/Ta(5);$  $Al_2O_3/Ta(5)/Ni_{80}Fe_{20}(20)/(Ni_{70}Fe_{30})_{30}Mn_{70}(50)/Ta(5),$ 

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (или стекло)/Ta(5)/ Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> (*t*)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(*x*)/Ta(5), *t*=5, 10, 20 нм;
*x*=5, 10, 15, 20, 50 нм

3. стекло/Ta(5)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10)/Ta(5)

- 4. стекло/Ta(2)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5)/Ta(5)
- 5. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20)/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>(50)/Ta(5); Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(50)/Ta(5); стекло/Ta(5)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(10)/ (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> (20)/Ta(2)

цифры в скобках обозначают толщину слоев в нм.

Образцы группы 1 приготовлены для исследования влияния состава  $A\Phi$  слоя  $(Ni_{80}Fe_{20})_{1-x}Mn_x$  на гистерезисные свойства пермаллоя; в образцах группы 2 исследовано влияние толщины  $\Phi M$  и  $A\Phi$  слоев на магнитные свойства образцов; образец 3 отличается от одного из образцов группы 2 типом подложки; образец 4 предназначен для исследования однонаправленной анизотропии на двух интерфейсах  $\Phi M/A\Phi$  и  $A\Phi/\Phi M$  и влияния отжига на магнитные свойства; образцы группы 5 предназначены для определения температуры блокировки бислоев,  $T_b$ , в зависимости от использованного типа  $A\Phi$  материала.

## 3.1 Влияние состава сплава Ni-Fe-Mn на магнитные характеристики образцов

Согласно магнитной диаграмме (Рисунок 1.11), сплав Ni-Fe-Mn при комнатной температуре в зависимости от концентрации компонент может находиться в различном магнитоупорядоченном состоянии: ферро-, антиферро- и парамагнитном. Важным преимуществом данного сплава является простота изготовления мишеней для магнетронного напыления и невысокая стоимость входящих в его состав компонентов. Сплав пермаллой-марганец (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> при комнатной температуре в интервале составов  $x_{Mn}$ =(0,35–0,50) находится в парамагнитном состоянии, поэтому для антиферромагнитного упорядочения необходима концентрация марганца  $x_{Mn} > 0,50$  ат.%. При этом при повышении  $x_{Mn}$  возрастает температура Нееля ( $T_N$ ). Например, для сплава (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>  $T_N \sim 230$  °C (Рисунок 1.11).

В результате исследований было установлено, что намагниченность насыщения  $M_s$  образцов группы 1 составляет (70±4) Гс·см<sup>3</sup>/г. Полученное значение  $M_s$  несколько ниже значения для массивного материала этого же состава [115]. Уменьшение намагниченности насыщения пленок по сравнению с массивным материалом является типичным явлением [116] и может быть обусловлено влиянием размерного эффекта, уменьшением обменной энергии вследствие изменения координационного числа атомов на интерфейсе и вблизи границ зерен [117].

На Рисунке 3.1 показаны измеренные вдоль оси легкого намагничивания петли гистерезиса образцов  $Al_2O_3/Ta(5hm)/Ni_{80}Fe_{20}(20hm)/(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}(50hm)/Ta(5hm)$  и  $Al_2O_3/Ta(5hm)/Ni_{80}Fe_{20}(20hm)/(Ni_{70}Fe_{30})_{30}Mn_{70}(50hm)/Ta(5hm)$ , напыленных в магнитном поле на сапфировую подложку.



Рисунок 3.1 – Петли гистерезиса образцов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20нм)/ (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>(50нм)/Ta(5нм) (1) и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> (50нм)/Ta(5нм) (2)

Из Рисунка 3.1 видно, что при содержании марганца 60 ат.% петля гистерезиса характеризуется низкой коэрцитивной силой  $H_c \approx 1$  Э, характерной для одиночной пленки пермаллоя. Смещение петли гистерезиса и увеличения  $H_c$  в данном случае не наблюдается. Отсутствие однонаправленной анизотропии обусловлено тем, что температура блокировки данного бислоя ниже комнатной. Экспериментально определенная путем нейтронографических измерений температура Нееля массивного сплава (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub> составляет  $T_N = 87$  °C.

Увеличение концентрации марганца до 70 ат.% приводит к появлению смещенной петли гистерезиса. При этом происходит увеличение коэрцитивной силы от 1 до 8,5 Э, величина  $H_{ex}$  составляет 35,5 Э, отношение  $H_c/H_{ex} = 0,24$ . Плотность энергии обменного взаимодействия  $J_{ex}$  на границе раздела ФМ/АФ, которая выражается формулой (1.10), равна 0,051 эрг/см<sup>2</sup>. Полученное значение сопоставимо с обменной энергией, указанной в Таблице 1, для таких антиферромагнетиков, как FeMn и CrMn.

## 3.2 Влияние типа подложки и толщин ФМ и АФ слоев на магнитные свойства

Известно, что наличие текстуры <111> в бислоях ФМ/АФ с ГЦК структурой значительно увеличивает поле обменного сдвига [6,118,119]. Одним из параметров, влияющим на степень совершенства текстуры <111>, является шероховатость подложки. В то же время влияние толщины слоев необходимо учитывать для дальнейшей оптимизации

магнитных характеристик приготовленных образцов. Важным этапом является изучение зависимости магнитных свойств исследуемых объектов от толщины ФМ и АФ слоев.

Для исследования влияния толщины A $\Phi$  (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> на магнитные свойства бислоев были приготовлены структуры с фиксированной толщиной слоя пермаллоя (10 нм) и различной толщиной антиферромагнитного слоя (от 5 до 80 нм). На Рисунке 3.2 приведены соответствующие зависимости поля смещения и коэрцитивной силы от толщины слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>,  $t_{A\Phi}$ .

Полученные зависимости  $H_{ex}(t_{A\Phi})$  и  $H_c(t_{A\Phi})$  качественно согласуются с результатами исследований по влиянию толщины антиферромагнитного слоя на гистерезисные характеристики бислоев ФМ/АФ [31,120]. При увеличении  $t_{A\Phi}$  от 5 до 20 нм  $H_{ex}$  возрастает от 0 до 45 Э. Насыщение  $H_{ex}$  происходит при толщине  $t_{A\Phi}>20$  нм. Из Рисунка 3.2 видно, что при толщине слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> 5 нм обменный сдвиг отсутствует. Таким образом, для получения сдвига петли гистерезиса в наноструктуре Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> необходима толщина слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> более 5 нм.



Рисунок 3.2 – Зависимости  $H_{\rm ex}$  и  $H_{\rm c}$  наноструктур Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5нм)/NiFe(10нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>( $t_{\rm A\Phi}$ )/Ta(5нм) от толщины антиферромагнитного слоя,  $t_{\rm A\Phi}$ 

Немонотонная зависимость коэрцитивной силы от толщины слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>, повидимому, связана с существованием в АФ областей с различными значениями анизотропии. Области с малой анизотропией увеличивают коэрцитивную силу, а области с большой анизотропией дают вклад в сдвиг петли гистерезиса. Уменьшение *H*<sub>c</sub> при увеличении толщины антиферромагнитного слоя более 20 нм, по-видимому, обусловлено уменьшением доли областей с малой анизотропией при увеличении толщины слоя АФ. Локальные изменения анизотропии могут быть обусловлены структурными дефектами или распределением размеров зерен в антиферромагнитной пленке. В частности, в работе [65] было показано, что при увеличении толщины антиферромагнитного слоя, возрастает доля зерен, дающих вклад в обменный сдвиг. Согласно модели Майкледжона и Бина [53], обменный сдвиг будет наблюдаться при выполнении условия  $K_{A\Phi} t_{A\Phi} > J_{ex}$ , где  $K_{A\Phi}$  – константа анизотропии АФ,  $t_{A\Phi}$  – толщина АФ. Если это условие не выполняется, то сдвиг петли наблюдаться не будет, но будет возрастать коэрцитивная сила. Эта модель объясняет начальное увеличение и последующее насыщение поля обменного смещения. Однако эта модель не учитывает распределение зерен по размерам в АФ слое.

Для учета распределения размера зерен была предложена модель термической активации [121]. Согласно этой модели, при малой величине  $t_{A\Phi}$  энергетический барьер (произведение объема зерна и константы анизотропии AΦ) мал и сравним с тепловой энергией. В этом случае все зерна антиферромагнетика находятся в суперпарамагнитном состоянии, что приводит к нулевому  $H_{ex}$  и небольшой коэрцитивной силе в бислое  $\Phi M/A\Phi$ . При промежуточной толщине  $t_{A\Phi}$  некоторые зерна AΦ переходят из суперпарамагнитного в температурно устойчивое состояние, что, в свою очередь, приводит к появлению обменного сдвига и увеличению  $H_c$ . При еще большей величине  $t_{A\Phi}$ , для всех зерен энергетический барьер достаточно высок и не может быть преодолен в результате термических флуктуаций, следствием чего является уменьшение  $H_c$  и насыщение  $H_{ex}$  [122].

Таким образом, результаты исследования зависимости  $H_{ex}(t_{A\Phi})$  качественно согласуются с обеими моделями, описанными выше:  $H_{ex}$  увеличивается с ростом толщины А $\Phi$  слоя, достигает максимального значения, после чего насыщается.

Для исследования зависимости  $H_{ex}$  от толщины ферромагнитного слоя пермаллоя ( $t_{NiFe}$ ) были приготовлены следующие образцы: стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>( $t_{NiFe}$ ) /(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Ta(5нм) при  $t_{NiFe}$ =5, 15, 20 нм. Полученные результаты представлены на Рисунке 3.3. Как видно из Рисунка 3.3,  $H_{ex}$  уменьшается от 120 до 8,5 Э при увеличении толщины пермаллоя от 5 до 20 нм, что соответствует отношению (1.9), указывающего на то, что однонаправленная анизотропия – это эффект границы раздела. Полученная зависимость  $H_{ex}(t_{NiFe})$  качественно согласуется с работой [78].



Рисунок 3.3 – Зависимости  $H_{ex}$  и  $H_c$  образцов стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>( $t_{NiFe}$ )/ (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Ta(5нм) от толщины пермаллоя,  $t_{NiFe}$ 

Таким образом, характер полученных зависимостей  $H_{ex}$ ,  $H_c$  от толщин ФМ и АФ слоев в наноструктуре Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> не противоречит имеющимся физическим представлениям в работах [31,78] и моделям, предложенным в работах [53,65].

Для исследования влияния типа подложки на гистерезисные свойства бислоев были приготовлены структуры Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Ta(5нм), напыленные на сапфировую и стеклянную подложки. Результаты исследований представлены на Рисунке 3.4.



Рисунок 3.4 – Петли магнитного гистерезиса образцов Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/ (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Ta(5нм), приготовленных на стеклянной (1) и сапфировой (2) подложках

Как видно из Рисунка 3.4, петли гистерезиса характеризуются высокой коэрцитивной силой 55 и 58 Э для образцов, напыленных на сапфир и стекло, соответственно. Отличие между этими образцами состоит в величине Hex. При напылении на стекло Hex гораздо выше по сравнению с напылением на сапфир:  $H_{ex} = 120 \ \Im$  (стекло) и  $H_{ex} = 25 \ \Im$  (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Такое различие связано с текстурой приготовленных пленок. Проведенные исследования не выявили текстуры <111> в образцах, напыленных на сапфировые подложки. В то же время в работах [118,123] были приготовлены наноструктуры, напыленные на стеклянную подложку с острой аксиальной текстурой <111>. Поэтому можно было ожидать, что в процессе напыления исследуемых пленок на стеклянную подложку также возникнет текстура <111>. Действительно, проведенные рентгенографические исследования образца стекло/Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Та(5нм), подтвердили наличие острой аксиальной текстуры <111>. На Рисунке 3.5 для сравнения представлены дифрактограммы образцов, напыленных на сапфир и стекло. При использовании стеклянной подложки виден один интенсивный структурный пик, общий для (111) NiFe и (111) NiFeMn. Отсутствие структурных пиков (200) и (220) ГЦК решеток NiFe и NiFeMn обусловлено наличием текстуры <111> в слоях NiFe/NiFeMn.



Рисунок 3.5 – Дифрактограммы образцов Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Та(5нм), напыленных на сапфировую (1) и стеклянную (2) подложки

Отсутствие текстуры <111> в образцах, напыленных на Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, обусловлено большой шероховатостью подложки [124]. Среднеквадратичное значение шероховатости,

определенное при помощи оптического профилометра составляет (0,2-0,3) нм и (0,8-1,2) нм для подложек их стекла и сапфира, соответственно.

Таким образом, проведенные исследования влияния типа подложки на магнитные свойства исследуемых образцов показывают, что для возникновения текстуры <111> и, как следствие, большего  $H_{\rm ex}$  в наноструктуре Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> целесообразно применять стеклянные подложки с малой шероховатостью.

## 3.3 Исследование влияния термомагнитной обработки на магнитные свойства

Исследование влияния термомагнитной обработки на магнитные свойства наноструктур было проведено на трехслойной структуре стекло/Та(2нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5нм)/Та(5нм). Особенностью образца является наличие двух интерфейсов: Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> (ФМ/АФ) и (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> (АФ/ФМ). Для получения обменного сдвига при нижнем расположении антиферромагнитного слоя необходимо использовать дополнительный буферный слой, например, пермаллой, как в нашем случае, или медь с последующим отжигом в магнитном поле [125-129].

На Рисунке 3.6 показаны петли гистерезиса исследуемой структуры непосредственно после напыления и после отжига в магнитном поле при температуре 200 °C в течение 1 ч. Исходный образец характеризуется двойной петлей гистерезиса, верхняя часть которой ферромагнитного слоя CoFe. а соответствует перемагничиванию нижняя перемагничиванию пермаллоя. Учитывая значения намагниченностей насыщения  $M_s$  <sup>CoFe</sup>= 150 Гс·см<sup>3</sup>/г и  $M_s^{\text{NiFe}} = 70$  Гс·см<sup>3</sup>/г, значения коэрцитивной силы и поля обменного сдвига получены при  $M/M_s \approx +1/3$  и  $M/M_s \approx -2/3$  для слоя CoFe и NiFe, соответственно. Крестиками на Рисунке 3.6а обозначены центры частных петель гистерезиса для слоя CoFe и NiFe, из которых определены значения  $H_c$  и  $H_{ex}$ :  $H_c^{\text{NiFe}} = 42$  Э,  $H_{ex}^{\text{NiFe}} = 90$  Э,  $H_c^{\text{CoFe}} = 48$  Э,  $H_{ex}^{\text{CoFe}} = 35$ Э. Как правило, величина поля смещения зависит от взаимного расположения ферро- и антиферромагнитного слоя. Для интерфейса ФМ/АФ Hex больше, чем для интерфейса петли гистерезиса,  $A\Phi/\Phi M$ [126,130]. Сдвиг нижней части соответствующий перемагничиванию пермаллоя, близок к значению, полученному для структуры стекло/Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Та(5нм) (см. Рисунок 3.4). Уменьшение Hex от 120 до 90 Э по сравнению со структурой без дополнительного слоя CoFe, повидимому, связано с меньшей толщиной буферного слоя тантала и, следовательно, с менее выраженной текстурой <111> [131,132].



Рисунок 3.6 – Петли магнитного гистерезиса образцов стекло/Та(2нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(5нм)/ (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(10нм)/Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5нм)/Та(5нм): после напыления (а), после отжига при температуре 200 °C, 1 ч. (б). Крестики обозначают центры частных петель гистерезиса, из которых были получены значения  $H_{ex}$  и  $H_{c}$  для слоев СоFe и NiFe

После отжига в магнитном поле при температуре 200 °С в течение 1 ч вид петли гистерезиса значительно изменяется. Исходная двойная петля гистерезиса трансформируется в одиночную, почти симметричную петлю, что может быть обусловлено близкими значениями *H*<sub>ex</sub> и *H*<sub>c</sub> для интерфейсов ФМ/АФ и АФ/ФМ. При этом *H*<sub>ex</sub> заметно превышает  $H_{\rm c}$  ( $H_{\rm ex} = 100$  Э,  $H_{\rm c}/H_{\rm ex} = 0,32$ ). Из имеющихся данных о коэффициентах объемной диффузии [133] следует, что при данном режиме термообработки объемная диффузия марганца в ферромагнитные слои исключена, что подтверждается отсутствием изменения намагниченности насыщения при отжиге. Отсутствие изменения намагниченности насыщения также показывает, что в процессе отжига не произошло образование каких-либо соединений на межфазных или межзеренных границах.

Таким образом, проводимая термообработка приводит к увеличению обменного сдвига в структуре  $Ni_{80}Fe_{20}/(Ni_{70}Fe_{30})_{30}Mn_{70}/Co_{90}Fe_{10}$ . Увеличение  $H_{ex}$ , возможно, связано с формированием более совершенной текстуры <111>, а также с переориентацией случайно ориентированных магнитных моментов на границе раздела между магнитными слоями в процессе термомагнитной обработки [119,125].

## 3.4 Влияние типа А $\Phi$ слоя на температурную зависимость поля смещения, $H_{\mathrm{ex}}$

На Рисунке 3.7 показаны температурные зависимости  $H_{ex}$  образцов с различными составами АФ слоя. Температура блокировки  $T_b$ , определенная экстраполяцией составляет от

145 до 170 °C в зависимости от АФ материала. При этом минимальная  $T_{\rm b} = 145$  °C зафиксирована для образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20нм)/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>(50нм)/Ta(5нм).

°C °C  $T_{\rm h}$ = 155 170 Большие И получены для Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>(50нм)/Ta(5нм) И стекло/Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(10нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(20нм)/Та(2нм), соответственно. Повышение T<sub>b</sub> с 155 °C до 170 °C в образцах, включающих сплав Ni-Fe-Mn, обусловлено большим содержанием марганца в АФ слое, что согласуется с магнитной фазовой диаграммой системы Ni-Fe-Mn (Рисунок 1.11). Указанные значения T<sub>b</sub> несколько ниже максимальной температуры Нееля  $T_{\rm N} = 230$  °C для объемного сплава Ni-Fe-Mn [6], состав которого близок к исследованному. Экспериментально определенное условие  $T_{\rm b} < T_{\rm N}$  для бислоев  $\Phi M/A\Phi$ является типичным. Известно, что в тонкопленочных системах температура блокировки зависит от толщины пленки, размера зерна и микроструктуры и, как правило, меньше температуры Нееля массивного АФ [53].



Рисунок 3.7 – Зависимость  $H_{\rm ex}$  от температуры для различных видов АФ

Проведенные исследования влияния типа  $A\Phi$  материала на температурную зависимость  $H_{ex}$  в наноструктуре  $Ni_{80}Fe_{20}/A\Phi$  показали, что максимальной температурой блокировки  $T_b = 170^{\circ}C$  обладает образец, содержащий  $A\Phi$  сплав ( $Ni_{70}Fe_{30}$ )<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>. Повидимому, это максимальная температура блокировки, которую можно достичь при использовании сплавов тройной системы Ni-Fe-Mn.

Таким образом, варьирование типа подложки, толщин слоев, применение термомагнитной обработки приводит к изменениям величины поля смещения и

коэрцитивной силы, что является основой для приготовления наноструктур типа спиновый клапан с необходимыми характеристиками.

#### Выводы по Главе 3

1. Показано, что обменное взаимодействие в наноструктурах ФМ/АФ, содержащих АФ тройной сплав Ni-Fe-Mn, приводит к формированию однонаправленной анизотропии с высокими значениями обменного смещения.

2. Установлена минимальная толщина  $A\Phi$  слоя  $t_{min}$  (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> в наноструктурах Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>, необходимая для возникновения смещенной петли магнитного гистерезиса. Толщина  $A\Phi$  слоя,  $t_{min}$  должна быть более 5 нм.

3. При увеличении концентрации марганца ( $x_{Mn}$ ) до 80 ат. % в двухслойной наноструктуре Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> увеличивается  $T_b$ . Максимальная  $T_b = 170$  °C получена для образца с толщиной АФ слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>  $t_{A\Phi} = 20$  нм.

4. Обнаружено, что тип подложки оказывает существенное влияние на магнитные характеристики бислоев: приготовление наноструктур  $\Phi$ M/A $\Phi$  на стеклянной подложке приводит к пятикратному увеличению  $H_{\rm ex}$  по сравнению с  $H_{\rm ex}$  на сапфировой подложке. Показано, что различия в величине  $H_{\rm ex}$ , связаны с формированием текстуры <111> образцов, зависящей от шероховатости подложек.

5. Установлено, что после термомагнитной обработки структуры  $\Phi M/A\Phi/\Phi M$ , антиферромагнитный сплав (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> обеспечивает сдвиг петли гистерезиса с малым отношением  $H_c/H_{ex} < 1$  и, таким образом, может быть использован для приготовления спиновых клапанов с нижним расположением антиферромагнитного слоя.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работах [39,134-136].

## ГЛАВА 4 МЕХАНИЗМ ОБРАЗОВАНИЯ УПОРЯДОЧЕННОЙ ФАЗЫ NiFeMn

Как было показано в Главе 3, неупорядоченные твердые растворы в системе Ni-Fe-Mn с определенной концентрацией компонент могут быть антиферромагнитными при температурах выше комнатной. Однако температура блокировки в этой системе относительно невысока, максимальная температура блокировки для этих системы составляет 170 °С. В то же время, в этой системе возможно образование упорядоченной антиферромагнитной фазы. Согласно работе [7], температура блокировки в такой системе может достигать 330 °C, что заметно выше температуры Нееля неупорядоченного твердого раствора в системе Ni-Fe-Mn ( $T_N \cong 230$  °C), а величина обменного сдвига в бислоях NiFe/Mn может достигать 290 Э [111]. Вместе с тем, кинетика и условия образования высокотемпературной фазы NiFeMn изучены недостаточно, а диаграмма структурного состояния системы Ni-Fe-Mn отсутствует в литературе. С целью исследования механизма образования упорядоченной фазы NiFeMn нами были приготовлены монослои (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-</sub>  $_xMn_x$ ,  $x_{Mn}=0.4$  и 0.6 методом магнетронного напыления из мишеней с различным содержанием марганца, а также электронно-лучевым напылением изготовлены бислои марганец/пермаллой.

В этой главе представлены результаты исследований образования упорядоченной антиферромагнитной фазы в двух типах наноструктур: монослоях (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> и двухслойных пленках Mn/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub> при различных режимах термомагнитной обработки, типах подложки и количества слоев с целью достижения максимальной величины  $H_{\rm ex}$  и  $T_{\rm b}$ .

# 4.1 Образование упорядоченной антиферромагнитной фазы при термомагнитной обработке однослойных пленок Ni-Fe-Mn

образования упорядоченной AΦ Для исследования возможности фазы В наноструктурах,  $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Mn_{40}$  $(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}$ были приготовлены образцы И стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>(50нм)/Та(5нм) стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn40<sub>60</sub>(50нм)/Та(5нм). И Полученные образцы были подвергнуты термомагнитной обработке в интервале температур 300 °C-500 °C в течение 3 ч. Оказалось, что, начиная с температуры отжига,  $T_{\text{отж}} = 300$  °C, в исследуемых образцах происходит фазовое разделение гомогенного твердого раствора NiFeMn на ФМ области, содержащие пермаллой и АФ области, включающие марганец, что подтверждается данными рентгеновской дифракции. В качестве примера на Рисунке 4.1

показаны дифрактограммы образца стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>(50нм)/Ta(5нм) до и после термомагнитной обработки при  $T_{\text{отж}} = 500$  °C в течение 3 ч.



Рисунок 4.1 – Дифрактограммы образцов стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>(50нм)/Ta(5нм) до (1) и после (2) термомагнитной обработки при  $T_{\text{отж}} = 500$  °C в течение 3 ч

До термообработки на дифрактограмме присутствуют только рефлексы, соответствующие твердому раствору Ni-Fe-Mn: (111), (200). После отжига возникают новые структурные пики, соответствующие пермаллою: (111), (200), – и α-Mn: (330), (332), (431). Параметр кристаллической решетки ферромагнитного материала, определенный из дифрактограммы, равен а = 0,354 нм и соответствует пермаллою. Таким образом, отжиг привел к фазовому разделению твердого раствора Ni-Fe-Mn на пермаллой и марганец, и в отожженном образце может возникнуть однонаправленная анизотропия.

На Рисунке 4.2 показаны петли гистерезиса отожженного образца после охлаждения в магнитном поле 50 кЭ от 400 К до 300 К, 120 К, 10 К. Скорость охлаждения составляла 3,5 К/мин. Как видно из Рисунка 4.1, при охлаждении образца в магнитном поле до 10 К наблюдается эффект однонаправленной анизотропии. Происходит увеличение коэрцитивной силы, и петля магнитного гистерезиса смещается по оси магнитного поля. Смещение петли гистерезиса происходит только при охлаждении до 10 К, при этом  $H_{ex} = 317$  Э и обусловлено обменным взаимодействием ферромагнитных областей NiFe и антиферромагнитных областей Mn. Температура Нееля для марганца составляет  $T_N = 90$  К [53].



Рисунок 4.2 – Петли магнитного гистерезиса образца стекло/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Mn<sub>40</sub>(50нм)/Та(5нм) после термомагнитной обработки при  $T_{\text{отж}}$ =500 °C в течение 3 ч. Охлаждение в магнитном поле 50 кЭ от 400 К до 300 К, 120 К, 10 К

Подобные результаты были получены и при увеличении концентрации Mn до 60 %.

На Рисунке 4.3 показаны температурная зависимость магнитного момента для определения температуры Нееля массивного материала (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>. Как видно из Рисунка 4.3, температура Нееля сплава (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub> составляет приблизительно  $T_{\rm N} = 360$  К (87 °C). Рассчитанный из нейтронограмм параметр ГЦК решетки сплава (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub> составляет а = 0,367 нм. Следовательно, при комнатной температуре массивный сплав (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub> находится в АФ состоянии.

Таким образом, проведенные исследования показали, что образования упорядоченной АФ фазы NiFeMn в однослойных пленках (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub>,  $x_{Mn} = 0,4$ ; 0,6 при исследованных режимах термомагнитной обработки не происходит. Подобный результат наблюдался в работе [113].



Рисунок 4.3 – Температурная зависимость магнитного момента массивного материала (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>40</sub>Mn<sub>60</sub>

### 4.2 Образование упорядоченной АФ фазы NiFeMn в бислоях марганец/пермаллой

Для исследования физического механизма образования упорядоченной АФ фазы NiFeMn методом электронно-лучевого напыления были приготовлены серии следующих образцов двухслойных пленок марганец/пермаллой.

1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)

- 2. стекло/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)
- 3. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)

Образец 1 отличается от образца 2 типом подложки. Особенностью образца 3 является наличие буферного слоя пермаллоя.

Ранее мы показали [137,138], что после определенной термомагнитной обработки в бислоях пермаллой/марганец происходит образование упорядоченной АФ фазы NiFeMn. И в результате в отожженном образце возникает однонаправленная анизотропия, обусловленная обменным взаимодействием между ФМ и АФ областями, образовавшимися в результате диффузии Mn, Fe, Ni. Однако эти исследования были выполнены на структурах с верхним расположением АФ слоя, то есть слой марганца напыляли на пермаллой. В то же время, авторы работы [110] показали, что для устройства спинового клапана при приготовлении бислоя марганец/пермаллой необходимо использовать нижнее расположение АФ, то есть наносить пермаллой на марганец. Поэтому в настоящей работе были выполнены исследования наноструктур с нижним расположением АФ слоя Mn.

## 4.2.1 Структура и магнитные свойства бислоев NiFe/Mn до термомагнитной обработки

Образцы 1, 2 до термомагнитной обработки характеризуются низкой коэрцитивной силой  $H_c = 3$  Э, намагниченность насыщения пермаллоя составляет  $M_s^{\text{NiFe}} = 880$  Гс. Полученное значение  $M_s$  близко к  $M_s$  массивного материала этого же состава [115].

На Рисунке 4.4 показаны электронная микрофотография и электронограмма неотожженного образца серии 1 –  $Al_2O_3/Mn(50hm)/Ni_{77}Fe_{23}(30hm)/Ta(5hm)$ . Видно, что пленки обладают нанокристаллической структурой, в которой кристаллиты разделены высокоугловыми границами, о чем свидетельствуют кольцевые электронограммы. Размер нанокристаллитов составляет (15–30) нм. На электронограммах присутствуют все разрешенные отражения для NiFe: (111), (200), (220), (311), – и  $\alpha$ -Mn: (330), (332), (431), (633). Из анализа распределения интенсивности отражений следует, что текстура в пленке отсутствует. Какие-либо дополнительные рефлексы, свидетельствующие о присутствии посторонних фаз, не обнаружены.



Рисунок 4.4 – Электронная микрофотография (а) и электронограмма (б) образца 4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после напыления

На Рисунке 4.5 показано распределение концентраций элементов по глубине в двухслойной наноструктуре образца 1 до термомагнитной обработки. Видно, что в неотожженном образце наблюдается четкая граница раздела между слоями пермаллоя и марганца. Это объясняет, почему присутствие слоя марганца не влияет на магнитные свойства слоя пермаллоя.



Рисунок 4.5 – Распределения концентраций элементов по глубине в образце 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после напыления

Таким образом, до термообработки магнитные свойства наноструктуры Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) полностью определяются одиночным слоем пермаллоя, и марганец не оказывает влияние на её магнитные и структурные характеристики.

## 4.2.2 Исследование влияния термомагнитной обработки на магнитные и структурные свойства бислоев марганец/пермаллой

Термомагнитная обработка бислоев марганец/пермаллой выполнялась при давлении 10<sup>-4</sup> Па в постоянном магнитном поле 2 кЭ, приложенном в плоскости образца в интервале температур 230-300 °C в течение 4 часов. Термомагнитная обработка проводилась для формирования в образце упорядоченной АФ фазы NiFeMn, которая образуется в результате диффузии Mn в пермаллой [138].

На Рисунке 4.6 показаны зависимости коэрцитивной силы и поля смещения от температуры отжига образцов 1 и 2. Полученные зависимости имеют немонотонный характер и качественно согласуются с данными работы [138]. При повышении температуры отжига происходит сначала рост, а затем уменьшение  $H_c$  и  $H_{ex}$ . Максимальное поле смещения достигается при температуре отжига 260 °C и составляет  $H_{ex} = 310$  Э (сапфировая подложка),  $H_{ex} = 192$  Э (стеклянная подложка), коэрцитивная сила при этом равна 357 и 249 Э, соответственно.



Рисунок 4.6 – Зависимости *H*<sub>c</sub> и *H*<sub>ex</sub> от температуры отжига:

- а образец 2 стекло/Мп(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Та(5нм);
- 6-образец 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)

На Рисунке 4.7 показаны зависимости отношения  $\Delta M_s/M_s^0$  от температуры отжига образцов 1 и 2 ( $\Delta M_s = M_s - M_s^0$ ,  $M_s$  – намагниченность насыщения образца после термомагнитной обработки,  $M_s^0$  – намагниченность насыщения исходного образца).

Эти зависимости позволяют оценить изменения объемной доли пермаллоя в результате диффузии марганца при термомагнитной обработке образцов.

Полученные зависимости качественно согласуются с немонотонным поведением  $H_{ex}$  и  $H_c$  и, по-видимому, связаны с изменением объемной доли ферромагнитной фазы. Максимальной величине  $H_{ex}$  соответствует минимальная намагниченность насыщения. То есть при выбранном режиме термомагнитной обработки в образце достигается наименьшая концентрация ФМ фазы. При температуре отжига 260 °C исходная намагниченность насыщения таканиения в 55 % (образец 2) и 85 % (образец 1).



Рисунок 4.7 – Зависимость ∆*M*<sub>s</sub>/*M*<sub>s</sub><sup>0</sup> от температуры отжига: a – образец 2 стекло/Мп(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм); б – образец 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)

Отметим, что в работах [111,112,137] при увеличении температуры отжига от 200 °С до 340 °С намагниченность насыщения монотонно уменьшалась и исчезала, когда в исследуемых структурах не оставалось ферромагнитной фазы. В нашем случае в исследуемых образцах намагниченность насыщения изменяется немонотонно и имеет минимум при температуре отжига 260 °С после чего увеличивается. (Рисунок 4.7) Такая зависимость обусловлена диффузией марганца сквозь пермаллой на поверхность пленки при температуре отжига более 260 °С. В этом случае объемная доля и состав пермаллоя изменяются незначительно. Это заключение следует на основании анализа распределений концентраций, изображенных на Рисунке 4.8. Наличие диффузии марганца в пермаллой подтверждается результатами поэлементного анализа состава отожженных двухслойных пленок Mn/NiFe. На Рисунке 4.8 показаны концентрационные профили образца 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжига в течение 4 ч при различных температурах. Для образца 2, напыленного на стеклянную подложку, профили выглядели аналогично.

В процессе отжига происходит диффузия Mn в NiFe. Начиная с температуры отжига 240 °C, концентрация марганца в пермаллое постепенно увеличивается и достигает максимума при 260 °C (Рисунок 4.8 а,б). При термомагнитной обработке в интервале (240–260) °C происходит возникновение упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn, и в результате обменного взаимодействия между ФМ и АФ областями, образовавшимися в результате диффузии Mn, Fe, Ni, возникает смещение петли гистерезиса и увеличивается коэрцитивная сила в отожженных образцах. Дальнейшее повышение температуры отжига до 300 °C приводит к диффузии марганца сквозь слой пермаллоя (Рисунок 4.8 в), уменьшению его концентрации в пермаллое, вследствие чего происходит уменьшение обменного сдвига и коэрцитивной силы, при этом намагниченность насыщения изменяется незначительно. При температуре 300 °C антиферромагнитная фаза NiFeMn уже не образуется, о чем свидетельствует отсутствие смещения петли гистерезиса (Рисунок 4.6 а,6).

Высокие значения коэрцитивной силы в отожженных образцах, по-видимому, обусловлены неоднородностью по составу ФМ материала, приводящей к неоднородности магнитных характеристик. Эта неоднородность обусловлена диффузией марганца в пермаллой и образования ФМ областей с различной концентрацией марганца, как видно из Рисунка 4.8.

На основании полученных результатов механизм образования антиферромагнитной упорядоченной фазы в процессе отжига можно представить следующим образом. В процессе отжига бислоев марганец проникает в пермаллой по границам кристаллитов, а затем диффундирует от границ в объем матрицы. О значительном проникновении марганца в объем кристаллитов свидетельствует уменьшение намагниченности насыщения, также свидетельствует об уменьшении объемной доли ферромагнитной фазы. Мы считаем, что проникновение марганца в пермаллой происходит главным образом по границам кристаллитов в нанокристаллической пленке пермаллоя. Кроме того, возможна диффузия по дислокациям, малоугловым границам и т.п. Объемная диффузия в данном случае исключена. Это заключение можно сделать на основании сведений о значении коэффициента объемной диффузии. К сожалению, в литературе отсутствуют данные о диффузии марганца в пермаллое, и приходится ориентироваться на описание примесной диффузии Mn в γ-Fe. Согласно [133] значение коэффициента объемной диффузии Mn в γ-Fe при температуре 260 <sup>o</sup>C равно 1,16·10<sup>-31</sup> м/c<sup>2</sup>. Соответственно, глубина проникновения за время отжига ~ 4 ч составит только ~10<sup>-14</sup> м, то есть проникновение марганца в прилегающий слой пермаллоя по механизму объемной диффузии практически исключено. В то же время проникновение марганца в пермаллой явно происходит. Вероятно, оно реализуется по путям ускоренной диффузии, в первую очередь по большеугловым границам зерен. Кроме того, определенный вклад может дать диффузия по границам субзерен, дислокациям и т.п. Только этим можно объяснить уменьшение намагниченности насыщения и появление смещенной петли гистерезиса в процессе отжига при температуре 260 °C.



Рисунок 4.8 – Распределение концентрации элементов в образце 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжигов при 240 (а), 260 (б) и 300 °C (в)

Электронно-микроскопическое исследование подтверждает образование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn при отжиге – на электронограмме образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжига в магнитном поле при 260 °C в

течение 4 ч появляются сверхструктурные дебаевские кольца (100), (110), (210), (211) (Рисунок 4.9 а). Именно образование этой фазы ответственно за смещение петли гистерезиса и увеличение коэрцитивной силы в отожженных образцах.

На электронных микрофотографиях, изображенных на Рисунке 4.9 а,б, видна столбчатая структура, какой-либо промежуточный слой между слоями марганца и пермаллоя отсутствует, что доказывает описанный выше механизм образования упорядоченной фазы NiFeMn. Полученные результаты согласуются с данными [112].

Таким образом, в двухслойной наноструктуре марганец/пермаллой в результате исследования структуры, магнитных характеристик, поэлементного состава, определен оптимальный режим термомагнитной обработки, приводящий к формированию упорядоченной АФ фазы NiFeMn с максимальным *H*<sub>ex</sub>.



Рисунок 4.9 – Электронограмма (а), темнопольное изображение в рефлексе (100) (б) и светлопольное изображение (в), полученные с поперечного сечения образца 1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм), после термомагнитной обработки при 260 °C в течение 4 ч. Стрелками обозначены сверхструктурные отражения

## 4.2.3 Влияние буферного слоя Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub> на магнитные характеристики бислоев марганец/пермаллой

Для исследования влияния буферного слоя Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub> на гистерезисные свойства образцов, была приготовлена трехслойная структура Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм), образец 3. Проведенные

рентгеноструктурные и электронно-микроскопические исследования не выявили наличия текстуры в исследуемой композиции. Зависимости  $H_c$ ,  $H_{ex}$  и  $\Delta M_s/M_s^0$  от температуры отжига, показанные на Рисунке 4.10, качественно похожи на соответствующие зависимости для образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) без буферного слоя (Рисунки 4.6б и 4.76).



Рисунок 4.10 – Зависимости  $\Delta M/M_s^0$  (а) и  $H_c$ ,  $H_{ex}$  (б) от температуры отжига для образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм)

Максимальное смещение петли гистерезиса для образца 3 также достигается при температуре отжига 260 °С и составляет 380 Э, коэрцитивная сила при этом равна 518 Э.

Более высокие значения *H*<sub>ex</sub> и *H*<sub>c</sub> в образце с буферным слоем, вероятно, обусловлены существенно отличным распределением марганца в отожженных образцах вследствие диффузии атомов Mn в соседние слои пермаллоя, что, по-видимому обусловлено различием в микроструктуре слоев.

На Рисунке 4.11 приведены распределения концентраций элементов неотожженного образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) и после отжига при 260 °C в течение 4 ч. Из Рисунка 4.11 видно, что в неотожженом образце наблюдаются резкие границы между слоями пермаллоя и марганца. В процессе отжига наблюдается диффузия марганца в пермаллой и размытие границ между слоями пермаллоя и марганца. Причем концентрации элементов в образце непостоянны.



Рисунок 4.11 – Распределение концентраций элементов по глубине в образце 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после напыления (а) и после отжига при 260 °C (б)

При данном режиме термообработки марганец распределен по всей глубине структуры, при этом пермаллой насыщается марганцем, и существует область, в которой концентрация Mn в пермаллое приводит к образованию упорядоченной фазы NiFeMn. Согласно диаграмме магнитного состояния системы Ni-Fe-Mn (Рисунок 1.11), упорядоченная AФ фаза NiFeMn существует при концентрации марганца ~ до 55 ат. %. Используя результаты поэлементного анализа образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжига при 260 °C, полученные с помощью Оже-электронной спектроскопии, мы считаем, что упорядоченная AФ фаза NiFeMn находится на глубине приблизительно до 50 нм (Рисунок 4.116). На концентрационных профилях видно, что концентрации марганца, никеля и железа на глубине ~ до 50 нм варьируются в узком диапазоне. При этом их соотношение в целом соответствует упорядоченной AФ фазе NiFeMn. Глубже 50 нм происходит резкое
увеличении концентрации Mn и падение концентрации Ni, что свидетельствует о выходе из области, соответствующей АФ упорядоченной фазе.

Для расчета плотности обменной энергии в отожженном образце 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм),  $J_{ex}$ , использованы данные СКВИДмагнитометрии. Магнитный момент (*m*) образца при комнатной температуре составляет  $m=1,8\cdot10^{-4}$  Гс·см<sup>3</sup>. Плотность энергии обменного взаимодействия равна  $J_{ex} = 0,27$  эрг/см<sup>2</sup>, что более чем в 5 раз выше значения ( $J_{ex}=0,051$  эрг/см<sup>2</sup>), полученного для антиферромагнетика Ni-Fe-Mn, приготовленного магнетронным напылением из сплава (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> (см. п.3.1).

Таким образом, наличие буферного слоя в образце 3  $Al_2O_3/Ni_{77}Fe_{23}(5hm)/Mn(50hm)/Ni_{77}Fe_{23}(30hm)/Ta(5hm)$  приводит к увеличению  $H_{ex}$ =380 Э, по сравнению с  $H_{ex}$  = 310 Э образца без буферного слоя. При этом энергия обменного взаимодействия равна  $J_{ex}$  = 0,27 эрг/см<sup>2</sup>. Полученное значение  $J_{ex}$  заметно превышает  $J_{ex}$ , указанное в Таблице 1 для АФ FeMn и CrMn, и сравнима с  $J_{ex}$  для NiMn.

## 4.2.4 Исследование температурной зависимости Hex

Для исследования температурной зависимости  $H_{ex}$  и определения температуры блокировки образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм), отожженного при 260 °C в течение 4 ч, проведены измерения петель гистерезиса в интервале температур (27–257) °C. Температурная зависимость поля смещения приведена на Рисунке 4.12.



Рисунок 4.12 — Температурная зависимость  $H_{ex}$  образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжига при 260 °C в течение 4 ч.

Из Рисунка 4.12 видно, что  $H_{ex}$  сохраняется постоянным до 127 °С, после чего уменьшается. Определенная экстраполяцией (пунктирная линия на Рисунке 4.12) температура блокировки  $T_b \cong 270$  °С. Полученное значение заметно превышает температуры блокировки для системы Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> ( $T_b$ =170 °С, см. параграф 3.4) и для системы ФМ/АФ, включающей антиферромагнитный слой FeMn ((120–190) °С), и сопоставимо с  $T_b$  системы с АФ слоем IrMn ((240–290) °С), широко используемой при разработке элементов магнитной памяти [7].

Ha 4.13 Рисунке показаны петли гистерезиса отожженного образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм). Петля (1) получена при комнатной температуре после измерений при 127 °С. Эти данные свидетельствуют о том, что смещение петли гистерезиса обратимо. Петля (2) – при температуре измерения 257 °С. Уменьшение магнитного момента при повышении температуры измерений обусловлено приближением к точке Кюри. Последующее измерение *m*(*H*) при комнатной температуре показало, что магнитный момент составляет  $m=1,8\cdot10^{-4}$  Гс·см<sup>3</sup> и соответствует значению *m* до начала цикла измерений, то есть объемная доля ФМ сохранилась, что свидетельствует об устойчивости образовавшейся упорядоченной АФ фазы NiFeMn.



Рисунок 4.13 – Петли магнитного гистерезиса образца 3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) после отжига при 260 °C: петля магнитного гистерезиса, полученная после измерения при 127 °C с последующим охлаждением до комнатной температуры (1); петля магнитного гистерезиса, измеренная при 257 °C (2)

Таким образом, для отожженной наноструктуры  $Al_2O_3/Ni_{77}Fe_{23}(5hm)/Mn(50hm)/Ni_{77}Fe_{23}(30hm)/Ta(5hm) с упорядоченной AФ фазой NiFeMn <math>T_b=270$  °C, причем смещение петли магнитного гистерезиса обратимо. Полученная упорядоченная AФ фаза NiFeMn перспективна для использования в спиновых клапанах вследствие высокой температуры блокировки и высоких значений поля обменного смещения. На её основе возможно создание спиновых клапанов с повышенной термостабильностью.

#### Выводы по Главе 4

1. Показано, что в однослойных пленках  $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Mn_{40}$  и  $(Ni_{80}Fe_{20})_{40}Mn_{60}$  упорядоченная АФ фаза при отжиге не образуется, а происходит распад твердого раствора на пермаллой и марганец.

2. Определены оптимальные условия приготовления и режима термомагнитной обработки бислоев марганец/пермаллой, обеспечивающие формирование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn.

3. Установлено, что образование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn в бислоях Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>/Mn, приводит к высокой величине обменного смещения ( $H_{ex} = 380$  Э,  $J_{ex} = 0,27$  эрг/см<sup>2</sup>), и температура блокировки составляет 270 °C.

4. Исследован механизм образования упорядоченной АФ фазы NiFeMn в билоях Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>/Mn. При отжиге марганец проникает в пермаллой по границам кристаллитов, а затем диффундирует от границ в объем матрицы. При этом образования сплошной АФ прослойки между слоями не происходит.

Результаты, изложенные в данной главе опубликованы в работах [135,137,138,140].

# ГЛАВА 5 ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АФ NiFeMn В НАНОСТРУКТУРАХ ТИПА СПИНОВЫЙ КЛАПАН

Как было показано в Главах 3 и 4, тройные сплавы Ni-Fe-Mn и упорядоченная A $\Phi$  фаза NiFeMn могут использоваться для создания однонаправленной анизотропии, следовательно, данные антиферромагнетики могут использоваться в качестве закрепляющего слоя в спиновых клапанах. Таким образом, результаты исследований, изложенные в Главах 3 и 4, позволяют создать новые наноструктуры типа «спиновый клапан» с верхним расположением антиферромагнитного сплава (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и вместе с тем разработать технологию приготовления спинового клапана с нижним расположением упорядоченной A $\Phi$  фазы NiFeMn. Отметим, что ранее авторами работы [110] была приготовлен спиновый клапан на основе пленок пермаллоя и марганца. В качестве свободного и пиннингованного слоя использовался пермаллой. Однако, полученный магниторезистивный эффект составлял ~1 %. В то же время известно, что замена пленки пермаллоя на Со или сплав Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> приводит к увеличению спин-зависимого рассеяния и возрастанию магниторезистивного эффекта в спиновом клапане [6]. Следовательно, пленки CoFe представляют больший практический интерес. Поэтому для приготовления спинового клапана с нижним расположением A $\Phi$  фазы NiFeMn в качестве свободного и пиннингованного эффекта в спиновом клапане [6]. Следовательно, пленки CoFe представляют больший практический интерес. Поэтому для приготовления спинового клапана с нижним расположением A $\Phi$  фазы NiFeMn в качестве свободного и пиннингованного эффекта в спиновом клапане [6].

#### 5.1 Спиновый клапан с верхним расположением АФ слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>

Выбор АФ (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> обусловлен максимальной температурой блокировки, полученной в Главе 3, для системы тройных неупорядоченных сплавов Ni-Fe-Mn. Для исследования влияния толщинных параметров на магнитосопротивление и смещение петли пиннингованного слоя была приготовлена серия образцов с общей структурной формулой стекло/Ta/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/Cu/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>/Ta. Схематический вид клапана изображен на Рисунке 5.1.

Буферный слой Та предназначен для лучших условий роста, в частности для формирования текстуры <111> в последующих напыленных слоях. В качестве свободного слоя применен композитный ФМ слой Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>. Композитный слой использовался для повышения степени совершенства текстуры <111>, необходимой для большего магнитосопротивления, т.к. наличие текстуры <111> приводит к уменьшению дефектов кристаллической структуры, повышению  $H_{ex}$  и снижению коэрцитивной силы свободного слоя [6]. Си – немагнитный слой, Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> – пиннингованный слой, (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> – АФ закрепляющий слой. Верхний слой Та служит для защиты клапана от окисления.



Рисунок 5.1 – Схематичный вид спинового клапана стекло/Ta/Ni $_{80}$ Fe $_{20}$ /Co $_{90}$ Fe $_{10}$ /Cu/Co $_{90}$ Fe $_{10}$ /(Ni $_{70}$ Fe $_{30}$ ) $_{20}$ Mn $_{80}$ /Ta

# 5.1.1 Влияние толщины антиферромагнитного и медного слоев на магнитные и магниторезистивные характеристики спинового клапана на основе (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>

На Рисунке 5.2 показаны зависимости поля смещения ( $H_{ex}$ ) и магнитосопротивления  $(\Delta R/R_s)$ от толщины AΦ слоя  $(Ni_{70}Fe_{30})_{20}Mn_{80}$ спинового  $(t_{A\Phi})$ клапана стекло/Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Сu(2,4нм)/Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(t<sub>AΦ</sub>)/ Ta(3нм). При изменении толщины  $t_{A\Phi} = 15, 20, 25, 30$  нм были получены следующие значения  $H_{ex}$ : 30, 65, 80, 30 Э – и  $\Delta R/R_s$ : 5,63, 6,77, 6,95, 5,89 %, – соответственно. Из Рисунка 5.2 видно, что на зависимостях имеется максимум. Сочетание максимальных значений магниторезистивного эффекта и смещения петли пиннингованного слоя Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> получены при толщине антиферромагнитного слоя  $t_{A\Phi} = 25$  нм. При этой толщине  $\Delta R/R_s = 6,95$  %.



Рисунок 5.2 – Зависимости поля смещения  $H_{ex}$  (а) и магнитосопротивления $\Delta R/R_s$  (б) от толщины АФ слоя (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> для спинового клапана стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)//Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(2,4нм)/Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>( $t_{A\Phi}$ )/Ta(3нм)

Уменьшение  $H_{ex}$  при толщине АФ слоя более 25 нм может быть объяснено согласно работе [65]. При увеличении толщины АФ слоя происходят изменения в его микроструктуре, в частности увеличивается доля зерен, не дающих вклад в обменный сдвиг. Полученные зависимости качественно согласуются с данными работы [141], в которой исследовались спиновые клапаны такой же композиции, только в качестве пиннигующего слоя использован антиферромагнетик Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>.

Для исследования зависимости магнитосопротивления спинового клапана от толщины медной прослойки были приготовлены образцы с толщиной  $t_{A\Phi}=25$  нм, поскольку при этой толщине наблюдается наибольшее смещение петли гистерезиса пиннингованного слоя Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> и максимальный магниторезистивный эффект.

На Рисунке 5.3 приведена зависимость магнитосопротивления спинового клапана стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu( $t_{Cu}$ )/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(25нм)/T а(3нм) от толщины медной прослойки  $t_{Cu}$ . Полученная зависимость имеет немонотонный

характер и качественно согласуется с данными работы [141]. При увеличении толщины меди происходит сначала рост, а затем уменьшение магнитосопротивления. Увеличение  $\Delta R/R_s$ может быть обусловлено ослаблением межслойного обменного взаимодействия между свободным Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> и пиннингованным слоем Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>, а дальнейшее уменьшение  $\Delta R/R_s$  - с шунтирующим эффектом меди и рассеянием электронов проводимости при переходе между магнитными слоями. Максимальному значению ( $\Delta R/R_s$ ) = 7,30% соответствует  $t_{Cu}$  =2,8 нм. Соответствующая полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана показана на Рисунке 5.4.



Рисунок 5.3 – Зависимость магнитосопротивления спинового клапана стекло /Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu( $t_{Cu}$ )/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(25нм)/Ta(3нм) от толщины меди  $t_{Cu}$ 



Рисунок 5.4 – Полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана стекло /Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(2,8нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(25нм)/Ta(3 нм)

Как видно из Рисунка 5.4, ширина петли гистерезиса свободного слоя составляет  $\Delta H^{\text{free}}$ =16 Э,  $H_{\text{ex}}$ =70 Э, а магниторезистивная чувствительность, определенная как среднее значение для восходящей и нисходящей петли гистерезиса свободного слоя Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>,  $\Delta(\Delta R/R_{\text{s}})/\Delta H$ =0,75 %/Э.

Для сравнения функциональных характеристик спиновых клапанов, содержащих разные АФ материалы, были приготовлены образцы стекло/Та(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)//Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(3,6нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/АФ(25нм)/Та(3нм), где в качестве закрепляющего слоя использованы сплавы (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Соответствующие полевые зависимости магнитосопротивления показаны на Рисунке 5.5. Полученные величины магнитосопротивления составляют 6,67 % и 6,40 % для клапанов с (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>, соответственно. Ширины петель гистерезиса свободного слоя  $\Delta H^{\text{free}}$  для клапанов с (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>, соответственно. Ширины петель гистерезиса свободного слоя  $\Delta H^{\text{free}}$  для клапанов с (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> составляют 17 и 14 Э, соответственно; для закрепленного слоя Со<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> при использовании (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>  $H_{\text{ex}} = 88$  Э, что немного меньше поля смещения для АФ Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> ( $H_{\text{ex}} = 136$  Э).



Рисунок 5.5 – Полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана стекло /Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(3,6нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/A $\Phi$ (25нм)/Ta(3нм), A $\Phi$  – (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> и Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>

Таким образом, создана новая структура типа «спиновый клапан» -

стекло /Ta/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/Cu/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>/Ta с верхним расположением АФ сплава Ni-Fe-Mn. Изучено влияние толщинных параметров на магнитные и магниторезистивные свойства спинового клапана, определены оптимальные толщины АФ и медного слоев, обеспечивающие максимальное магнитосопротивление и  $H_{ex}$  в такой структуре. Магнитосопротивление спинового клапана, содержащего АФ слой Ni-Fe-Mn, составляет ~ 7%, а магниторезистивная чувствительность  $\Delta(\Delta R/R_s)/\Delta H = 0.75\%/Э$ .

Функциональные характеристики данных наноструктур не уступают характеристикам спиновых клапанов с АФ слоем Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>. Полученные данные демонстрируют возможность применения неупорядоченного сплава Ni-Fe-Mn в качестве закрепляющего слоя в спиновых клапанах.

# 5.2 Спиновый клапан с АФ упорядоченной фазой NiFeMn

Для создания спиновых клапанов с упорядоченной АФ фазой NiFeMn была разработана методика приготовления структур данного типа, которая включает следующие этапы:

 – формирование упорядоченной АФ фазы при помощи термомагнитной обработки бислоев марганец/пермаллой;

- ионное травление приготовленного образца для удаления поверхностного слоя;

 магнетронное напыление на подготовленный образец слоистой структуры, состоящей из ферромагнитных и немагнитных слоев;

– отжиг приготовленного образца в магнитном поле выше температуры блокировки.

Для формирования упорядоченной антиферромагнитной фазы использовался метод, описанный в параграфе 4.2. Состав образца и режим термомагнитной обработки выбирался выбирались таким образом, чтобы В структуре  $Al_2O_3/$ Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) получить максимальное поле смещения и температуру блокировки. Сразу после напыления образец отжигался в магнитном поле при температуре 260 °С в течение 4 ч без разгерметизации вакуумной камеры. После этого наноструктура переносилась в установку для ионного травления. Продолжительность ионного травления выбиралась таким образом (20 и 30 мин), чтобы гарантированно удалить загрязненный поверхностный слой и оставить в образце ферромагнитную область и область упорядоченной АФ фазы, необходимые для возникновения однонаправленной анизотропии в ФМ слое, напыленном на поверхность образца после травления. Как было показано в параграфе 4.2.2, упорядоченная АФ фаза существует приблизительно до 50 нм (см. Рисунок 4.116).

Оказалось, что приемлемыми характеристиками обладает структура, при приготовлении которой использовалось ионное травление продолжительностью 20 мин. При этом с отожженного образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) удаляется слой толщиной приблизительно 30 нм. Далее в тексте такая структура будет обозначена как Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn.

После травления образец Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn помещался в камеру загрузки магнетронной установки, оснащенную радиочастотным магнетроном для очистки подложек методом обратного распыления. Продолжительность распыления, соответствующая удалению слоя толщиной 5 нм, составляла 4 мин. Слой толщиной 5 нм необходимо удалить, т.к. при переносе образца из установки ионного травления в магнетронную установку на поверхности образца адсорбируются атомы кислорода и углерода. После удаления слоя, образец перемещался в камеру металлов, и производилось магнетронное напыление слоев Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> и Ta. Магнитное поле при напылении было параллельно направлению оси однонаправленной анизотропии, образовавшейся в результате термомагнитной обработки исходного образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм).

82

После магнетронного напыления образец  $Al_2O_3/NiFeMn/Co_{90}Fe_{10}(10HM)/Ta(5HM)$  был отожжен в магнитном поле при температуре  $T_{oTx}=300$  °C в течение 15 мин ( $T_{oTx}=300$  °C, что выше  $T_b=270$  °C для  $Al_2O_3/Ni_{77}Fe_{23}(5HM)/Mn(50HM)/Ni_{77}Fe_{23}(30HM)/Ta(5HM)$ , определенной в параграфе 4.2.4)

На Рисунке 5.6 показаны петли магнитного гистерезиса структуры Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(10нм)/Ta(5нм). Продолжительность ионного травления перед магнетронным напылением Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> и Ta составляла 20 и 30 мин.



Рисунок 5.6 – Петли магнитного гистерезиса Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(10нм)/Ta(5нм). Ионное травление в течение 20 мин (1) и 30 мин (2)

Как видно из Рисунка 5.6, смещенная петля гистерезиса наблюдается только в случае травления отожженного образца в течение 20 мин. Сдвиг петли гистерезиса составляет  $H_{\rm ex}$ =100 Э,  $H_{\rm c}$ =50 Э. При этом между напыленным слоем Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> и ФМ областью образца после травления существует прямая обменная связь, приводящая к перемагничиванию их как единого целого. При увеличении продолжительности травления до 30 мин смещение петли не происходит, вследствие отсутствия в отожженном образце ФМ областей с упорядоченной АФ фазой.

Таким образом, установлено, что для дальнейшего создания структуры типа «спиновый клапан» наиболее оптимальным является режим ионного травления отожженного образца Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) в течение 20 мин.

Полученные результаты позволили разработать технологический цикл приготовления наноструктуры типа «спиновый клапан» с нижним расположением АФ упорядоченной фазы NiFeMn, включающий следующие операции:

- формирование упорядоченной АФ фазы NiFeMn в образце

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) путем термомагнитной обработки при 260 °C в течение 4 ч;

- ионное травление в течение 20 мин образца

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(5нм)/Mn(50нм)/Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>(30нм)/Ta(5нм) для удаления поверхностного слоя;

– магнетронное напыление на подготовленный образец Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn слоистой структуры, состоящей из ферромагнитных слоев Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>, разделенных Cu;

 отжиг приготовленного образца в магнитном поле выше температуры блокировки в течение 15 мин.

На Рисунке 5.7 показана полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана  $Al_2O_3/NiFeMn/Co_{90}Fe_{10}(5,5HM)/Cu(3,6HM)/Co_{90}Fe_{10}(5,5HM)/Ta(5HM)$  после отжига в магнитном поле при температуре 300 °C в течение 15 мин. Магнитосопротивление такой структуры составляет  $\Delta R/R_s = 3,8$  %. Это значение существенно выше величины эффекта, полученного в [110]. Поскольку замена пермаллоя в свободном и пиннингованном слоях на Со или сплав  $Co_{90}Fe_{10}$  приводит к увеличению спин-зависимого рассеяния и возрастанию магниторезистивного эффекта в спиновом клапане [6].



Рисунок 5.7 – Полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NiFeMn/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(3,6нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Ta(5нм)

Таким образом, разработана технология создания спинового клапана на основе упорядоченной АФ фазы NiFeMn. Создан спиновый клапан с ГМС, превышающим ГМС известных структур, и доказана возможность использования упорядоченной АФ фазы NiFeMn в качестве закрепляющего слоя в спиновом клапане.

#### Выводы по Главе 5

1. Создана новая структура типа «спиновый клапан» с верхним расположением тройного сплава (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>.

2. Установлены оптимальные толщины АФ и медного слоев в спиновом клапане стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>/Ta(3нм), обеспечивающие максимальный магниторезистивный эффект  $\Delta R/R_s = 7,3\%$  и смещение петли пиннингованного слоя  $H_{\rm ex} = 80$  Э.

3. Магниторезистивная чувствительность нового спинового клапана стекло/Ta(5нм)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/Cu(2,8нм)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(5,5нм)/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>(25н м)/Ta(3нм) составляет ( $\Delta R/R_s$ )/ $\Delta H = 0,75$  %/Э. Функциональные характеристики созданного спинового клапана не уступают характеристикам клапанов с АФ слоем Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>.

4. Разработана оригинальная методика создания наноструктур «спиновый клапан» с нижним расположением упорядоченной A $\Phi$  фазы NiFeMn, обладающей высокой температурной стабильностью. Магниторезистивный эффект такого типа структур составляет ( $\Delta R/R_s$ ) ~ 4%.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работах [39,136].

#### Заключение

В результате исследования новых созданных наноструктур с антиферромагнитным тройным сплавом Ni-Fe-Mn показано, что данный сплав может быть использован в качестве закрепляющего слоя в спиновых клапанах.

Установлен механизм формирования упорядоченной антиферромагнитной NiFeMn фазы при термомагнитной обработке бислоев марганец/пермаллой. Показано, что при отжиге марганец проникает в пермаллой по границам кристаллитов, а затем диффундирует от границ в приграничные объемы матрицы. При этом образования сплошной AФ прослойки между слоями не происходит. Формирование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn в бислоях Ni<sub>77</sub>Fe<sub>23</sub>/Mn, приводит к высокой величине обменного смещения ( $H_{ex}$ =380 Э,  $J_{ex}$ =0,27 эрг/см<sup>2</sup>) с температурой блокировки 270 °C. Полученные характеристики сопоставимы с характеристиками сплава IrMn.

Определена минимальная толщина А $\Phi$  слоя  $t_{min}$  (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub> в наноструктурах Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>, необходимая для возникновения смещенной петли магнитного гистерезиса.

Установлены оптимальные условия получения слоистых наноструктур с заданными магнитными свойствами (температурой блокировки, полем смещения петли магнитного гистерезиса) путем изменения состава сплава Ni-Fe-Mn, типа подложки, толщин слоёв и технологических режимов. При увеличении концентрации марганца ( $x_{Mn}$ ) до 80 ат. % в двухслойной наноструктуре Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> увеличивается  $T_b$ . Максимальная  $T_b = 170$  °C получена для образца с АФ слоем (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>. Показано, что тип подложки оказывает существенное влияние на магнитные характеристики бислоев Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>30</sub>Mn<sub>70</sub>: использование стеклянной подложки приводит к пятикратному увеличению  $H_{ex}$  по сравнению с  $H_{ex}$  структур, приготовленных на сапфировой подложке. Различия в величине  $H_{ex}$ , связаны с формированием в образцах текстуры <111>, зависящей от шероховатости подложек.

Создан оригинальный спиновый клапан с верхним расположением сплава (Ni<sub>70</sub>Fe<sub>30</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>, с магнитосопротивлением ~ 7% в поле 16 Э и магниторезистивной чувствительностью ~ 0,75%/Э.

Разработан полный технологический цикл приготовления наноструктур типа «спиновый клапан» с нижним расположением упорядоченной A $\Phi$  фазы NiFeMn, обладающей высокой температурной стабильностью. Магниторезистивный эффект такого типа структур составляет  $\Delta R/R_s \sim 4\%$ .

# Список сокращений и условных обозначений, использованных в диссертации

*R*<sub>ap</sub> – сопротивление образца при антипараллельной ориентации намагниченности в соседних слоях.

*R*<sub>p</sub> – сопротивление образца при параллельной ориентации намагниченности в соседних слоях.

*R*(0) – сопротивление образца в нулевом магнитном поле.

R(H) – сопротивление образца в магнитном поле H.

*H*<sub>s</sub> – поле насыщения.

*l* –средняя длина свободного пробега электронов.

 $E_{F}$  – энергия Ферми.

Э-эрстед

ГМС – гигантское магнитосопротивление

СІР – геометрия, когда ток протекает в направлении, параллельном слоям многослойной структуры.

СРР– геометрия, когда ток протекает в направлении, перпендикулярном слоям многослойной структуры.

ФМ – ферромагнетик, ферромагнитный

АФ – антиферромагнетик, антиферромагнитный

 $M_{\rm s}$  – намагниченность насыщения

*K*<sub>u</sub> и *K*<sub>1</sub> – константы однонаправленной и одноосной анизотропии

H- приложенное поле

 $t_{\Phi M}$  – толщина  $\Phi M$  слоя

 $t_{A\Phi}$  – толщина А $\Phi$  слоя

 $K_{\Phi M}$  – анизотропия  $\Phi M$ 

 $K_{\Phi M}$  – анизотропия АФ

 $J_{\rm ex}$  – плотность энергии обменного взаимодействия на границе раздела  $\Phi M/A\Phi$ 

*T*<sub>b</sub> – температура блокировки

 $H_{\rm ex}$ -поле смещения

*T*<sub>N</sub>-температура Нееля

ГЦК – гранецентрированная кубическая (решётка)

*H*<sub>c</sub> – коэрцитивная сила

 $H_{\rm s}$  – поле насыщения

*l* – средняя длина свободного пробега электронов

*Т*<sub>С</sub> – температура Кюри

*Т*-температура

*F*<sub>f</sub> – свободный слой

- F<sub>p</sub>-закрепленный (пиннингованый) ферромагнитный слой
- NM немагнитный слой
- *H*<sub>in</sub> поле межслоевого взаимодействия
- *Т*<sub>отж</sub> температура отжига
- $M_{\rm s}^{\ 0}-$  намагниченность насыщения исходного образца
- $\Delta H^{\text{free}}$  ширина петли гистерезиса свободного слоя
- $\Delta R/R_{\rm s}$  магнитосопротивление
- *x*<sub>Mn</sub> концентрация марганца
- t<sub>min</sub> минимальная толщина антиферромагнитного слоя
- а параметр кристаллической решетки
- модель М-Б модель Майкледжона и Бина

#### Благодарности

Автор выражает огромную благодарность и признательность научному руководителю Попову Владимиру Владимировичу за помощь на всех этапах работы.

Благодарит Миляева Михаила Анатольевича за советы и обсуждение полученных результатов. Автор благодарит Криницину Т.П. за проведенные электронномикроскопические исследования и Воронина В.И. за проведенные нейтронографические исследования. Автор выражает признательность и благодарность коллективам лабораторий диффузии и электрических явлений за оказанную помощь, особенно Матвееву С.А., Наумовой Л.И., Проглядо В.В., Максимовой И.К., Патракову Е.И.

# Список Литературы

- Binasch, G. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange / G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, and W. Zinn // Phys. Rev. B. – 1989. – Vol.39. – No.7. – P.4828-4830.
- Baibich, M. N. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices/ M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas // Phys. Rev. Lett. 1988. Vol.61. No.7. P.2472-2475.
- 3. GMR Sensors Data Book, NVE Corporation, Minnesota, 2003, P.82. http://www.cs.cmu.edu/~sensing-sensors/readings/GMR\_sensor\_catalog.pdf
- Parkin, S. S. P. Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr / S. S. P. Parkin, N. More, and K. P. Roche // Phys.Rev. Lett. – 1990. – Vol.64. – P.2304-2307.
- Dieny, B. Giant magnetoresistance in soft ferromagnetic multilayers / B. Dieny , V.S. Speriosu, S.S.P. Parkin, B.A. Gurney, D.R Wilhoit, D. Mauri // Phys.Rev.B. – 1991. – Vol.43. – No.1. – P.1297-1300.
- Coehoorn, R. Giant Magnetoresistance and Magnetic Interactions in Exchange-Biased Spin-Valves, in: K.H.J. Buschow (Ed.), Handbook of magnetic materials, – V.15. – Elsevier B.V., Amsterdam, 2003, P.1 – 199.
- Freitas, P.P. Magnetoresistive sensors / P.P. Freitas, R. Ferreira, S. Cardoso, F. Cardoso, // J. Phys.: Condens. Matt. – 2007. – Vol.19. – No.16. – P.165221-1–21.
- Меньшиков, А.З. Аморфный магнетизм в железоникельмарганцевых сплавах / А.З. Меньшиков, В.А. Казанцев, Н.Н. // Письма в ЖЭТФ. 1976. Т.23. № 1. С.6-10.
- Глазер, А.А. Температурная зависимость магнитных свойств тонких плёнок пермаллоймарганец с обменной анизотропией / А.А. Глазер, А.П. Потапов, Р.П. Тагиров, Л.Д. Уряшева, Я.С. Шур // ФММ. – 1967. – Т.ХХХ1. – №5. – С.735-738.
- Chappert, C. The emergence of spin electronics in data storage / C. Chappert, A. Fert, F. Nguyen Van Dau // Nature Materials 2007. Vol.6. P.813-823.
- Grünberg, P. Layered magnetic structures: evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers / P. Grungerg, R. Schreiber, Y. Pang, M.B. Brodsky, H. Soweis // Phys. Rev. Lett. – 1986. – Vol.57. – No.19. – P.2442-2445.
- Grünberg, P. Layered magnetiv structures in research and applications / P. Grungerg // Acta mater. – 2000 – Vol.48. – P.239-251.

- 13. Никитин, С.А. Гигантское Магнитосопротивление / С.А. Никитин // Соровский образовательный журнал 2004. Т.8. №2. С.92-98.
- Parkin, S.S.P. Giant Magnetoresistance in Antiferromagnetic Co/Cu Multilayers / S.S.P. Parkin,
   Z. G. Li, and D. J. Smith // Appl. Phys. Lett. 1991. Vol.58. –No.23. P.2710-2712.
- Rodmacq, B. Giant magnetoresistance in Ag/Ni superiattices / B. Rodmacq, B. George, M. Vaezzadeh, Ph. Mangin // Phys. Rev. B. 1992. Vol.46. No.2. P.1206-1208.
- 16. White, R. L. Giant magnetoresistance materials and their potential as read head sensors / R.L. White // IEEE Trans. on Magn. 1994– Vol.30. No.2. P.346-352.
- Dupas, C. Very large magnetoresistance effects induced by antiparallel magnetization in two ultrathin cobalt films / C. Dupas, P. Beauvillain, C. Chappert, J.P. Renadr, F. Trigui, P. Veillet, E. Vélu, D. Renara // J. Appl. Phys. –1990. –Vol.67. – No.9. – P.5680-5682.
- Yamamoto, H., Magnetoresistance of non-coupled NiFe/Cu/Co/Cu multilayers / H.Yamamoto, T. Okiyama, H. Dohnjmae, T. Shinjo // J. Magn. Magn. Mater. –1993. –Vol.126. – No.1-3. – P.437-439.
- Li, Tie. Giant magnetoresistance effect in Ni buffered Co/Cu/Co sandwich / Tie Li // Science in China (Series E) – 2002. – Vol.45. – No. 2. P.166-174.
- Устинов, В.В. Высокочувствительный безгистерезисный спиновый клапан с композитным свободным слоем /В.В. Устинов, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Н.С. Банникова, Т.П. Криницина // ФММ. 2012. Т.113. № 4. С.363-371.
- Наумова, Л.И. Безгистерезисные спиновые клапаны с неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии / Л.И. Наумова, М.А. Миляев, Т.А. Чернышова, В.В. Проглядо, И.Ю. Каменский, В.В. Устинов // ФТТ. 2014. Т.56. №6. С.1082-1087.
- Bass, J. Current-perpendicular (CPP) magnetoresistance in magnetic metallic multilayers / J. Bass, W. P. Pratt // J. Magn. Magn. Mater. – 1999. – Vol.200. – No.1-3. – P.274-289.
- 23. Meiklejohn, W.H. New Magnetic anisotropy / W.H. Meiklejohn, C.P. Bean // Phys. Rev. 1957. Vol.105. No.3. P.904-913.
- 24. Jacobs, I.S. Magnetism, in: H. Suhl (Ed.), G.T. Rado, Academic Press, New York, 1963, P. 271.
- 25. March, N.H. Cooperative magnetic properties in single- and two-phase 3d metallic alloys relevant to exchange and magnetocrystalline anisotropy / N.H. March, P. Lambin, F. Herman // J. Magn.Magn. Mater. 1984. Vol.44. No.1-2. P.1-19.
- 26. Meiklejohn, W.H. New Magnetic anisotropy / W.H. Meiklejohn, C.P. Bean // Phys. Rev. 1956. Vol.102. P.1413-1414.
- 27. Meiklejohn, W.H. Exchange anisotropy-a review / W.H. Meiklejohn // J. Appl. Phys. 1962. Vol.33. No.3. P.1328-1336.

- 28. Yelon, A. in: M. H. Francombe, R. W. Hoffman (Ed.), Physics of Thin Films, Vol. 6. Academic Press, New York, 1971. P.205.
- Moran, T.J. Increased exchange anisotropy due to disorder at permalloy/CoO interfaces / T.J. Moran, J. M. Gallego and I. K. Schuller // J. Appl. Phys. – 1995. – Vol.78. – No.3. – P.1887-1891.
- 30. Berkowitz, A.E. Exchange Anisotropy and Strain Interactions in the Ni-NiO System / A.E. Berkowitz, J. H. Greiner // J. Appl. Phys. 1965. Vol.36. No.10. P.3330-3341.
- Jungblut, R. Orientational dependence of the exchange biasing in molecular-beam-epitaxy-grown Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> bilayers (invited) / R. Jungblut, R. Coehoorn, M. T. Johnson, J. aan de Stegge and A. Reinders // J. Appl. Phys. 1994. Vol.75. No.10. P.6659-6664.
- 32. Takahashi, M. A Study of Exchange Anisotropy in Co-CoO Evaporated Thin Films / M. Takanashi, A. Yanai, S. Taguchi and T. Suzuki // The Japan Society of Applied Physics 1980. Vol.19. P.1093-1106.
- 33. van der Zaag, P. J. A study of the magnitude of exchange biasing in [111] Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CoO bilayers / P.J. van der Zaag, R. M. Wolf, A. R. Ball and C. Bordel, L. F. Feiner, R. Jungblut // J. Magn. Magn. Mater. 1995. Vol.148. No.1-2. P.346-348.
- 34. Cain, W. C. Investigation of the exchange mechanism in NiFe-TbCo bilayers / W.C. Cain, M. H. Kryder // J. Appl. Phys. 1990. Vol.67. No.9. P.5722-5725.
- 35. Zheng, R. K. Exchange bias and the origin of magnetism in Mn-doped ZnO tetrapods / R.K. Zheng, H. Liu, X. X. Zhang, V. A. L. Roy and A. B. Djurisic // Appl. Phys. Lett. 2004. Vol.85. No.13. P.2589-2591.
- 36. Eid, K. F. Exchange biasing of the ferromagnetic semiconductor Ga<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub>As / K.F. Eid, M. B. Stone, K.C. Ku, O. Maksimov, P. Schiffer, N. Samarth, T. C. Shih and C. J. Palmstrom // Appl. Phys. Lett. 2004. Vol.85. No.9. P.1556-1558.
- 37. Lin, H. T. Enhancement of exchange coupling between GaMnAs and IrMn with self-organized Mn(Ga)As at the interface / H.T. Lin, Y. F. Chen, P.W. Huang, S.H. Wang, J.H. Huang, C.H. Lai, W.N. Lee and T.S. Chin // Appl. Phys. Lett. – 2006. – Vol.89. – No.26. – P.262502 -3.
- 38. Huang, P.-H. Coexistence of exchange-bias fields and vertical magnetization shifts in ZnCoO/NiO system / P.-H. Huang, H.-H. Huang and C.-H. Lai // Appl. Phys. Lett. – 2007. – Vol.90. – No.6. – P.062509-3.
- Blinov, I.V. Unidirectional Anisotropy In Nanostructures With Antiferromagnetic NiFeMn Layer / I.V. Blinov, T.P. Krinitsina, M.A. Milyaev, V.V. Popov, V.V. Ustinov // Sol. Stat. Phenomena. – 2015. – Vol.233-234. – P.517-521.

- 40. Sharrock, M. P. Recent advances in metal particulate recording media: toward the ultimate particle / M.P. Sharock // IEEE Trans. Magn. 2000. Vol. 36. No.5. P.2420-2425.
- Sort, J. Room-temperature coercivity enhancement in mechanically alloyed antiferromagneticferromagnetic powders / J. Sort, J. Nogués, X. Amils, S. Suriñach, J.S. Muñoz, M. D. Baró // Appl. Phys. Lett. – 1999. – Vol.75. – No.20. – P.3177-3179.
- 42. Barbic, M. Magnetic nanostructures as amplifiers of transverse fields in magnetic resonance / M. Barbic, A. Scherer // Solid State Nucl. Magn. Reson. 2005. Vol.28. No.2-4. P.91-105.
- 43. Matsuzono, A. Study on requirements for shielded current perpendicular to the plane spin valve heads based on dynamic read tests / A. Matsuzono, S. Terada, H. Ono, A. Furukawa, T. Sone, S. Sasaki, Y. Kakihara, Y. Takeda, N. Chiyokubo and H. Matsuki // J. Appl. Phys. – 2002. – Vol.91. – No.10. – P.7267-7269.
- 44. Tanaka, A. Spin-valve heads in the current-perpendicular-to-plane mode for ultrahigh-density. recording / A. Tanaka, Y. Shimizu, Y. Seyama, K. Nagasaka, R. Kondo, H. Oshima, S. Eguchi and H. Kanai // IEEE Trans. Magn. – 2002. – Vol.38. – No.1. – P.84-88.
- 45. Gallagher, W. J. Development of the magnetic tunnel junction MRAM at IBM: From first junctions to a 16-Mb MRAM demonstrator chip // W.J. Gallagher, S. S. P. Parkin // IBM J. Res. & Dev. 2006. Vol.50. No.1. P.5-23.
- 46. Parkin, S. Magnetically engineered spintronic sensors and memory / S. Parkin, X. Jiang, C. Kaiser, A. Panchula, K. Roche and M. Samant. // Proceeding of the IEEE 2003. Vol.91. No.5. P.661-680.
- 47. Пат. 5206590 США. Magnetoresistive sensor based on the spin valve effect / B. Dieny, B. A. Gurney, S. E. Lambert, D. Mauri, S. S. P. Parkin, V. S. Speriosu, D. R. Wilhoit. Опубл. 27.04.93.
- 48. Пат. 5465185 США. Magnetoresistive spin valve sensor with improved pinned ferromagnetic layer and magnetic recording system using the sensor / D. E. Heim, S. S. P. Parkin. Опубл. 07.11.95.
- 49. Пат. 5287238 США. Dual spin valve magnetoresistive sensor / P. M. Baumgart, B. Dieny, B. A. Gurney, J. P. Nozieres, V. S. Speriosu, D. R. Wilhoit. Опубл.15.02.94.
- Berkowitz, A. E. Exchange anisotropy a review / A.E. Berkowitz, K. Takano // J. Magn. Magn. Mat. – 1999. – Vol.200. – P.552-570.
- 51. Radu, F., Magnetic Heterostructures: Advances and Perspectives in Spinstructures and Spintransport, F. Radu, H. Zabel in: H. Zabel, S.D. Bade (Ed.), Series: Springer Tracts in Modern Physics, – Vol.227. –Springer-Verlag, Berlin, 2008, PP. 97-184.

- Nogués, J. Exchange bias in nanostructures / J. Nogues, J. Sort, V. Langlais, V. Skumreyev, S. Surinach, J. S. Munoz and M. D. Baro // Phys. Reports 2005. Vol.422. P.65-117.
- 53. Nogués, J. Exchange bias / J. Nogues, I. K. Schuller // J. Magn. Magn. Mat. 1999. Vol.192.
   P.203-232.
- 54. Stamps, R.L. Mechanisms for Exchange Bias / R.L. Stamps // J. Phys. D: Appl. Phys. 2000. Vol.33. P.R247–R268.
- 55. Kiwi, M. Exchange bias theory / M. Kiwi // J. Magn. Magn. Mater. 2001. Vol.234. P.584-595.
- 56. Schuller, I. K. Unusual Phenomena in Exchange-Biased Nanostructures / I.K.Schuller // Mat. Res. Soc. Bull. – 2004. – Vol.29. –P.642-646.
- 57. Nogués, J. Exchange bias in ferromagnetic nanoparticles embedded in an antiferromagnetic matrix / J.Nogues, J. Sort, V. Langlais, S. Doppiu, B. Dieny, J. S. Munoz, S. Surinach, M. D. Baro, S. Stoyanov, Y. Zhang // International Journal of Nanotechnology 2005. Vol.2. No.1/2. P.23-42.
- 58. Bürgler, D. E., Grünberg P. A., in: R. Waser (Ed.), Nanoelectronics and Information Technology: advanced electronic materials and novel devices, – Ch.4. – Wiley-VCH, Weinheim, 2003, P.1001.
- 59. Jiang, J.S. Exchange-bias effect in Fe/Cr(211) double superlattice structures / J.S. Jiang, G.P. Felcher, A. Inomata, R. Goyette, C. Nelson, S.D. Bader // Phys. Rev. B 2000. Vol.61. No.14. P.9653-9656.
- 60. Grimsditch, M. Exchange-Induced Anisotropies at Ferromagnetic-Antiferromagnetic Interfaces above and below the Néel Temperature / M. Grimsditch, A. Hoffmann, P. Vavassori, H. Shi, D. Lederman // Phys. Rev. Lett. – 2003. – Vol.90. – No.25. – P.257201-.
- Nogués, J. Large exchange bias and its connection to interface structure in FeF<sub>2</sub>–Fe bilayers / J.
   Nogues, D. Lederman, T. J. Moran, I. K. Schuller, K. V. Rao // Appl. Phys. Lett. 1996. –
   Vol.68. No.22. P.3186-3188.
- 62. Leighton, C. Thickness-dependent coercive mechanisms in exchange-biased bilayers / C. Leighton, M.R. Fitzsimmons, A. Hoffmann, J. Dura, C.F. Majkrzak, M.S. Lund, I.K. Schuller // Phys. Rev. B 2002. Vol.65. No.6. P.064403.
- 63. Zhuo, S.M. Dependence of exchange coupling in permalloy/Cr<sub>82</sub>Al<sub>18</sub> bilayers on the constituent layer thickness / S.M. Zhuo, K. Liu, C. L. Chien // J. Appl. Phys. – 2000. – Vol.87. – No.9. – P.6659-6661.
- 64. Stiles, M.D. Coercivity in exchange-bias bilayers / M.D. Stiles, R.D. McMichael // Phys. Rev. B 2001. Vol.63. No.6. P.064405.

- 65. O'Grady, K. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films / K. O'Grady, L.E Fernandez-Outon, G Vallejo-Fernandez // J. Magn. Magn. Mater. – 2010. – Vol.332. – P.883-899.
- Smardz, L. Temperature and thickness dependence of unidirectional magnetic anisotropy effects in Co/CoO thin films / L. Smardz, U. Kobler, W. Zinn // Vacuum – 1991. – Vol.42. – P.283-285.
- 67. Hagedorn, F.B. Exchange Anisotropy in Oxidized Permalloy Thin Films at Low Temperatures / F.B. Hagedorn // J. Appl. Phys. 1967. Vol.38. No.9. P.3641-3645.
- 68. Tsunoda, M. Effect of surface cleaning of substrate on the exchange coupling field in Ni-Fe/25at%Ni-Mn films / M. Tsunoda, M. Konoto, M. Takahashi // IEEE Trans.Magn. – 1997. – Vol.33. – No.5. – P.3688-3690.
- 69. Середкин, В.А. Квазистатическое перемагничивание пленок с ферро-ферримагнитным обменным взаимодействием / В.А. Середкин, Фролов Г.И., Яковчук В.Ю. // ФММ. 1987. Т.63. №3. С.457-462.
- 70. Matsumoto, M. Multilayering NiFe/FeMn Antiferromagnetic Coupling Films by Sputtering / M. Matsumoto, A. Morisako, S. Takei, S. Taijima // J.Magn. Soc. Japan 1997. Vol.21. No. 4\_2. P. 509-512.
- Lin, X. Magnetic and structural properties of Co/CoO bilayers / X.Lin, G.C. Hadjipanayis, S.I. Shah // J. Appl. Phys. – 1994. – Vol.75. – No.10. – P.6676-6678.
- 72. Chen, Y.J. Exchange effects in molecular-beam-epitaxy grown iron films / Y.J. Chen, D.K. Lottis, E.D. Dahlberg, J.N. Kuznia, A.M. Wowchak, P.I. Cohen // J. Appl. Phys. 1991. Vol.69. No.8. P.4523-4525.
- 73. Tsunoda, M. Microstructure of Antiferromagnetic Layer Affecting on Magnetic Exchange Coupling in Trilayered Ni-Fe/25 at%Ni-Mn/Ni-Fe Films / M. Tsunoda, Y. Tsuchiya, M. Konoto, M. Takahashi // J. Magn. Magn. Mater. – 1997. – Vol.171. – P.29-44.
- 74. Lin, C.L. Magnetic properties of NiFe films exchange-coupled with NiO / C.L. Lin, J.M. Sivertsen, J.H. Judy // IEEE Trans. Magn. 1995. Vol.31. No.6. P.4091-4093.
- 75. Kim, Y.K. Unidirectional anisotropy in exchange coupled NiFe/FeMn system for thin NiFe films / Y.K. Kim, K. Ha, L.L. Rea // IEEE Trans. Magn. – 1995. – Vol.31. – No.6. – P.3823-3825.
- 76. Klemmer, T.J. Exchange induced unidirectional anisotropy observed using Cr–Al antiferromagnetic films / T.J. Klemmer, V.R. Inturi, M.K. Minor, J.A. Barnard // Appl. Phys. Lett. 1997. Vol.70. No.21. P.2915-2917.
- 77. Burkett, S.L. Enhanced Exchange Pinning Field for FeMn Spin-Valves / S.L. Burkett, J.C. Lusth, J.L. Bresowar, M.R. Parker // J. Magn. Magn. Mater. 1997. Vol.168. P.233-236.

- 78. Mauri, D. Novel method for determining the anisotropy constant of MnFe in a NiFe/MnFe sandwich / D.Mauri, E. Kay, D. Scholl, J.K. Howard // J. Appl. Phys. 1987. Vol.62. No.7. P.2929-2932.
- 79. Danan, H. Exchange coupling investigations on epitaxial deposited and superficially oxidized Co and Ni monocrystalline films / H. Danan, H. Gengnagel, J. Steinert, A. Linzen // J. de Phys. (France) Coll. – 1971. – Vol.32. – No.C1. – P.C1-131-C1-133.
- Fujimori, H. Assymetric domain-wall-pinning in antiferromagnetic FeMn/ferromagnetic FeNi coupled films / H.Fujimori, X. Lin, H. Morita, J. de Phys. (France) Coll. 1988. Vol.49. No.C8. P.C8-1931-C8-1932.
- 81. Speriosu, V.S. Standing spinwaves in FeMn/NiFe/FeMn exchange-bias structures / V.S. Speriosu, S.S.P. Parkin, C.H. Wilts // IEEE Trans.Magn. 1987. Vol.23. P.2999-3001.
- Parkin, S.S.P., Speriosu, V.S., in: L.M. Falicov, F. Mejia-Lira, J.L. Mora-Lopez (Ed.), Magnetic Properties of Low-Dimensional Systems II, – Vol.50. – Springer, Berlin, 1990, PP.110-120.
- 83. Han, D.H. NiFe/NiO bilayers with high exchange coupling and low coercive fields / D.H. Han, J.G. Zhu, J.H. Judy // J. Appl. Phys. – 1997. – Vol.81. – No.8. – P.4996-4998.
- 84. Lin, T. Exchange-coupled Ni-Fe/Fe-Mn, Ni-Fe/Ni-Mn and NiO/Ni-Fe films for stabilization of magnetoresistive sensors / T. Lin, C. Tsang, R.E. Fontana Jr., J.K. Howard // IEEE Trans. Magn. – 1995. – Vol.31. – No.6. – P.2585-2590.
- 85. Burkett, S.L. Annealing of spin valves with high exchange pinning fields / S.L. Burkett, S. Kora, J.C. Lusth // IEEE Trans. Magn. 1997. Vol.33. No.5. P.3544-3546.
- 86. Freitas, P.P. Spin-valve sensors exchange-biased by ultrathin TbCo films / P.P. Freitas, J.L. Leal, L.V. Melo, N.J. Oliveira, L. Rod-rigues, A.T. Sousa // Appl. Phys. Lett. 1994. Vol.65. No.4. P.493-495.
- 87. Lederman, D. Finite-size scaling in FeF<sub>2</sub>/ZnF<sub>2</sub> superlattices / D. Lederman, C.A. Ramos, V. Jaccarino, J.L. Cardy // Phys. Rev. B 1993. Vol.48. No.11. P.8365-8375.
- 88. van der Zaag, P.J. Exchange biasing in MBE grown Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CoO bilayers: The antiferromagnetic layer thickness dependence / P.J. van der Zaag, A.R. Ball, L.F. Feiner, R.M. Wolf, P.A.A. van der Heijden // J. Appl. Phys. 1996. Vol.79. No.8. P.5103-5105.
- Umemoto, T. Physical Properties of CoFe/IrMn Spin-Valves Prepared Using Ion Beam Sputtering with an Xe-H<sub>2</sub> Mixture Gas / T.A. Umemoto, A. Maeda, S. Takahashi, T. Tanuma, M.Kume // Jpn. J. Appl. Phys. – 1997. – Vol.36. – No.11. – P.6746-6748.
- 90. Hoshino, K. Magnetoresistance and Interlayer Exchange Coupling between Magnetic Layers in Fe–Mn/Ni–Fe–Co/Cu/Ni–Fe–Co Multilayers / K. Hoshino, S. Noguchi, R. Nakatani, H. Hoshiya, Y.Sugita // Jpn. J. Appl. Phys. – 1994. – Vol.33. – No.3A. – P.1327-1333.

- 91. Soeya, S. Exchange coupling between ferromagnetic fcc Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> and antiferromagnetic bcc CrMnPt films / S. Soeya, H. Hoshiya, M. Fuyama // J. Appl. Phys. 1996. Vol.80. No.2. P.1006-1011.
- 92. Tokunaga, T. Study of interface wall energy in exchange-coupled double-layer film / T. Tokunaga, M. Taguchi, T. Fukami, Y. Nakaki, K.Tsutsumi // J. Appl. Phys. 1990. Vol.67. No.9. P.4417-4419.
- 93. Schlenker, C. Couplage ferro-antiferromagnétique et traînage magnétique dans des couches minces multiples Co-CoO et Ni-NiO Par / C. Schlenker // Phys. Stat. Sol. – 1968. – Vol.28. – No.2. – P.507-517.
- 94. Janssen, M.M.P. Observation of Spin Wave Resonance in Ni Thin Films after Adsorption of Oxygen / M.M.P. Janssen // J. Appl. Phys. – 1970. – Vol.41. – No.1. – P.399-401.
- 95. Lin, X. Magnetic and structural properties of Fe-FeO bilayers / X. Lin, A.S. Murthy, G.C. Hadjipanayis, C. Swann, S.I. Shah // J. Appl. Phys. 1994. Vol.76. No.10. P.6543-6545.
- 96. O'Grady, K. Exchange Anisotropy Effects in NiFe layers and NiFe/Cr Multilayers / K. O'Grady, S.J. Greaves, S.M. Thompson // J. Magn.Magn. Mater. 1996. Vol.156. P. 253-254.
- 97. Miller, B.H. Use of the anisotropic magnetoresistance to measure exchange anisotropy in Co/CoO bilayers / B.H. Miller, E.D. Dahlberg // Appl. Phys. Lett. – 1996. – Vol.69. – No.25. – P.3932-3934.
- 98. Portier, X. HREM study of spin valves with MnNi pinning layer / X. Portier, A.K. Petford-Long, T.C. Anthony // IEEE Trans. Magn. – 1997. – Vol. 33. – No.5. – P.3679-3681.
- 99. Lin, T. Improved exchange coupling between ferromagnetic Ni-Fe and antiferromagnetic Ni-Mn-based films / T. Lin, D. Mauri, N. Staud, C. Hwang, J.K. Howard // Appl. Phys. Lett. – 1994. – Vol.65. – No.9. – P.1183-1185.
- Greiner, J.H. Exchange Anisotropy Properties in Sulfided Iron Films / J.H. Greiner //J. Appl. Phys. – 1966. – Vol.37. – No.3. – P.1474-1475.
- 101. Kuhlow, B. Critical curves of thin ferromagnetic films with antiferromagnetic exchange coupling / B. Kuhlow, M. Lambeck, H. Schroeder-Furst, J. Wortman // Phys. Lett. A – 1971. – Vol.34. – No.4. – P.223-224.
- Lederman, D. Exchange anisotropy and the antiferromagnetic surface order parameter / D.Ledeman, J. Nogues, I.K. Schuller // Phys. Rev. B – 1997. – Vol. 56. – No.5. – P.2332-2335.
- 103. Tsuchiya, Y. Exchange anisotropy of CrN<sub>x</sub>/FeN<sub>y</sub>/CrN<sub>x</sub> trilayer thin films prepared by reactive sputtering / Y. Tsuchiya, K. Kosuge, S. Yamaguchi, N. Nakayama // Mater. Trans. JIM 1997. Vol.38. P.91-98.

- 104. Hellman, F. Unexpected unidirectional anisotropy in amorphous Tb-Fe/Ni-Fe-Mo bilayer films / F. Hellman, R.B. van Dover, E.M. Gyorgy // Appl. Phys.Lett. – 1987. – Vol.50. – No.5. – P.296-298.
- Dimitrov, D.V. Magnetic properties of exchange-coupled Fe/FeO bilayers / D.A. Dimitrov,
   A.S. Murthy, G.C. Hadjipanayis, C.P.Swann // J. Appl. Phys. 1996. Vol.79. No.8. –
   P.5106-5108.
- 106. Ball, A.R. Polarized neutron reflectometry studies of magnetic oxidic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CoO multilayers / A.R. Ball, H. Fredrikze, D.M. Lind, R.M. Wolf, P.J.H. Bloemen, M.T. Rekveldt, P.J. van der Zaag // Physica B Condensed matter 1996. Vol.221. No.1-4. P.388-392.
- Berry, S.D. Magnetization changes with modulation period in Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/NiO superlattices / S.D.
   Berry, D.M. Lind, G. Chern, H. Mathias // J. Magn.Magn. Mater. 1993. Vol.123. No.1-2.
   P.126-132.
- 108. Singh Naiwa, Hari, Handbook of thin film materials: Nanomaterials and magnetic thin films,
   Vol.5 Elsevier Inc., Amsterdam, 2002, PP.705.
- 109. Глазер, А.А. Обменная анизотропия в тонких магнитных плёнках / А.А. Глазер, А.П. Потапов, Р.П. Тагиров, Я.С. Шур // ФТТ. 1966. Т.8. №10. С.3022-3031.
- 110. Свалов, А.В. Получение и исследование спин-вентильных структур на основе пленок пермаллоя // А.В. Свалов, В.О. Васьковский, Ю.М. Ярмошенко // ФММ. – 1995. – Т.79. – № 3. – С.53-57.
- 111. Youssef, J. B. Large exchange bias in interdiffused NiFe/Mn bilayers // J.B.Youseff, D.
   Spenato, H. Gall, J. Ostorero // J. Appl. Phys. 2002. Vol.91. No.10 P.7239-7241.
- 112. Xi, H. Annealing effect of exchange bias in Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>//Cr<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> bilayers // H. Xi, B. Bian, Z. Zhuang, D.E. Laughlin, and R.M. White // IEEE Intern. of magn. 2000 Vol.36. No.5. P.2644-2646.
- 113. Yoon, C.S. Structure and magnetic properties of termally annealed (Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub> thin films / C.S. Yoon, S.J. Kim, C.R. Kim // J. Appl. Phys. 2003. Vol.94. No.1. P.539-543.
- 114. Kim, S. J. Properties of Phase-Separated (Ni<sub>80</sub> Fe<sub>20</sub>)<sub>1-x</sub> Mn<sub>x</sub> Thin Magnetic Films / S.J. Kim,
  D. H. Lim, Suk Jun Kim, S. Chong, C.S. Yoon, and K. Chang // IEEE Trans. Magn. 2003. –
  Vol.39. No.5. P.2690-2692.
- McGuire, T.R. Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys / T.R. McGuire,
   R.I. Potter // IEEE Trans. Magn. 1975. Vol.11. No.4. P.1018-1038.
- 116. Жигалов, В.С. Нанокристаллические пленки кобальта, полученные в условиях сверхбыстрой конденсации / В.С. Жигалов, Г.И. Фролов, Л.И. Квеглис // ФТТ. – 1998. – Т.40. – № 11. – С.2074-2079.

- 117. Zhong, W.H. Size effect on the magnetism of nanocrystalline Ni films at ambient temperature / W.H. Zhong, Chang Q. Sun, S. Li // Solid State Commun. –2004. –V.130. – P.603-606.
- Chen, Y.T. The Effect of Interface Texture on Exchange Biasing in Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Ir<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>
   System / Y.T. Chen // Nanoscale Res. Lett. 2009. Vol.4. P.90-93.
- 119. Yoon, S.Y. Annealing temperature dependence on magnetoresistance of single and dual specular spin valve / S.Y.Yoon, D.H. Lee, D.M. Jeon, D.H. Yoon, S.J. Suh //Surface & Coatings Technology. – 2005. – Vol.193. – P.272-276.
- 120. Jungblut, R. Exchange biasing in MBE-grown Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> bilayers / R. Jungblut, R. Coehoorn, M.T. Johnson, Ch. Sauer, P.J. van der Zaag, A.R. Ball, A. Reinders // J. Magn. Magn. Mater. 1995. Vol.148. P.300-306.
- 121. Choo, D. A model of the magnetic properties of coupled ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers / D. Choo, R.W. Chantrell, R. Lamberton, A. Johnston, K. O'Grady //J. Appl. Phys. – 2007. – Vol.101. – P.09E521.
- 122. Shi, Z. Anomalous training effect of perpendicular exchange bias in Pt/Co/Pt/IrMn multilayers / Z. Shi, X.P. Qiu, S.M. Zhou, X.J. Bai, J. Du // Appl. Phys. Lett. 2008. Vol.93. P.222504.
- 123. Kanai, H. Spin-valve read heads with NiFe/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> layers for 5 Gbit/in<sup>2</sup> density recording / H. Kanai, K. Yamada, K. Aoshima, Y. Ohtsuka, J. Kane, M. Kanamine, J. Toda, Y. Mizoshita // IEEE Trans. Magn. 1996. Vol.32. No.5. P.3368-3373.
- Choe, G. Surface roughness effects on magnetoresistive and magneticproperties of NiFe thin films / G. Choe, M. Steinback // J. Appl. Phys. – 1999. – Vol.85. – No.8. – P.5777-5779.
- 125. Anderson, G. CoFe/IrMn exchange biased top, bottom, and dual spin valves / G. Anderson,
  Y. Huai, L. Miloslawsky // J. Appl. Phys. 2000. Vol.87. No.9. P.6989-6991.
- Nam, D. Propagation of exchange bias in CoFe/FeMn/CoFe trilayers / D. Nam, W. Chen,
   K.G. West, D.M. Kirkwood, J. Lu, S.A. Wolf //Appl. Phys. Lett. 2008. Vol.93. P.152504.
- Leung, C.W. Interaction between exchange-bias systems in Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>/Co trilayers / C.W. Leung, M.G. Blamire // Phys. Rev. B. 2005. Vol.72. P.054429.
- 128. Kim, H. Effect of sputtering condition and heat treatment in Co/Cu/Co/FeMn spin valve / H. Kim, J.S Bae, T.D. Lee, H.M. Lee // J. Magn. Magn. Mater. 2002. Vol.241. P.173-178.
- 129. Kim, K.-Y. Exchange bias and compositional depth profiles of annealed NiFe/FeMn/CoFe trilayers / K.-Y. Kim, H.-C Choi, C.-Y. You, J.-S. Lee // J. Appl. Phys. – 2009. – Vol.105. – P.07D715.

- 130. Sankaranarayanan, V. K. Exchange bias in NiFe/FeMn/NiFe trilayers / V.K. Sankaranarayanan, S.M. Yoon, D.Y. Kim, C.O. Kim, C.G. Kim // J. Appl. Phys. 2004. Vol.96. No.12. P.7428-7434.
- 131. Liu, H.-R. The optimization of Ta buffer layer in magnetron sputtering IrMn top spinvalve / H.-R. Liu, T.-L. Ren, B.-J. Qu, L.-T. Liu, W.-J. Ku, W. Li // Thin solid films. 2003. Vol.441. P.111-114.
- 132. Oksuzoglu, R. Effect of Ta buffer and NiFe seed layers on pulsed-DC magnetron sputtered Ir<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub> exchange bias / R. Oksuzoglu, M. Yildirim, H. Cinar, E. Hildebrandt, L. Alff // J. Magn. Magn. Mater. – 2011. – Vol.323. – P.1827-1834.
- Mehrer, H., Diffusion in Solid Metals and Alloys, Landolt-Börnstein, New Series, Group III,- Vol.26, Springer, Berlin, 1990, P. 747.
- 134. Блинов, И.В. Исследование наноструктур на основе бислоев Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/(Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>)<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub> с однонаправленной обменной анизотропией / И.В. Блинов, А.В. Королев, Т.П. Криницина, С.А. Матвеев, М.А. Миляев, В.В. Попов, В.В. Устинов // ФММ. 2012. Т.113,№8. С.791–797.
- 135. Блинов, И.В. Возможность использования сплавов системы Ni-Fe-Mn в качестве материала для закрепляющих слоев в спиновых клапанах / И.В. Блинов, А.В. Королев, Т.П. Криницина, С.А. Матвеев, М.А. Миляев, В.В. Попов, В.В. Устинов // Перспективные материалы. – 2013. – №4. – С.5-12.
- 136. Блинов, И.В. Однонаправленная анизотропия в наноструктурах с антиферромагнитным слоем Ni<sub>x</sub>Fe<sub>y</sub>Mn<sub>z</sub> / Блинов И.В., Криницина Т.П., Миляев М.А., Попов В.В., Проглядо В.В., Устинов В.В. // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2015. № 10. С.769-773.
- 137. Блинов, И.В. Влияние термомагнитной обработки на магнитные свойства двухслойныхпленок пермаллой/марганец / И.В. Блинов, Т.П. Криницина, С.А. Матвеев, М.А. Миляев, П.Н. Седова, В.В. Попов, В.В. Устинов // ФММ. – 2011. – Т.112. – С.372-377.
- 138. Diffusion Mechanism of Exchange Bias Formation in Permalloy-Manganese Nanostructures at Thermo-Magnetic Treatment / I.V. Blinov, T.P. Krinitsina, S.A. Matveev, M.A. Milyaev, P.N. Sedova, V.V. Popov, V.V. Ustinov // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. – 2012. – Vol.12. – P.7562-7565.
- 139. Chen, Kuang-Ching Interdiffusion effect on exchange coupling in annealing NiFe/FeMn and FeMn/NiFe systems / Kuang-Ching Chen, Cheng-Ta Yang, Y.H. Wu, Chao-Hsien Huang, Kuo-Ming Wu, J. C. Wu, S. L. Young, Lance Horng. // Phys. stat. sol. – 2007. – Vol.4. – No.12. – P.4372-4375.Blinov, I.V.

- 140. Блинов, И.В. Образование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn в бислоях пермаллой/марганец в процессе термомагнитной обработки / И.В. Блинов, Т.П. Криницина, А.В. Королев, С.А. Матвеев, Н.К. Архипова, М.А. Миляев, В.В. Попов, В.В. Устинов // ФММ. – 2014. – Т.115. – № 4. – С.360–366.
- 141. Наумова, Л.И. Магнитная анизотропия, кристаллографическая структура и гистерезисные свойства металлических наноструктур «спиновый клапан»: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.11 / Наумова Лариса Ивановна. – Екатеринбург, 2014. – 126 с.