

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

На правах рукописи

БАННИКОВА Наталья Сергеевна

**СТРУКТУРНЫЕ, МАГНИТНЫЕ И
МАГНИТОТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА СВЕРХРЕШЁТОК
НА ОСНОВЕ МЕДИ И СПЛАВОВ 3-d МЕТАЛЛОВ**

01.04.11 – Физика магнитных явлений

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание учёной степени кандидата
физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук
Миляев Михаил Анатольевич

Екатеринбург – 2016

Оглавление

Введение	4
Глава 1 Литературный обзор	13
1.1 Магнитосопротивление.....	13
1.2 Гигантское магнитосопротивление	15
1.3 Спин-зависимые эффекты	21
1.3.1 Двухтоковая модель Мотта.....	21
1.3.2 Косвенное обменное взаимодействие.....	23
1.4 Экспериментальные наблюдения гигантского магниторезистивного эффекта	26
Глава 2 Экспериментальные методы.....	35
2.1 Описание объектов исследования.....	35
2.2 Процесс магнетронного распыления	37
2.2.1 Подготовка поверхности подложек	38
2.2.2 Метод бесконтактной оптической интерферометрии	39
2.3 Методы измерений	44
2.3.1 Измерение магнитных свойств	44
2.3.2 Измерение магниторезистивных свойств.....	45
2.3.3 Рентгенографические измерения.....	46
2.3.4 Измерение элементного состава материалов	48
2.3.5 Исследование микроструктуры образцов.....	52
2.3.6 Отжиг образцов в вакууме	52
2.3.7 Исследование морфологии поверхности.....	53
Глава 3 Оптимизация свойств сверхрешёток Co/Cu для получения максимальной величины магнитосопротивления.....	55
3.1 Постановка задачи и описание образцов для исследования	55
3.2 Магниторезистивные характеристики Co/Cu	55
3.2.1 Влияние подложки.....	55
3.2.2 Выбор буферного слоя	58
3.3 Структурные свойства сверхрешёток Co/Cu	59
3.4 Зависимость магнитосопротивления от толщины слоя меди	64
3.5 Магнитные свойства.....	66
Выводы по главе 3	68
Глава 4 Влияние буферного слоя на свойства CoFe/Cu	70
4.1 Постановка задачи и описание объектов исследования	70

4.2 Структурные свойства.....	71
4.3 Магниторезистивные характеристики.....	80
4.3.1 Зависимость магнитосопротивления от числа пар слоёв.....	86
4.3.2 Магнитосопротивление при разных температурах	89
Выводы по главе 4	91
Глава 5 Влияние отжига на свойства CoFe/Cu	93
5.1 Постановка задачи и описание объектов исследования	93
5.2 Влияние отжига на магниторезистивные свойства CoFe/Cu	94
5.2.1 Буферный слой Cr	94
5.2.2 Буферный слой CoFe	97
5.3 Межслойная диффузия.....	102
Выводы по главе 5	103
Глава 6 Сверхрешётки NiFeCo/Cu с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом	105
6.1 Постановка задачи и описание объектов исследования	105
6.2 Влияние толщины буферного слоя NiFeCr	106
6.2.1 Магниторезистивные свойства	106
6.2.2 Структурные свойства	108
6.3 Влияние составного буферного слоя	111
6.4 Магнитосопротивление сверхрешёток Ni ₇₆ Fe ₁₀ Co ₁₄ /Cu	116
Выводы по главе 6	117
Заключение.....	119
Список сокращений и условных обозначений	121
Список работ автора.....	122
Благодарности.....	125
Список используемой литературы	126

Введение

В различных областях физики, включая магнетизм, в последнее время интенсивность исследований смещается в сторону наноматериалов. Магнитные металлические наноструктуры являются искусственными многослойными наноматериалами и относятся к объектам металлической спинтроники, синтез и активные исследования которых продолжаются уже около 30 лет. Интерес к изучению таких наноматериалов обусловлен в первую очередь двумя причинами. Первая связана с возможностью значительного изменения их функциональных характеристик с помощью выбора технологических режимов приготовления, путём вариации композиции наноструктуры или с помощью внешних воздействий, что также обеспечивает разнообразие физических свойств, представляющих интерес для фундаментальных исследований. Второй причиной является возможность использования магниточувствительных наноструктур в широком спектре практических приложений в составе сенсорных элементов и в различных устройствах магнитоэлектроники и спинтроники.

Основное внимание при изучении магниточувствительных наноструктур уделяется таким характеристикам, как величина магниторезистивного эффекта, ширина петли гистерезиса, значение магниторезистивной чувствительности, а так же поиску интервала температурной стабильности полученных свойств.

Среди многослойных магнитных наноструктур с большим относительным изменением электросопротивления в магнитном поле можно выделить три основные типа: магнитные металлические сверхрешётки с гигантским магниторезистивным (ГМР) эффектом, металлические наноструктуры типа спиновый клапан и спин-туннельные наноструктуры с диэлектрическим слоем. Каждый из указанных типов многослойных наноструктур обладает своей спецификой. Интерес к исследованию магнитных металлических сверхрешёток сохраняется благодаря сочетанию свойств, требуемых для практического использования таких материалов в сенсорах магнитного поля, а также относительной простоте изготовления магнитных сверхрешёток и изделий на их основе. По сравнению со спиновыми клапанами в составе сверхрешёток отсутствуют слои антиферромагнетика с однонаправленной анизотропией, наличие слоёв таких материалов существенно усложняет технологический цикл изготовления микроэлектронных компонентов. При этом подготовка в лабораторных условиях образцов для исследования магнитных сверхрешёток не требует использования сложного литографического оборудования, которое необходимо применять для изготовления образцов спин-туннельных наноструктур. Важно также отметить, что сверхрешётки с ГМР-эффектом обладают высокой температурной стабильностью и их магниторезистивная чувствительность

может быть близкой по величине к чувствительности спиновых клапанов и реализуется в значительно более широком диапазоне магнитных полей. Указанные особенности магнитных сверхрешёток являются важными преимуществами при решении задач по созданию магниточувствительных сенсоров.

Проведённые многочисленные исследования показали, что ГМР-эффект проявляется во многих магнитных многослойных структурах с общей формулой ФМ1/П/ФМ2, где ФМ1 и ФМ2 – слои 3d-ферромагнитного металла или их сплавы (Co, Fe, Ni, CoFe, NiFeCo), а П – промежуточный слой неферромагнитного переходного металла (V, Cr, Nb, Mo, Ru, Re, Os, Ir) или благородного металла или сплава (Cu, Ag, Au) [1-4]. Среди большого разнообразия сверхрешёток с ГМР-эффектом наиболее близкими по композиции к исследуемым объектам в данной работе являются сверхрешётки, в которых повторяется пара слоёв: Fe/Cr, Co/Cu, CoFe/Cu, NiFeCo/Cu и CoFe/Ru. В сверхрешётках Fe/Cr в 1988 г. впервые был обнаружен эффект гигантского магнитосопротивления. Из-за больших полей магнитного насыщения магниторезистивная чувствительность таких сверхрешёток составляет лишь несколько тысячных долей процента на эрстед. Наибольшие значения ГМР-эффекта (около 70% при комнатной температуре) были получены в сверхрешётках Co/Cu, и впервые было показано, что величина ГМР-эффекта и поле магнитного насыщения изменяются осциллирующим образом от толщины немагнитной прослойки, что впоследствии было обнаружено и для сверхрешёток других типов [5]. Это даёт возможность выбора оптимальной толщины немагнитной прослойки, при которой наблюдаются минимальное поле насыщения в сотни эрстед в сочетании с относительно большой величиной ГМР-эффекта в (10–25) %. При такой толщине немагнитной прослойки между соседними ферромагнитными слоями сверхрешётки наблюдается второй максимум антиферромагнитного обменного взаимодействия Рудемана-Киттеля-Касуя-Йосиды типа. Оказалось, что для сверхрешёток Fe/Cr и Co/Cu с полями насыщения в сотни эрстед наблюдается большой гистерезис на полевой зависимости магнитосопротивления. По этой причине синтез и исследования данных сверхрешёток в настоящее время проводятся, как правило, для выполнения только фундаментальных исследований либо для отработки технологии приготовления наноструктур с ГМР-эффектом. Значительно более низкий гистерезис наблюдается для сверхрешёток, приготовленных на основе двойных или тройных сплавов 3-d металлов (CoFe, NiFeCo), характеризующихся близкой к нулю магнитострикцией и малой магнитной анизотропией. Синтез и исследование сверхрешёток на основе меди и таких сплавов представляет интерес как для решения научных задач, так и для практических приложений. На основе полученных результатов исследований, выявляющих эффективные способы изменения магниторезистивных свойств сверхрешёток, могут быть предложены научно-обоснованные подходы для оптимизации их функциональных характеристик, которые

будут использованы в дальнейшем для получения магниторезистивных наноматериалов с высокой чувствительностью к магнитному полю и высокой температурной стабильностью.

Обменно-связанные сверхрешётки являются искусственными многослойными наноматериалами, и их свойства определяются типами используемых магнитных и немагнитных материалов слоёв, кристаллической структурой слоёв и интерфейсов, особенностями обменного и магнитостатического взаимодействия между ферромагнитными слоями, а также технологическими условиями их приготовления [3-6]. На важность технологических факторов указывает значительное отличие физических свойств аналогичных по составу сверхрешёток, приготовленных в различных зарубежных и отечественных исследовательских лабораториях. Это обстоятельство указывает на необходимость доведения лабораторной технологии до уровня, позволяющего воспроизводимо получать модельные наноструктуры с ГМР-эффектом и характеристиками, сравнимыми с лучшими зарубежными аналогами. Для этих целей могут быть использованы, например, сверхрешётки Co/Cu, в которых ранее были получены наибольшие значения магнитосопротивления.

Одним из эффективных способов оптимизации функциональных характеристик: уменьшения ширины петли гистерезиса, получения высокой чувствительности к магнитному полю и температурной стабильности, – является использование определённого материала буферного слоя. Исследования величины магнитосопротивления и гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}(15 \text{ \AA})/\text{Cu}(23 \text{ \AA})]_8$ показали [7], что при использовании различных материалов фиксированной толщины 100 \AA в качестве буферного слоя таких, как Fe, Cr, Ta, Cu и Al, гистерезис сверхрешётки может изменяться на порядок величины по сравнению со сверхрешёткой без буферного слоя. Однако как показал Паркин [8], для получения высокого значения магнитосопротивления при магнетронном напылении $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_{42}$ необходимо подобрать условия псевдо-эпитаксиального роста слоёв сверхрешётки путём использования комбинированного буферного слоя $\text{Fe}(t_{\text{Fe}})/\text{Pt}(50 \text{ \AA})$ и изменения толщины подслоя Fe в серии образцов с мелким (2 \AA) шагом. В результате авторы работы [8] получили наибольшее по сравнению с результатами, опубликованными в других работах, значение ГМР-эффекта 63 %.

В данной работе проводятся детальные исследования зависимости магниторезистивных характеристик и ширины петли гистерезиса сверхрешёток CoFe/Cu и NiFeCo/Cu от материала буферного слоя, его конфигурации и толщины, влияющих на микроструктуру всех последующих напылённых слоёв сверхрешётки.

Слоистая наноструктура обычно полностью напыляется при комнатной температуре. Для внедрения разработанного функционального материала спинтроники в производство, магнитные компоненты, вероятно, будут интегрированы в устройства на основе кремния. Таким образом, слоистая структура должна сохраниться и сохранить ГМР-эффект при

температурах, применяемых в стандартных процессах кремниевой технологии. Имеется в виду устойчивость свойств системы к коротким воздействиям температуры 200-360 °С и к длительным воздействиям при температурах 150-200 °С [4]. Для этого в работе проведены исследования изменений ГМР-эффекта и микроструктуры в процессе отжига сверхрешёток.

Актуальность темы. Исследования сверхрешёток активно проводились научным сообществом в 1990-2005 гг., затем эти магниточувствительные материалы стали внедряться в производство различного рода сенсоров, и значительная часть конкретных технологических параметров и свойств получаемых наноструктур оказались недоступны.

Несмотря на большое количество публикаций по сверхрешёткам Co/Cu, работ, в которых авторам удалось достигнуть очень высоких значений магнитосопротивления, не так много. Это привело к необходимости в данной работе сначала воспроизвести результаты для сверхрешёток Co/Cu и достигнуть значений ГМР-эффекта сравнимых с лучшими мировыми аналогами. Затем можно переходить к изучению и синтезу более сложных сверхрешёток на основе двойных или тройных ферромагнитных сплавов с целью получения образов наноструктур с наибольшим магнитосопротивлением при наименьшей ширине петли гистерезиса и высокой термостабильности.

В литературе имеется на порядок меньшее количество работ, посвящённых CoFe/Cu и NiFeCo/Cu сверхрешёткам. Что касается магнитных металлических сверхрешёток на основе Co₉₀Fe₁₀, то имеется весьма ограниченное число работ, в которых используется немагнитный буферный слой пермаллой-хром (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀, найдено только две статьи, имеющие непосредственное отношение к изучаемым в данной работе наноструктурам. В работе [9] для сверхрешёток Co₉₀Fe₁₀/Ru в качестве буферного слоя использовался (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ фиксированной толщины 50 Å. Авторы работы [9] исследовали межслойную диффузию, обусловленную отжигом сверхрешёток. В другой работе [10] проведены исследования магнитострикции и величины растягивающих напряжений в зависимости от числа пар слоёв для сверхрешёток NiFeCr/[CoFe/Cu]_n/NiFeCr, имеющих $t_{\text{NiFeCr}} = 55 \text{ \AA}$ и равные толщины ($t = 15 \text{ \AA}$) для слоёв CoFe и Cu.

Магниторезистивные свойства сверхрешёток NiFeCo/Cu с различными буферными слоями: Cu, NiFeCo, Fe, Cr, Zr и NiO, – исследуются, например, в работах [11-14]. Однако в имеющихся литературных данных информации об использовании буферным слоем сплава NiFeCr или комбинации слоёв Ta/NiFeCr для сверхрешёток NiFeCo/Cu не обнаружено.

Физические основы ГМР-эффекта и обменного взаимодействия в сверхрешётках широко известны, однако для того, чтобы воспроизводимо получать сверхрешётки с высокими

значениями ГМР-эффекта и заданными значениями ширины петли гистерезиса, необходимо контролируемо управлять процессом изготовления на всех этапах.

Таким образом, поиск научно-обоснованной методики, позволяющей синтезировать сверхрешётки с воспроизводимыми свойствами, отвечающими требованиям их практического применения, в настоящее время актуален. В данной работе проводится разработка новых магнитных материалов со свойствами, необходимыми для применения в приборах и устройствах, изучение технологических приёмов, направленных на улучшение характеристик полученных материалов.

Цель настоящей работы состоит в следующем:

Установить физические закономерности влияния различных буферных слоев на структурные, магнитные и магнитотранспортные свойства сверхрешёток на основе меди и сплавов 3-d металлов для получения материалов с большими значениями магнитосопротивления в сочетании с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи**:

1. Разработать технологию получения многослойных наноструктур с гигантским магниторезистивным эффектом при использовании метода магнетронного напыления.
2. Изучить влияние материала подложки, толщины буферного слоя из Cr, Fe, $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и немагнитного сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ на кристаллическую структуру, магниторезистивные свойства и ширину петли гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$.
3. Исследовать температурную стабильность магниторезистивных характеристик и ширины петли гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с различным буферным слоем.
4. Изучить возможность получения высокой магниторезистивной чувствительности и слабого гистерезиса в сверхрешётках $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}]_n$ и $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$, приготовленных на составном буферном слое $\text{Ta}/(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$.

Научная новизна работы заключается в следующем.

1. Проведены систематические исследования влияния различных типов материалов, используемых в качестве буферного слоя, на структурные и магниторезистивные свойства четырех типов магнитных металлических сверхрешёток: Co/Cu , $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$, $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}$ и $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}$. Впервые показано, что изменения толщины буферного

слоя в несколько атомных монослоёв, могут приводить к смене типа кристаллической структуры в слоях сверхрешётки и к кардинальному изменению магнитных и магниторезистивных свойств.

2. Показана эффективность использования немагнитного сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ в качестве материала буферного слоя, позволяющего получать высокие значения магнитосопротивления, в сверхрешётках $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$, $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}$ и $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}$ при малом числе пар ферромагнитных слоёв и меди ($n = 8-10$).
3. Предложен способ уменьшения гистерезиса магнитосопротивления и повышения магниторезистивной чувствительности сверхрешёток $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}$ и $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}$, основанный на использовании составного буферного слоя $\text{Ta}/(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$. Показано, что добавление подслоя Ta приводит к формированию в последующих слоях сверхрешётки острой аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$.

Практическая значимость работы.

Разработана технология изготовления магнитных металлических сверхрешёток с высокими значениями магнитосопротивления, которые являются перспективными для практических приложений. Оптимизация процесса изготовления позволила получить сверхрешётки Co/Cu и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ с величинами магнитосопротивления до 54 % при комнатной температуре.

В сверхрешётках $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}]_n$ и $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$ при использовании составного буферного слоя $\text{Ta}/(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ получено сочетание высокой магниторезистивной чувствительности (0.1-0.3) %/Э, больших значений магнитосопротивления (12-16) % и относительно малого гистерезиса (≤ 10 Э) при комнатной температуре. Разработанные магниточувствительные материалы, приготовленные на кремниевых пластинах диаметром 100 мм, используются как для создания новых высокочувствительных сенсоров, так и могут быть применены в уже работающих магнито-измерительных устройствах.

Положения, выносимые на защиту.

1. Показано, что в сверхрешётках $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ использование хрома в качестве буферного слоя приводит к резкому, более чем на порядок величины, усилению магнитного гистерезиса при изменении толщины слоя Cr в интервале от 15 до 20 Å. Такой эффект обусловлен исчезновением аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки.
2. Определен интервал температурной стабильности магниторезистивных характеристик сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с использованием отжига при различных температурах

длительностью в один час. Показано, что максимальная температура, до которой не изменяется величина магнитосопротивления, зависит от толщины и материала буферного слоя.

3. Установлено, что отжиг сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с различными толщинами буферного слоя $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ при температурах ниже 370°C позволяет увеличить магнитосопротивление. При температурах выше 370°C начинается перемешивание слоёв, сопровождаемое уменьшением магнитосопротивления и увеличением коэрцитивной силы. При увеличении температур отжига повышается степень совершенства аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки.
4. Впервые показано, что использование буферного слоя из немагнитного сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ приводит к формированию в последующих слоях сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ более совершенной кристаллической структуры по сравнению со сверхрешётками с буферными слоями Cr, Fe или $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$. В оптимизированных сверхрешётках $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}/[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_{16}$ получено значение магнитосопротивления 54 % при комнатной температуре. При увеличении толщины буферного слоя возникает коническая текстура $\langle 111 \rangle$, что сопровождается увеличением ширины петли гистерезиса.
5. Для сверхрешёток $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}]_n$ и $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$ показано, что использование составного буферного слоя $\text{Ta}/(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ приводит к существенному, в 3–5 раз, уменьшению ширины петли гистерезиса в сравнении с аналогичными сверхрешётками, но с буферным слоем $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$. Этот эффект связан с формированием в слоях сверхрешётки острой аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$. Для сверхрешёток $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$ получены высокие значения магниторезистивной чувствительности до 0.3%/Э.

Степень достоверности результатов исследований подтверждается сертифицированными методиками изготовления образцов и измерения их свойств. В работе используется сертифицированное фирмой-производителем оборудование и установки, прошедшие метрологический контроль в ИФМ УрО РАН (г. Екатеринбург, Россия).

Высоковакуумная магнетронная установка MPS-4000-C6 (Ulvac) для синтеза многослойных магнитных наноструктур позволяет напылять слои материала номинальной толщины с точностью не менее 0.1 Å. Калибровка скоростей напыления материалов осуществлялась при помощи интерферометра белого света Zygo NewView 7300 по измерению толщины плёнки, которая производилась с относительной погрешностью 0.5 %. Определение шероховатости поверхности подложек и полученных плёнок проводилось с относительной погрешностью 2 %.

Элементный состав изготовленных пленок равен элементному составу соответствующих мишеней из металлов, двойных, тройных сплавов на основе 3-d металлов с относительной погрешностью 2 отн. %. Состав контролировался при помощи энерго-дисперсионного рентгеновского спектрометра GENESIS APEX 2 EDS с системой APOLLO X SDD на растровом сканирующем электронном микроскопе Inspect F (FEI Company) с полевым автоэмиссионным катодом. Заданный элементный состав магнетронных мишеней гарантировали сертификаты качества от производителя.

Независимый контроль толщины напыляемых слоёв производился методом малоугловой рентгеновской дифракции по измерению периода многослойной наноструктуры с помощью метрологически аттестованной методики, свидетельство № 223.13.09.153/2009.

Относительное изменение сопротивления в магнитном поле определялось четырёх контактным методом с прижимными контактами, и относительная погрешность составляла 0.1 %. Величина намагниченности образцов определялась с относительной погрешностью 3%.

Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих всероссийских и международных конференциях: IV, VI Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism: Nanospintronics» (г. Екатеринбург, 28 июня-2 июля, 2010; г. Красноярск, 15-19 августа, 2016); Moscow International Symposium on Magnetism (г. Москва, 21 – 25 августа, 2011); XV Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника» (г. Нижний Новгород, 14-18 марта 2011 г); XI, XII, XIII и XIV Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (г. Екатеринбург, ноябрь, 2010, 2011, 2012, 2013); 8-th International Symposium on Metallic Multilayers (Kyoto, 19-24 мая, 2013); XIII Международная конференция Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов (г. Екатеринбург, 7-11 сентября, 2014); International Workshop on Magnonics (Seon Abbey, 2-6 августа, 2015).

Публикации. Материалы диссертации опубликованы в 18 печатных работах. Из них входят в Перечень ВАК – 5 статей, опубликованных в рецензируемых журналах и индексируемых системой цитирования Web of Science. Список работ автора представлен в конце диссертации.

Личный вклад автора. Постановка задач исследования проводилась Н.С. Банниковой совместно с научным руководителем к.ф.-м.н. М.А. Миляевым. Автором лично проведено исследование корреляции между структурой и гистерезисом магнитосопротивления сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$, напыленных на буферный слой пермаллой-хром. Лично Н.С. Банниковой методом магнетронного напыления изготовлен ряд экспериментальных образцов $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$ и $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}/[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ (глава 3, глава 4). Совместно с В.В. Проглядо и к.ф.-м.н. Л.И. Наумовой изготовлены серии образцов $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$, $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}]_n$ и $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$ (глава 5, глава 6). Термомагнитная обработка образцов (глава 5) и все

измерения магнитосопротивления проведены Н.С. Банниковой. Магнитные измерения выполнены Н.С. Банниковой при частичной помощи Т.А. Чернышовой. Исследования микроструктуры методами рентгеновской дифракции проведены к.ф.-м.н. Л.И. Наумовой. Исследования микроструктуры методами просвечивающей электронной микроскопии проведены к.ф.-м.н. Т.П. Кринициной. Исследования морфологии поверхности образцов сверхрешёток (глава 6) проведены к.х.н. Е.И. Патраковым.

Результаты исследований неоднократно докладывались на всероссийских и международных конференциях. Обсуждение полученных результатов и подготовку публикаций Н. С. Банникова проводила совместно с академиком РАН В. В. Устиновым, к.ф.-м.н. М. А. Миляевым и к.ф.-м.н. Л.И. Наумовой.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка работ автора, списка используемой литературы. Общий объём диссертации составляет 132 страницы, включая 5 таблиц и 72 рисунка. Список используемой литературы включает 75 наименований на 7 страницах.

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Содержание диссертации соответствует пункту 3 «Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств» и содержит исследования общезначимого характера по пункту 5 «Разработка различных магнитных материалов, технологических приёмов, направленных на улучшение их характеристик, приборов и устройств, основанных на использовании магнитных явлений и материалов» паспорта специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин» № 01201463330) в Институте физики металлов УрО РАН. При частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (договор № 02.G36.31.0004, гранты №14.Z50.31.0025, НШ.6172.2012.2, НШ-1540.2014.2). В этот перечень входят также следующие программы и гранты: РФФИ (проекты № 10-02-00590, № 13-02-00749, № 16-02-00061), программа УрО РАН (проект № 12-П-2-1051, № 15-9-2-22), программа Президиума РАН (грант № 27, проект № 09-П-2-1037), проекты ОФИ УрО РАН (№ 12-2-024-НПО, 12-2-2-009-АРКТИКА), проект ОФН РАН № 09-Т-2-1014.

Глава 1 Литературный обзор

Одним из перспективных научно-технических направлений спинтроники является создание материалов с заранее заданными магниторезистивными свойствами. Удобными в этом смысле объектами являются магнитные сверхрешётки на основе 3d-переходных металлов и их сплавов. Дизайн сверхрешётки и выбор материалов и толщин слоёв позволяет в широких пределах изменять их магниторезистивные свойства и влиять на магнитный гистерезис.

Для магнитных сверхрешёток типичными величинами магнитосопротивления являются значения в десятки процентов, достигаемые в магнитном поле напряженностью от нескольких сотен эрстед до десятков килоэрстед. Магниторезистивная чувствительность этих материалов составляет (0.001–0.1) %/Э.

1.1 Магнитосопротивление

В классическом понимании **сопротивление** металла электрическому току возникает вследствие рассеяния электронов проводимости на примесях, дефектах и остовах кристаллической решётки. В макроскопических системах влиянием конечных размеров образца на удельное сопротивление можно пренебречь. Только при низких температурах и в очень чистых кристаллах, где длина свободного пробега электронов становится того же порядка, что и размер образца, рассеяние на границах становится важным. И наоборот: если один или несколько размеров системы становятся порядка длины свободного пробега электронов, рассеяние на границах может представлять значительный вклад в общее сопротивление. В тонких пленках толщина плёнки – это величина порядка длины свободного пробега электрона. Следовательно, появляются дополнительные механизмы рассеяния, которые увеличивают сопротивление системы:

- (1) рассеяние электронов на внутренних поверхностях или интерфейсах, и
- (2) рассеяние электронов на границах зёрен.

Поскольку удельное сопротивление больше не является постоянной величиной, а зависит от размера системы, эти вклады называются размерными эффектами.

Эффект магнитосопротивления представляет собой изменение сопротивления металла при приложении к нему постоянного магнитного поля. Этот эффект называют также **магниторезистивным эффектом**. Магнитосопротивление (МС) наблюдается практически во всех металлах и возникает вследствие изменения траекторий движения свободных электронов в проводнике под действием силы Лоренца, отклоняющей носителей заряда от направления

электрического тока (как в эффекте Холла). Величина магнитосопротивления в металлах невелика и детектируется при очень низких температурах и высоких магнитных полях.

На рисунке 1.1 показана диаграмма сравнения в единой шкале величины магнитосопротивления и диапазона магнитных полей при комнатной температуре для основных классов материалов, обладающих магниторезистивным эффектом [15]. В скобках даны обозначения, взятые из работы. Большой величиной магнитосопротивления могут обладать следующие материалы: материалы с анизотропным магнитосопротивлением (AMR), полупроводники (InSb), висмут (Bi) и манганиты лантана (CMR).

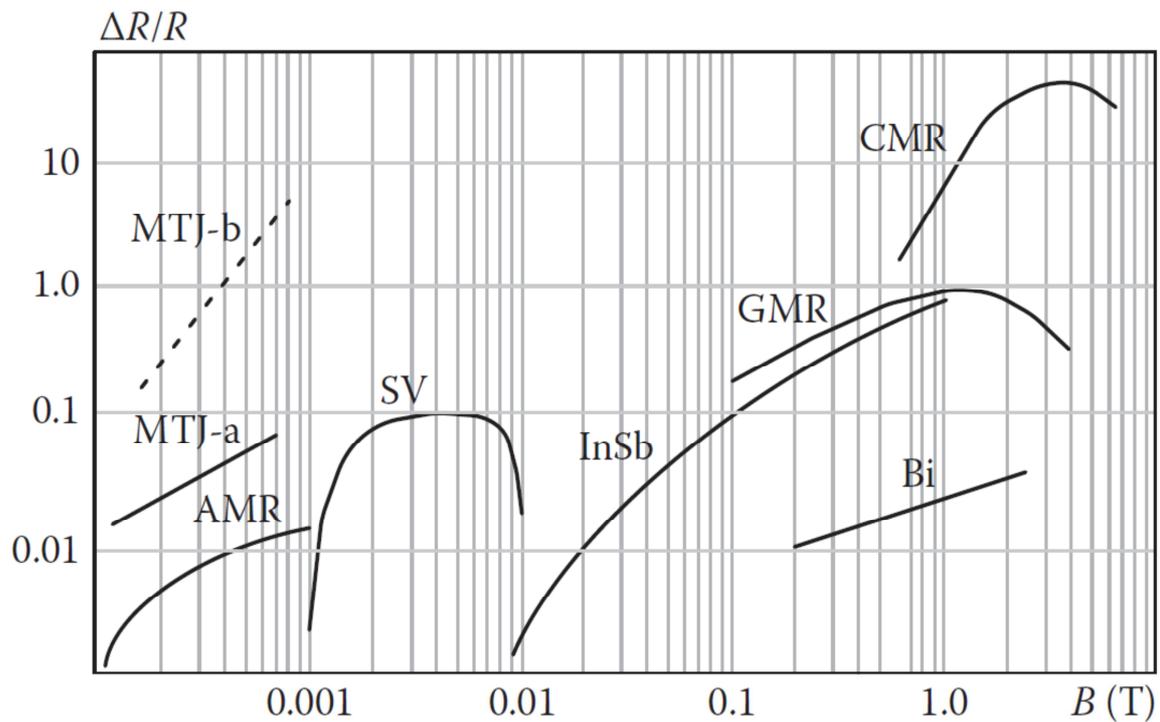


Рисунок 1.1. Классы материалов с большим магниторезистивным эффектом. MTJ – магнитный туннельный контакт, AMR – материалы с анизотропным магнитосопротивлением, SV – спиновые клапаны, InSb – полупроводник, GMR – системы с гигантским магниторезистивным эффектом, Bi – висмут, CMR – материалы с колоссальным магнитосопротивлением. Данные относятся к комнатной температуре. Взято из [15].

Отдельно стоит рассмотреть искусственно созданные материалы: многослойные сверхрешётки и гранулированные системы (GMR) [3, 4, 6], спиновые клапаны (SV) [16, 17] и магнитные туннельные контакты (MTJ) [15, 18]. Наибольшими значениями магнитосопротивления среди них обладают магнитные туннельные структуры, которые из-за более сложного по сравнению с другими типами наноструктур процесса изготовления были синтезированы последними.

На рисунке 1.1 для каждого типа материалов хорошо видны области магнитных полей, в которых наблюдается магниторезистивный эффект и его величина. **Чувствительностью** к магнитному полю будем называть максимальную величину магнитосопротивления, отнесённую к интервалу магнитных полей, где наблюдается ГМР-эффект. Эта величина является одной из важных характеристик материала, используемого для различных датчиков (магнитного поля, электрического тока, положения).

1.2 Гигантское магнитосопротивление

Ранее наряду с другими материалами эффект магнитосопротивления изучался также в слоистых ферро- и антиферромагнетиках (редкоземельные металлы, сплавы железо–родий). В некоторых случаях было обнаружено сильное изменение электросопротивления магнетиков при индуцированных внешним магнитным полем фазовых переходах антиферромагнетик–ферромагнетик [1]. Эти результаты способствовали проведению исследований эффекта магнитосопротивления в искусственно созданных магнитных структурах, где длина свободного пробега носителей тока соизмерима с периодом структуры, и, предположительно, также происходит фазовый переход антиферромагнетик–ферромагнетик в материале.

В конце 1980-х годов в связи с усовершенствованием технологий напыления в вакууме появилась возможность создания искусственных магнитных наноматериалов, сконструированных с атомной точностью.

Ими стали **многослойные магнитные наноструктуры** (см. рисунок 1.2), которые представляют собой плёночные наноструктуры, состоящие из ультратонких (нанометровых) чередующихся слоёв ферромагнитного и неферромагнитного металлов. Наравне с «многослойными наноструктурами» используется термин «сверхрешётки», который описывает многослойные системы со структурной когерентностью (структурным согласованием) вдоль направления роста, существующим на периодах больших, чем толщина пары чередующихся слоёв. Границы между слоями в литературе называют «интерфейсы».

Толщина каждого слоя порядка нанометра, то есть несколько атомных слоёв, и намагниченность ферромагнитных слоёв в таком случае лежит в плоскости плёнки. Возможность обменного взаимодействия ферромагнитных слоёв через тонкие немагнитные металлические прослойки была рассмотрена ещё в 1986 году для Fe/Cr наноструктур [19]. Для 3d-переходных металлов Fe, Co, Ni и их сплавов магнитные моменты в пределах одного ферромагнитного слоя параллельны, а в соседних слоях магнитные моменты вследствие косвенного обменного взаимодействия в зависимости от толщины прослойки могут быть ориентированы параллельно, антипараллельно и под некоторым углом. Если к такому

материалу приложить магнитное поле, направленное в плоскости слоёв, появляется суммарная намагниченность слоёв и в полях, превышающих поле магнитного насыщения H_s , все магнитные моменты атомов ферромагнитного материала оказываются выровнены внешним магнитным полем (см. рисунок 1.2). В результате их параллельного выравнивания внешним магнитным полем, электросопротивление системы резко уменьшается.

Величина гигантского магниторезистивного эффекта обычно оценивается как отношение:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P},$$

где R_P – сопротивление при параллельном расположении магнитных моментов ферромагнитных слоёв и R_{AP} – сопротивление при их антипараллельном расположении.

Если магнитные и немагнитные слои, входящие в слоистую структуру, металлические, то магниторезистивный эффект в такой системе называют **гигантский магниторезистивный эффект** (ГМР-эффект).

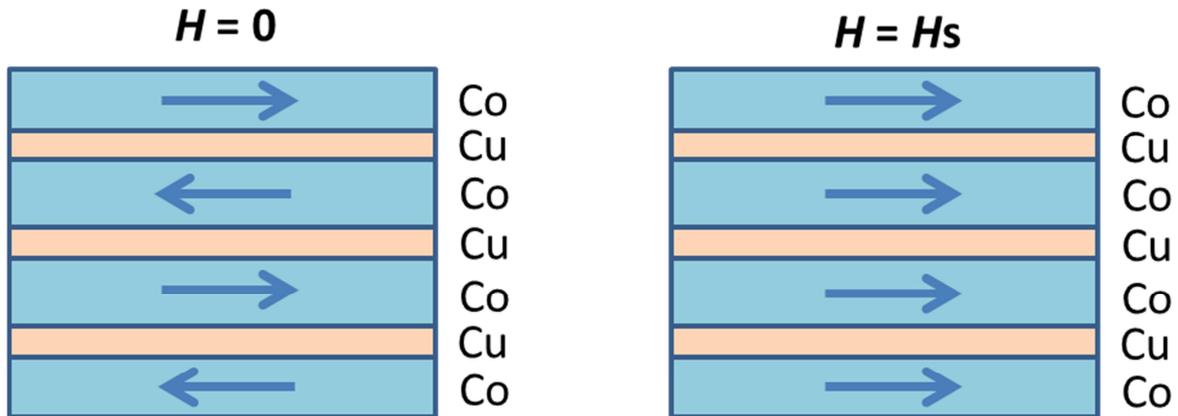


Рисунок 1.2 Сверхрешётка – система тонких чередующихся ферромагнитных и неферромагнитных слоёв, например, кобальта и меди.

Фертом и Грюнбергом в 1988 г. был открыт гигантский магниторезистивный эффект [20, 21] и проведена его предварительная качественная интерпретация в искусственно созданных магнитных сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}]_n$, нанесённых методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложки GaAs(100). Варьировались толщина слоя и количество периодов (число пар слоёв). Величина МС при гелиевой температуре в поле $H = 20$ кЭ превышала 80 %, поэтому эффект был назван «гигантским». Авторы описывали свои результаты в предположении, что антиферромагнитное обменное (АФМ) взаимодействие между соседними слоями Fe происходит, когда толщина Cr слоя $d \leq 30 \text{ \AA}$. Чтобы преодолеть это АФМ взаимодействие, необходимы поля ~ 20 кЭ. На рисунке 1.3 приведены зависимости магнитосопротивления от величины внешнего приложенного поля при направлении тока и внешнего магнитного поля в

плоскости слоёв. Магнитное поле H_s – поле, которое необходимо, чтобы преодолеть АФМ связывание слоёв Fe и достигнуть намагниченности насыщения. Как видно из рисунка 1.3, когда толщина слоя Cr увеличивается, то значения H_s и МС снижаются. Например, для структуры $(\text{Fe } 30 \text{ \AA} / \text{Cr } 18 \text{ \AA})_{30}$ величина $H_s \approx 3 \text{ кЭ}$, а $R_{\min} \approx 0.87R$ ($H=0$).

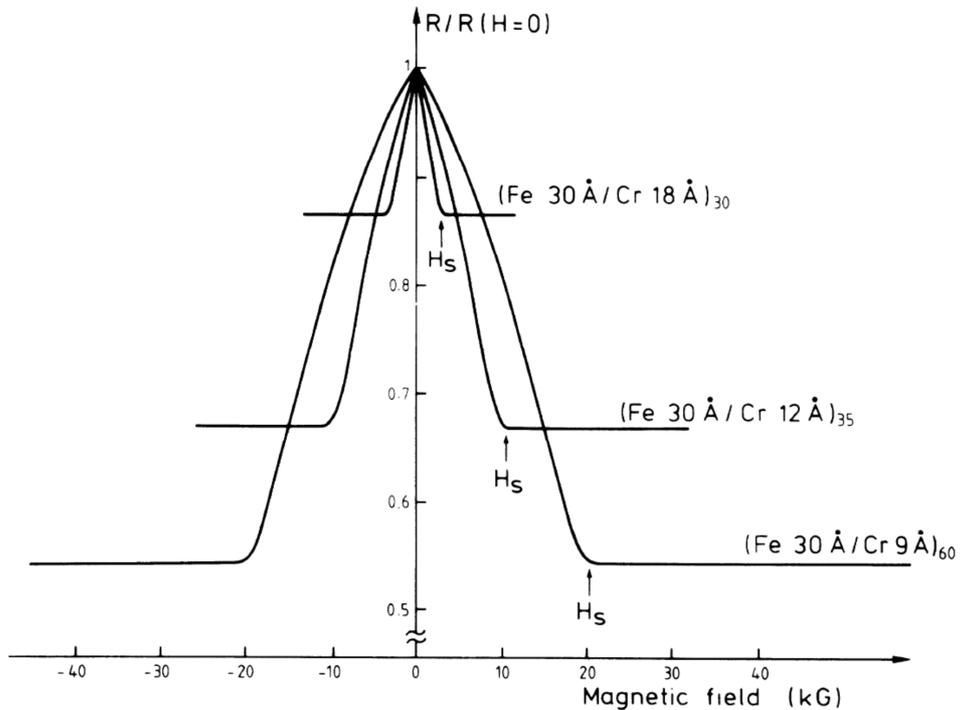


Рисунок 1.3 Магнитосопротивление трёх сверхрешёток Fe/Cr при температуре 4.2 К, электрический ток приложен в плоскости слоёв [21]. ($1 \text{ кГс} = 1 \text{ кЭ}$).

Чувствительность описываемых Fe/Cr сверхрешёток к магнитному полю очень мала и составляет 0.001-0.01 %/Э. В 1991 г. Дэни (Dieny) с сотрудниками для улучшения чувствительности датчиков на основе ГМР-эффекта предложил новый тип многослойной структуры, который называется спиновый клапан (SV) [22, 23].

В первых работах Дэни исследовались свойства спиновых клапанов типа ФМ/НМ/ФМ/ $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$, где ФМ = Ni, Co, NiFe и НМ = Cu, Ag, Au. Согласно описанию из работы [16] наиболее простой спиновый клапан состоит из двух ферромагнитных (ФМ) слоёв, разделённых немагнитной (НМ) прослойкой, и слоя антиферромагнетика (АФМ), соседствующего с одним из ФМ слоёв. За счёт однонаправленной анизотропии, возникающей на границе между ФМ и АФМ слоями, один ФМ слой оказывается «закрепленным» и его перемагничивание происходит в относительно высоком магнитном поле – сотни эрстед. Второй «свободный» ФМ слой независимо от закреплённого слоя перемагничивается в относительно слабом магнитном поле (единицы и десятки эрстед).

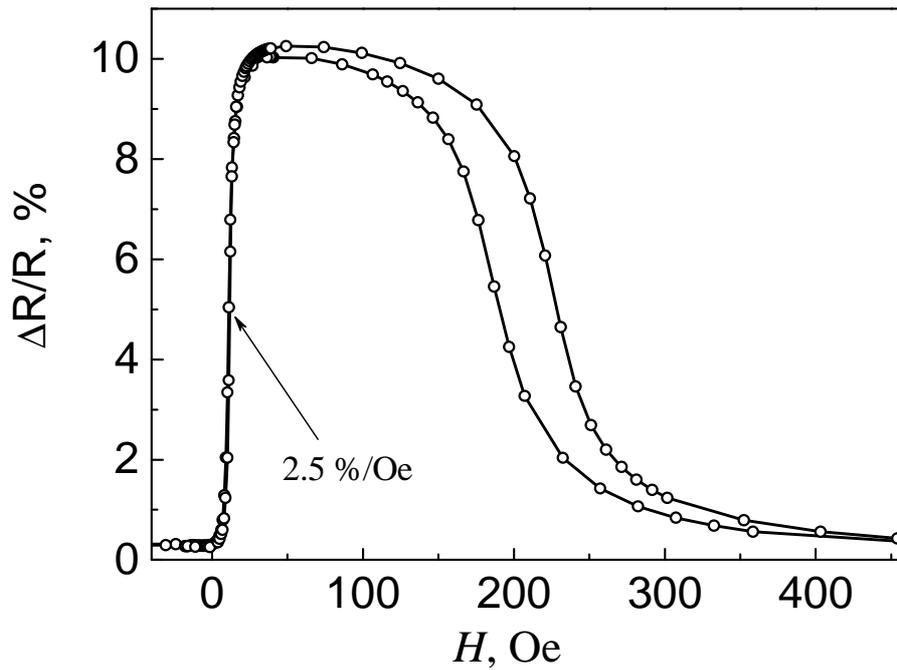


Рисунок 1.4. Зависимость магнитосопротивления от магнитного поля для спинового клапана стекло/Ta(50)/Ni₈₀Fe₂₀(30)/Co₉₀Fe₁₀(15)/Cu(22)/Co₉₀Fe₁₀(25)/Mn₇₅Ir₂₅(50)/Ta(20) при комнатной температуре из работы [17].

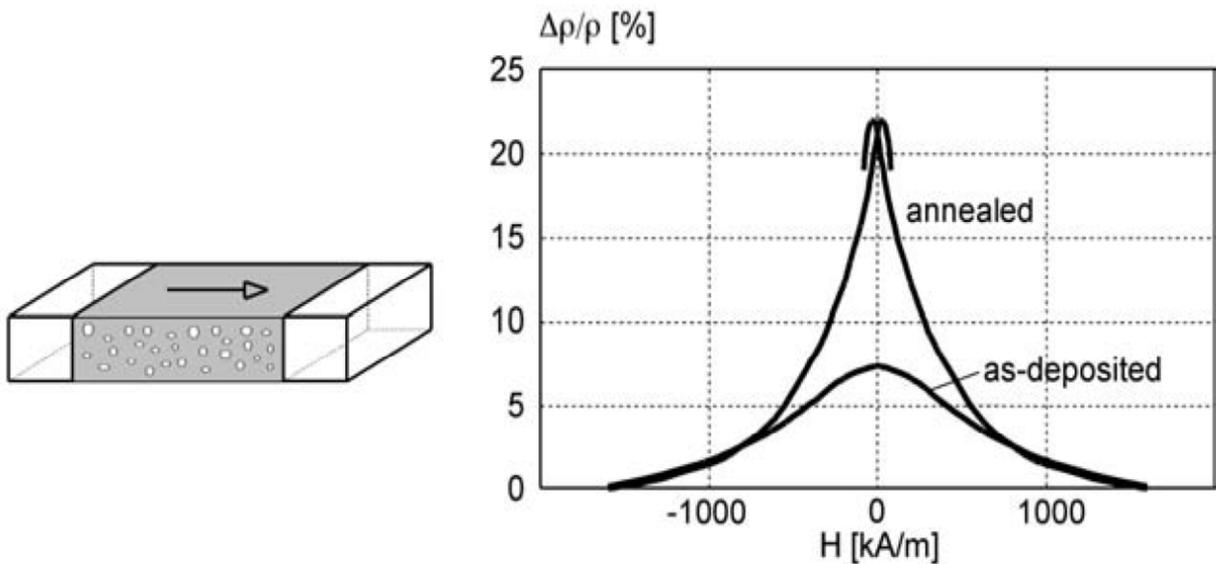


Рисунок 1.5. Схема гранулированной структуры и полевая зависимость магнитосопротивления структуры Co-Cu при комнатной температуре для неотожженного и отожжённого образцов, взято из [3].

Основными магнитными состояниями, реализуемыми в спиновом клапане, являются состояния с ФМ и АФМ упорядочением магнитных моментов соседних ФМ слоёв. Если длина свободного пробега электронов проводимости сравнима с толщиной трехслойной структуры ФМ/НМ/ФМ, то за счёт спин-зависимого рассеяния электронов проводимости каждое из двух магнитных состояний будет обладать своим значением электросопротивления.

Как видно из рисунка 1.4 зависимость магнитосопротивления от магнитного поля для спиновое клапана имеет характерную П-образную форму. Спиновые клапаны обладают ГМР-эффектом в (5–15) % и чувствительностью около 1 %/Э, реализуемой вблизи спин-вентильного перехода в области слабых магнитных полей (до 30 Э).

Гранулированные системы можно рассматривать как предельный случай многослойной системы, когда толщины ферромагнитных слоёв становятся тонкими и теряют сплошность. При постепенном уменьшении размера ферромагнитного образца последовательно происходят переходы из многодоменного в однодоменное состояние, суперпарамагнитное состояние и, наконец, при критическом линейном размере, происходит магнитный фазовый переход первого рода и ферромагнетизм исчезает при всех температурах. Ультрадисперсные частицы размером меньше критической величины будут находиться в парамагнитном состоянии. Таким образом, магнитные свойства магнитных гранулированных плёнок обусловлены нанометровыми гранулами переходных металлов, распределенными в матрице из немагнитного материала (рисунок 1.5) и определяются размером частиц. Если матрица является металлической, используют термин «гранулированные сплавы», имея в виду, что в равновесных условиях выбранная пара металлов не образует между собой устойчивых сплавов или интерметаллических соединений. Типичным представителем таких материалов являются плёнки состава Co-Cu. Разница в величине свободной поверхностной энергии Co и Cu способствует сегрегации кобальта в медной матрице [24].

Еще в 1992 году интерес к гранулированным сплавам возник благодаря возможности их использования в качестве магниторезистивных элементов. Однако для повышения магнитосопротивления и увеличения чувствительности к магнитному полю такого датчика требуется дополнительный отжиг плёнок при высоких температурах, что приводит к увеличению в размере части кобальтовых гранул [3].

Еще одна структура была предложена Slonczewski (1989) и исследована Moodera и его сотрудниками (1995) и Miyazaki и Тэдзука (1995) [3]. В спин-туннельных наноструктурах (обозначенных на рисунке 1.1 как МТТ) магнитные слои разделены тонким изолирующим барьером, в них реализуется спин-зависимое туннелирование электронов через диэлектрическую прослойку. Предполагалось, что с помощью этого магнитного туннельного

перехода могут быть получены датчики с магнитосопротивлением 10-20 % в очень слабых магнитных полях (1-100 Э).

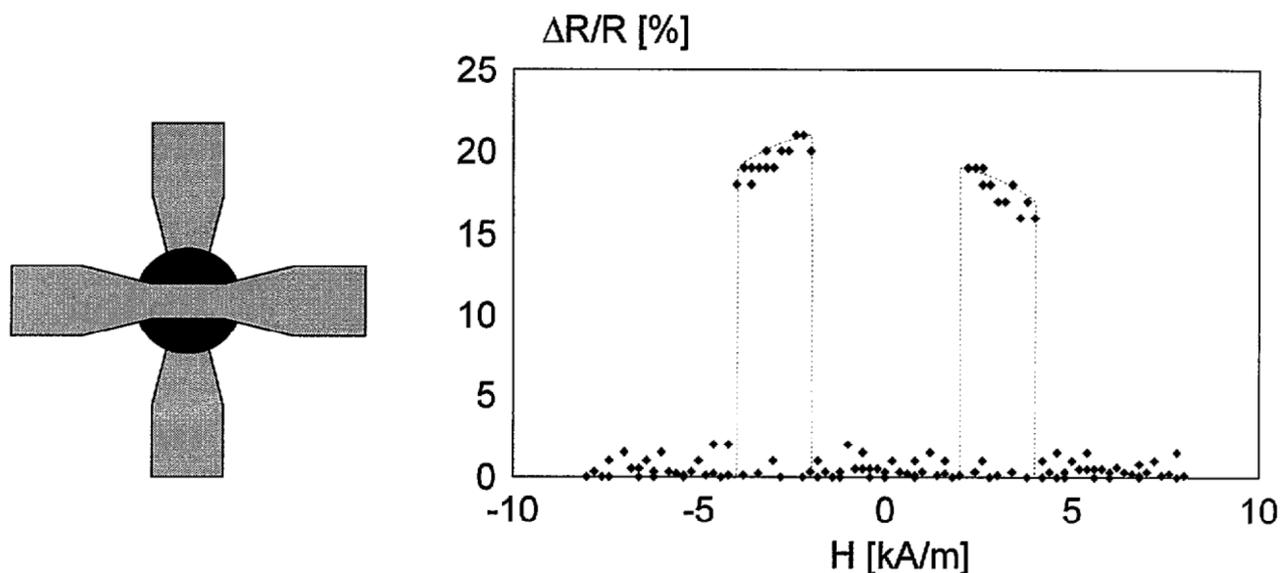


Рисунок 1.6. Структура туннельного контакта и магнитосопротивление туннельного контакта $\text{Fe}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}$ в зависимости от магнитного поля [3] при комнатной температуре.

Однако в последнее время созданы структуры с магнитосопротивлением, превышающим несколько сотен [25, 26] даже тысячу процентов [18] при комнатной температуре. При этом в спин-туннельных наноструктурах достигается высокая чувствительность до (10–15) %/Э.

Сверхрешётки по сравнению с другими описанными наноструктурами с ГМР-эффектом являются относительно простыми в изготовлении. Например, для спиновых клапанов, чтобы сформировать одноосную анизотропию обязательно при напылении прикладывать магнитное поле или проводить отжиг в магнитном поле. Для спин-туннельных наноструктур на основе диэлектрика MgO обязательно проводят специальную процедуру отжига и в технологию изготовления также входят литографические процессы, т.к. свойства туннельных контактов сильно зависят от латеральных размеров системы.

Некоторые материалы, используемые в качестве закрепляющих слоёв (NiMn или PtMn) в спиновых клапанах всегда напыляются в немагнитной структурной модификации и требуют преобразования в антиферромагнитную фазу путём расширенного отжига при температурах вблизи 250°C . Проведение отжига для сверхрешёток не является обязательным, эти материалы создаются с заранее заданными величинами ГМР-эффекта, магниторезистивной чувствительности и диапазоном рабочих магнитных полей, которые важны для конкретных технических приложений. Сверхрешётки обладают температурной стабильностью, которая ограничивается температурами, где начинается перемешивание слоёв системы.

1.3 Спин-зависимые эффекты

1.3.1 Двухтоковая модель Мотта

В 1936 г. Мотт предположил, что электроны, проходя через ферромагнитный материал, становятся поляризованными по спину. Эта спиновая поляризация возникает вследствие асимметричного рассеяния электронов, зависящего от взаимной ориентации спина электрона и направления намагниченности в материале. Обычно сильнее рассеиваются электроны со спином антипараллельным намагниченности и слабее с сонаправленными спинами. Самое простое объяснение ГМР-эффекта предлагает так называемая **двухтоковая модель Мотта**. Она исходит из положения о том, что по мере того как спиновое квантовое число электронов проводимости ферромагнетика сохраняется в подавляющем большинстве процессов, по крайней мере при низких температурах рассеяния, суммарная проводимость может быть выражена как сумма отдельных вкладов от электронов со спином вверх и со спином вниз. Эти вклады могут существенно отличаться. В первом приближении предполагается, что эти два канала проводимости независимы, так как спин-орбитальное взаимодействие является слабым в этих относительно легких элементах, процессами переворота спина можно пренебречь и считать, что при рассеянии электрона его проекция спина остается неизменной при температурах значительно ниже температуры Кюри [3, 4].

Общий ток, протекающий через многослойную структуру, складывается из тока носителей со спином «вверх» и тока носителей со спином «вниз».

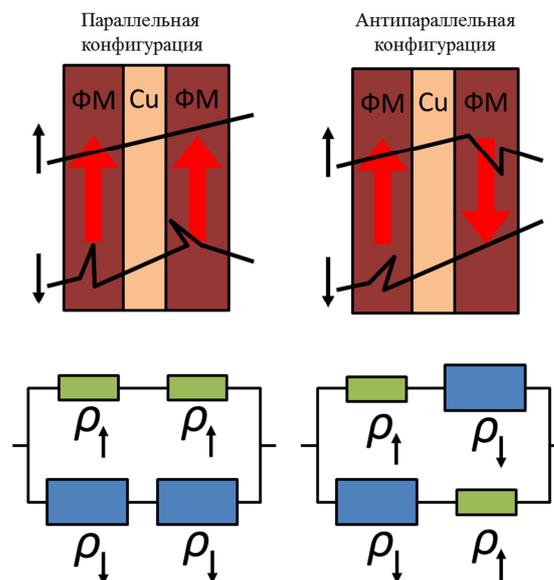


Рисунок 1.7 Графическая схема двух токовой модели магнитосопротивления.

В случае, когда намагниченность ферромагнитных слоёв (ФМ) имеет параллельную конфигурацию, электроны, направление спина которых совпадает с направлением намагниченности во всех ферромагнитных слоях, формируют канал с низким сопротивлением, и вероятность рассеяния мала. В то же время электроны, ориентированные в противоположном направлении, будут формировать канал с высоким сопротивлением. В этом случае $\rho\uparrow$ и $\rho\downarrow$ ведут себя как два параллельных резистора, с полным сопротивлением $\rho\uparrow\downarrow$.

$$\rho\uparrow\downarrow = \rho\uparrow\rho\downarrow/(\rho\uparrow + \rho\downarrow)$$

Если слои ФМ-материала намагничены в чередующемся направлении, то электроны со спином “вверх” испытывают большое сопротивление внутри слоёв с магнитным полем “вниз”, но слабое сопротивление внутри слоёв с магнитным полем “вверх”. Для электронов со спином “вниз” всё наоборот. Поскольку и тех, и других слоёв – одинаковое число, то оба сорта электронов оказываются в равноправной ситуации. Сопротивление в каждом канале проводимости может быть выражено как среднее сопротивлений для спина вверх и спина вниз как $(\rho\uparrow + \rho\downarrow)/2$, и полное сопротивление равно $\rho\uparrow\downarrow = (\rho\uparrow + \rho\downarrow)/4$.

Тогда величина магнитосопротивления, проявляющаяся при смене от антипараллельной конфигурации к параллельной может быть вычислена как:

$$\Delta R/R = (\rho\uparrow\downarrow - \rho\uparrow\uparrow)/\rho\uparrow\uparrow = [(\rho\downarrow - \rho\uparrow)/(\rho\uparrow + \rho\downarrow)]^2.$$

Приведенная выше модель справедлива, если толщины слоёв намного меньше, чем средняя длина свободного пробега электронов, составляющая обычно для металлических плёнок 200–400 Å (для Cu эта величина равна 400 Å, для NiFe 200 Å [3]). Гигантский магниторезистивный эффект возможен, если электрон пересечет более, чем один ферромагнитный слой за длину свободного пробега.

Мотт в рамках теории возмущений смог дать количественно правильное объяснение наблюдаемым значениям удельного электросопротивления в переходных металлах и их сплавах. Предложенный Моттом механизм является универсальным и не зависит ни от типа рассеивателей, ни от конкретного механизма рассеяния, так как вероятность перехода рассеянного электрона пропорциональна плотности состояний на уровне Ферми в «принимающей» полосе. Модель Мотта позволяет качественно и количественно объяснить гигантский магниторезистивный эффект, наблюдаемый в сверхрешётках на основе 3d-переходных металлов. С точки зрения кинетики главным отличительным признаком переходных металлов и сплавов с их участием, можно считать наличие перекрывающихся s- и d-полос проводимости, выходящих на уровень Ферми. Причем одна или две из них s- (и d-) заполнены только частично. Основной вклад в электросопротивление вносят s- электроны проводимости за счёт их рассеяния как внутри s-полосы, так и с переходом в частично заполненную d-полосу. При этом основной вклад в сопротивление обусловлен именно

межполосными переходами электронов проводимости, так как вероятность этих переходов прямо пропорциональна значению плотности состояний d-электронов на уровне Ферми [4].

1.3.2 Косвенное обменное взаимодействие

Варьирование толщин слоёв в сверхрешётках позволяет в широких пределах изменять их свойства. Например, выравнивание магнитных моментов в магнитном слое сильно зависит от толщины немагнитной прослойки между ними. Еще до открытия ГМР-эффекта в 1986 г. Грюнберг с соавторами [19] показали существование осциллирующего межслойного обменного взаимодействия в Fe/Cr многослойных системах. Такой косвенный обмен между ферромагнитными слоями через электроны проводимости немагнитной прослойки, как оказалось позднее, играет важную роль для наличия эффекта гигантского магнитосопротивления. Это подтверждается изменением магнитосопротивления как функции толщины промежуточного слоя. Величина МС имеет осциллирующий характер в зависимости от толщины немагнитного материала (рисунок 1.8) и достигает самых высоких значений при толщинах промежуточного слоя, соответствующих антиферромагнитным максимумам косвенного обменного взаимодействия, и исчезает между ними [6, 15].

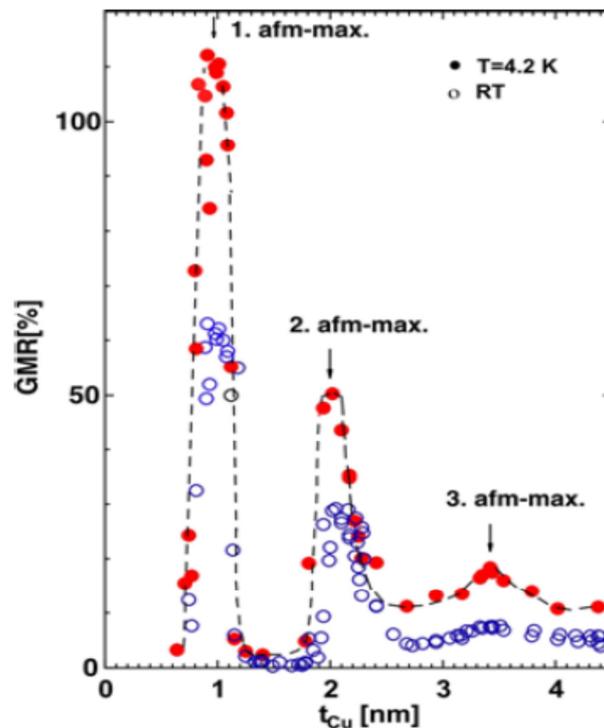


Рисунок 1.8. Изменения с толщиной медного слоя величины магнитосопротивления в поликристаллических Co/Cu многослойных системах, приготовленных магнетронным распылением. Данный рисунок можно найти в [6, 27].

Осцилляционная зависимость магнитосопротивления от толщины немагнитных слоёв в металлических сверхрешётках является следствием взаимодействия Рудермана–Киттеля–Касуя–Иосиды. РККИ-взаимодействие – это косвенное обменное взаимодействие между магнитными моментами соседних ферромагнитных слоёв, осуществляемое через коллективизированные электроны проводимости. В отличие от прямого обменного взаимодействия, косвенное РККИ-взаимодействие является дальнедействующим и имеет осциллирующий характер (рисунок 1.9).

РККИ-взаимодействие обеспечивает магнитное упорядочение в многослойных наноструктурах. РККИ-взаимодействие обратно пропорционально расстоянию между соседними ферромагнитными слоями. Величина косвенного взаимодействия и знак зависят от толщины прослойки в многослойных системах [6]. Так, если ближайшие ферромагнитные слои находятся на расстояниях, при которых константа взаимодействия положительна, то осуществляется ферромагнитное упорядочение (намагниченности соседних слоёв параллельны). Если же константа взаимодействия отрицательна, то осуществится антиферромагнитное упорядочение. В последнем случае сверхрешётки обладают большим сопротивлением.

Косвенное обменное взаимодействие может быть описано следующим отношением:

$$E_{\text{IEC}} = -J_1 \frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{|\vec{M}_1| \cdot |\vec{M}_2|} - J_2 \left(\frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{|\vec{M}_1| \cdot |\vec{M}_2|} \right)^2 = -J_1 \cos(\varphi) - J_2 \cos^2(\varphi) \quad (1)$$

где M_1 и M_2 – вектора намагниченности в соседних слоях; φ – угол между указанными намагниченностями. Первый билинейный член J_1 с постоянной взаимодействия имеет отношение к антипараллельной ориентации намагниченности в слоях. Вторым член J_2 – биквадратичный, который соответствует 90° ориентации векторов намагниченности M_1 и M_2 в соседних слоях.

Конкуренция двух вкладов может давать произвольный угол между магнитными моментами соседних ферромагнитных слоёв в нулевом магнитном поле. Многими авторами обсуждаются в теории микроскопические причины, приводящие к неколлинеарному упорядочению намагниченностей соседних ферромагнитных слоёв. Ограничимся феноменологической моделью, представленной в работе [28]. Авторы записывают свободную энергию (на единицу площади элементарной ячейки и на единицу магнитной ячейки) для сверхрешётки и путём минимизации находят возможные магнитные состояния системы в магнитном поле и в поле, равном нулю. Авторами показано, что биквадратичный обмен может приводить к неколлинеарному упорядочению намагниченностей взаимодействующих ферромагнитных слоёв. Согласно этой модели в главе 2 из экспериментальных данных по

полевым зависимостям намагниченности образцов Co/Cu выяснен тип магнитного упорядочения намагниченностей слоёв кобальта и угол между ними.

Существуют другие виды обменного взаимодействия в реальных многослойных структурах, к примеру, как было показано независимо двумя группами исследователей Kools (1995) и Leal с сотрудниками (1996) [3], в спиновом клапане результирующее обменное поле складывается из трёх компонентов при доминировании самого сильного из них (рисунок 1.9):

1) ферромагнитного ('pin holes'), возникающего в местах нарушения сплошности немагнитного слоя, что вызывает непосредственный контакт между ферромагнитными слоями (рисунок 1.10a);

2) РККИ-обменного взаимодействия, периодически изменяющегося в зависимости от толщины немагнитной прослойки;

3) дипольного (Неелевского) взаимодействия ('orange peel coupling'), зависящего от степени шероховатости интерфейсов. Шероховатость слоёв приводит к формированию магнитных полюсов в плёнках ферромагнетика вблизи границ с немагнитным слоем (рисунок 1.10b). Если при этом энергия дипольного взаимодействия превосходит энергию осциллирующего обменного взаимодействия, то результирующее межслойное взаимодействие будет ферромагнитного типа (рисунок 1.9).

Поэтому при создании свёрхрешёток, чтобы реализовался осциллирующий антиферромагнитный обмен и как результат большое значение магнитосопротивления, необходимо по возможности исключить или уменьшить влияние двух факторов ферромагнитного и дипольного.

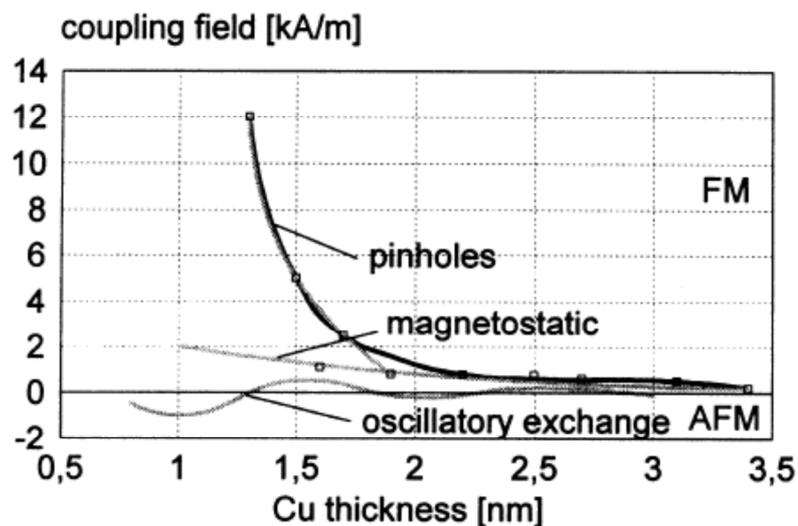


Рисунок 1.9. Обменные поля в спиновых клапанах [3].

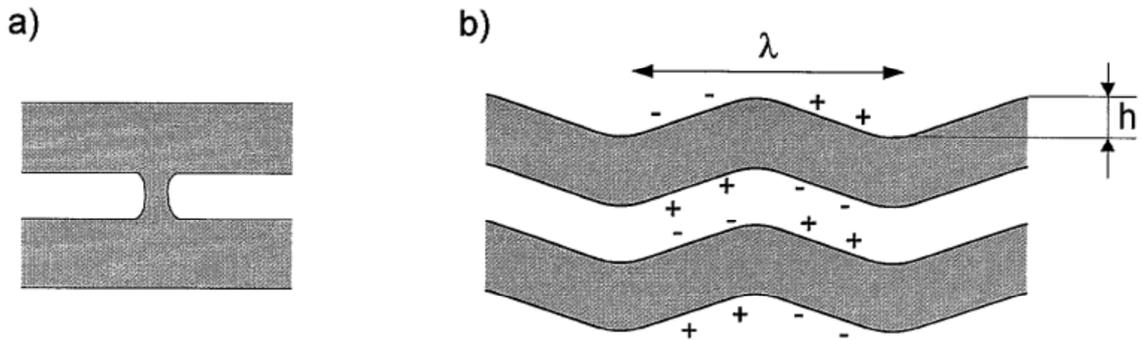


Рисунок 1.10. Иллюстрация двух эффектов, приводящих к ферромагнитному выравниванию магнитных слоёв: (а) нарушения сплошности; (б) шероховатости слоёв [3].

1.4 Экспериментальные наблюдения гигантского магниторезистивного эффекта

Количество опубликованных работ, посвящённых многослойным системам с ГМР-эффектом огромно и весьма велик список изученных многослойных систем. Выпущено большое количество книг и обзорных работ [1, 3, 6, 29]. В этом разделе приводятся основные экспериментальные результаты, определившие развитие данной тематики и имеющие наиболее близкое отношение к исследованиям, представленным в диссертационной работе.

В 1988–1994 гг. проведенные исследования [4] показали, что ГМР-эффект существует во многих магнитных многослойных структурах с общей формулой $[\text{ФМ1}/\text{П}/\text{ФМ2}]_n$, где ФМ1 и ФМ2 – слои $3d$ -ферромагнитного металла (Co, Fe, Ni и их сплавы), а n – количество пар слоёв, П – промежуточный слой неферромагнитного переходного металла (V, Cr, Nb, Mo, Ru, Re, Os, Ir) или благородного металла или сплава (Cu, Ag, Au). Толщина промежуточного слоя составляет, как правило, от единиц до десятков ангстрем.

С тех пор как ГМР-эффект впервые был обнаружен в эпитаксиально-выращенных сверхрешётках Fe/Cr, эти материалы стали уже модельными объектами для исследований спин-зависящих явлений. Многими авторами проводятся фундаментальные исследования процессов формирования магнитных металлических наноструктур Fe/Cr и изучение их физических свойств. В частности, существуют работы, в которых показана возможность существования в сверхрешётках Fe/Cr неколлинеарного магнитного упорядочения [28], выявлено специфическое проявление плоскостной магнитной анизотропии [30], в кластерно-слоистых наноструктурах Fe/Cr обнаружено Кондо-подобное поведение электросопротивления [31], а в сверхрешётках с одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоёв – многоступенчатое изменение намагниченности и гигантского магнитосопротивления [32].

Структурное качество слоёв оказывает сильное влияние на магниторезистивные свойства тонких металлических плёнок. В обменно-связанных многослойных системах на ГМР-эффект могут оказывать влияние, в частности, шероховатость межслойных границ, степень химического перемешивания на интерфейсах и преимущественная ориентация (текстура), сформированная в слоях.

Как было показано выше, конфигурация зонной структуры магнитных и немагнитных слоев является наиболее важной характеристикой для наличия высоких значений ГМР-эффекта. С одной стороны, зонная структура ферромагнетика должна обладать спиновой асимметрией. С другой стороны, в многослойной системе границы раздела между магнитным и немагнитным материалами выступают в качестве спиновых фильтров. Когда различные зонные структуры присутствуют в интерфейсе, то он действует как потенциальный барьер для электронов проводимости. В комбинации материалов Co/Cu зонная структура Cu очень хорошо согласуется со структурой зоны электронов со спином вверх Co, но она не совпадает с зоной Co, заполненной электронами со спином вниз [29].

Все многослойные системы с самым высоким значением ГМР-эффекта образованы несмешиваемыми материалами (Co/Cu, CoFe/Cu). В сверхрешётках на основе тройных сплавов NiFeCo эффект перемешивания слоёв присутствует и может приводить к уменьшению МС.

Одной из причин, от которых зависит величина магнитосопротивления и ширина петли гистерезиса многослойных наноструктур, является способ получения. Существует, по крайней мере, пять методов, каждый из которых имеет свои преимущества и недостатки. Перечислим методы для изготовления сверхрешёток, часто встречающиеся в литературе, к ним относятся молекулярно-лучевая эпитаксия [30-33], магнетронное напыление [5, 7, 15, 16], термическое испарение в вакууме, распыление из ионного пучка [34, 35], электролитическое осаждение (electrodeposition) [36, 37]. Метод осаждения многослойной системы и его параметры должны позволять контролируемое напыление номинальной толщины немагнитного слоя с точностью до 0.1 Å и магнитного – с точностью до 1 Å.

Наибольшие значения ГМР-эффекта среди магнитных металлических сверхрешёток были найдены в системах Co/Cu (см. таблицу 1.1). Несмотря на огромное количество опубликованных работ, в которых авторы изучают свойства сверхрешёток Co/Cu, работ, где представлены максимальные значения магнитосопротивления, небольшое количество и они являются самыми цитируемыми.

Паркин с соавторами (1991-92 гг.) показал, что для получения больших значений магнитосопротивления при изготовлении плёнок можно использовать не только медленный метод молекулярно-лучевой эпитаксии, но и метод магнетронного распыления, позволяющий быстро получать поликристаллические образцы. В работе [5], в которой авторы представляют

первое доказательство для антиферромагнитного обменного взаимодействия между слоями кобальта в Co/Cu с большим ГМР-эффектом. Для сверхрешёток Si//Fe45/[Co10/Cu(t_{Cu})]₁₆/Cu19 при комнатной температуре было получено максимальное значение ГМР-эффекта 35 % при толщине слоя меди $t_{Cu} = 9.3 \text{ \AA}$, а на втором антиферромагнитном максимуме при $t_{Cu} = 19.1 \text{ \AA}$ магнитосопротивление составляет 25%.

Значение МС 65 % при комнатной температуре получено Паркиным и соавторами в работе [38] для Si//Fe50/[Co8/Cu8.3]₆₀/Fe25. Такая большая величина была получена в результате проведенной оптимизации как процессов напыления, так и количества пар и толщин слоёв.

В статье [39] магнетронное напыление всей структуры Si(100)//Fe50/[Co15/Cu9]₃₀ происходило при температуре подложки 0°C, и получено значение МС при комнатной температуре 48 %.

Из таблицы видно, что для создания сверхрешёток Co/Cu в основном используется магнетронное напыление и при оптимизации этого процесса получают сравнимые значения ГМР-эффекта.

Таблица 1.1. Значения магнитосопротивления для сверхрешёток Co/Cu, полученные авторами других работ.

	Сверхрешётка	МС, %	Способ напыления
[5]	Si//Fe45/[Co10/Cu(t_{Cu})] ₁₆ /Cu19	35	DC-магнетрон
[38]	Si//Fe50/[Co8/Cu8.3] ₆₀ /Fe25	65	DC-магнетрон
[39]	Si(100)//Fe50/[Co15/Cu9] ₃₀ /Cu50	48	DC-магнетрон Температура подложки 0°C
[34]	MgO(110)//[Co10/Cu9] ₁₆	38	IBS sputtering
[40], [41]	стекло//Fe80/[Co11/Cu9] ₂₅ /Co12	42.5	RF sputtering
[42]	[Co1.0/Cu0.8] ₃₀	38	DC-магнетрон

Преимущественная кристаллографическая ориентация промежуточного слоя и всей структуры в целом оказывает сильное воздействие на электронную структуру слоёв, влияя, таким образом, на период, знак и величину межслойного взаимодействия. Этот эффект наблюдается во многих многослойных системах. Например, было установлено, что в многослойной системе Co/Cu величина межслойного взаимодействия чрезвычайно чувствительна к преимущественной кристаллической ориентации.

В отличие от массивных образцов в плёночном состоянии кобальт в присутствии меди имеет гранецентрированную кубическую (ГЦК) кристаллическую решётку, поскольку несоответствие параметров решётки для ГЦК Co и ГЦК Cu составляет всего 2%.

Во многих работах, например [43-45], авторы указывают на то, что в многослойной системе Co/Cu слои кобальта и меди при магнетронном напылении кристаллизуются в поликристаллическую ГЦК структуру, и плёнки состоят из когерентно выросших через все слои столбчатых зёрен. Во время осаждения ГЦК металлов на аморфные подложки, как правило, в тонких плёнках развивается текстура $\langle 111 \rangle$. После термообработки текстура осаждения $\langle 111 \rangle$ в Co/Cu часто превращается в текстуру $\langle 100 \rangle$ [46], или текстуру $\langle 110 \rangle$, что сопровождается понижением упругой энергии и релаксацией упругих напряжений.

Сплав $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x$ является магнитным материалом, слои которого входят в состав интенсивно исследуемых систем типа спиновый клапан, спин-туннельных наноструктур и сверхрешёток.

Авторы работ, посвященных магнитным и магниторезистивным свойствам сверхрешёток на основе сплава кобальт-железо переменного состава, указывают на наличие широкого максимума на концентрационной зависимости магнитосопротивления при концентрациях железа в сплаве $x=0.75-0.9$ [35, 47, 48].

Замена чистых материалов кобальта или железа на сплав $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (далее – CoFe) в сверхрешётках приводит к увеличению эффективного магнитного момента на атом ферромагнитного слоя [47], к повышению магнитосопротивления [35], уменьшению магнитного гистерезиса, а также к улучшению температурной стабильности [49].

Магнитосопротивление $\Delta R/R_s = 63\%$ было получено только в одной работе [8] для случая $n = 42$. В других опубликованных работах приведены более низкие значения ГМР-эффекта для сверхрешёток $[\text{CoFe}/\text{Cu}]_n$. Типичные значения максимальной величины магнитосопротивления в сверхрешётках $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ при комнатной температуре составляют $\approx 52-55\%$ и были получены в работах [35, 48, 50] при толщинах слоёв меди, относящихся к первому максимуму антиферромагнитного обменного взаимодействия. Поле магнитного насыщения при этом было $H_s = 3 \div 4$ кЭ, а величина магнитного гистерезиса - около 0.1 кЭ [35, 48].

При толщине слоёв меди $t_{\text{Cu}} = 20 \div 23$ Å, соответствующей второму антиферромагнитному максимуму, величина магнитосопротивления в сверхрешётках составляет $\Delta R/R_s = 15 \div 23\%$, поле насыщения уменьшается до сотен эрстед, а ширина петли гистерезиса – до нескольких десятков эрстед [7, 51]. Следует отметить, что указанная величина магнитосопротивления и магниторезистивная чувствительность 0.05-0.1 %/Э в сверхрешётках $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ позволяют создавать на основе этих материалов чувствительные магниторезистивные датчики [6, 15], однако большая величина гистерезиса препятствует этому.

Магнитные, магниторезистивные свойства и величина, характеризующая гистерезис, сверхрешёток в значительной степени могут изменяться в зависимости от выбранного материала буферного слоя, на котором формируется многослойная структура, что создает возможности на этапе синтеза целенаправленно увеличивать магнитосопротивление и уменьшать ширину петли гистерезиса.

Так, продолжая свои исследования сверхрешёток с ГМР-эффектом, Паркин с соавторами в работе [8] для системы $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ показали, что для получения высокого значения магнитосопротивления 63% (при количестве пар слоёв $n = 42$) необходимо подобрать условия псевдо-эпитаксиального роста слоёв сверхрешётки $(001)\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ при использовании комбинированного буферного слоя Fe/Pt . Было показано, что при систематическом изменении толщины слоя Fe с шагом 2 \AA структурное совершенство и высокое магнитосопротивление одновременно достигаются при $t_{\text{Fe}} = 12 \text{ \AA}$. Зависимость от толщины буферного слоя железа объясняется различиями в морфологии и изменении параметра решётки в слое Fe , или, возможно, с перемешиванием или сплавлением между Fe и Pt в буферном слое.

Исследования величины магнитосопротивления и гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}15/\text{Cu}23]_8$ показали [7], что при использовании различных материалов фиксированной толщины $t = 100 \text{ \AA}$ в качестве буферного слоя гистерезис сверхрешётки может изменяться на порядок величины по сравнению со сверхрешёткой без буферного слоя. Было изучено влияние кристаллографической текстуры на ГМР и магнитные свойства CoFe/Cu , приготовленных магнетронным распылением. Для того чтобы сформировать различные текстуры в плёнке, были использованы буферные слои, такие как Fe , Cr , Ta , Cu и Al . Многослойные системы с Cu , Al , Ta и без буферного слоя показывают наличие в плёнке текстуры $\langle 111 \rangle$. Плёнки с буфером Cr показывают смесь текстур $\langle 111 \rangle$ и $\langle 200 \rangle$, а с буферным слоем – Fe являются плохо текстурированными. Плёнки с текстурой $\langle 111 \rangle$ имеют самые низкие поля насыщения.

Сплавы пермаллой-хром ранее были использованы в качестве буферного слоя для приготовления плёнок с анизотропным магниторезистивным эффектом и в наноструктурах типа «спиновый клапан». В работе [52] для буферного слоя из сплава пермаллой-хром $\text{Py}_{100-x}\text{Cr}_x$ было установлено оптимальное содержание хрома $x = 0.4$, при котором в нанесенном последующем слое пермаллоя была сформирована кристаллическая структура с большим размером зерен, что коррелировало также с наблюдаемой максимальной величиной анизотропного магниторезистивного эффекта. Аналогичные результаты были получены в работе [53] при исследовании структурных и магнитных свойств системы $\text{Py}_{100-x}\text{Cr}_x/\text{Py}/\text{Pt}_{48}\text{Mn}_{52}$, в которой была обнаружена острая текстура $\langle 111 \rangle$ и наибольший размер зерен при $x = 0.4$. В ряде работ, касающихся синтеза и исследования спиновых клапанов с буферными слоями на основе NiFeCr или Ta/NiFeCr , выявлено повышение качества слоистой структуры,

формирование выраженной текстуры $\langle 111 \rangle$ и показано связанное со структурными изменениями улучшение магниторезистивных характеристик наноструктур [54, 55].

Что касается магнитных металлических сверхрешёток на основе $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, то имеется весьма ограниченное число работ, в которых используется немагнитный буферный слой NiFeCr . В литературе найдено только две статьи, имеющие непосредственное отношение к изучаемым наноструктурам. В работе [9] для сверхрешёток $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Ru}$ в качестве буферного слоя использовался $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ фиксированной толщины 50 \AA . Авторы работы [9] исследовали межслойную диффузию, обусловленную отжигом сверхрешёток. Во второй работе [10] проведены исследования магнитострикции и величины растягивающих напряжений в зависимости от числа пар слоёв для сверхрешёток $\text{NiFeCr}/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_n/\text{NiFeCr}$, имеющих $t_{\text{NiFeCr}} = 55 \text{ \AA}$ и равные толщины для CoFe и Cu слоёв $t = 15 \text{ \AA}$.

В указанных выше работах [9, 10, 52-55] использование буферного слоя $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ привело к улучшению магниторезистивных характеристик наноструктур. Можно ожидать, что применение буферного слоя такого состава для приготовления сверхрешёток CoFe/Cu будет способствовать повышению ГМР-эффекта.

Выявленные особенности сверхрешёток CoFe/Cu указывают на возможность дальнейшего улучшения их функциональных характеристик за счёт использования такого материала буферного слоя, который бы способствовал формированию наиболее совершенной структуры последующих слоёв в сверхрешетке.

Температура является важным фактором в процессах производства и эксплуатации приборов микроэлектроники. Технология литографических процессов включает в себя различные шаги, сопровождающиеся нагревом до 350°C , например, пассивацию. А применение ГМР-датчиков в автомобильной промышленности предполагает длительную эксплуатацию при температурах больше, чем 100°C . Создание устройств с высокой устойчивостью к повышенным температурам необходимо как с технологической, так и с экономической точки зрения.

При осаждении материалов методами магнетронного напыления при высокой температуре могут образовываться метастабильные твёрдые растворы, поэтому слоистая структура обычно полностью напыляется при комнатной температуре.

Повышение температуры может оказывать влияние на тонкую магнитную плёнку в нескольких аспектах. Во-первых, магнитное упорядочение зависит от температуры и характеризуется точкой перехода в парамагнитное состояние. Во-вторых, эффект магнитного обменного взаимодействия, может изменять свою величину и знак в зависимости от температуры. Во всех этих случаях, влияние температуры можно считать обратимым, когда при заданной температуре система проявляет одинаковое поведение в магнитном отношении. Однако при повышении температуры можно достигнуть области, где изменения будут

необратимыми, причиной являются изменения структуры, морфологии и химии магнитных плёнок в процессе теплового нагрева, отжига.

После оптимизации магниторезистивных характеристик сверхрешёток на стадии их изготовления дополнительно может производиться отжиг приготовленной наноструктуры. Улучшение структурного состояния слоёв и интерфейсов позволяет повысить магнитосопротивление как в сверхрешётках [56], так и в туннельных контактах [57]. Имеется ряд экспериментальных работ, в которых найдены режимы отжига, позволяющие увеличить магнитосопротивление сверхрешёток Co/Cu [46] и Co₉₀Fe₁₀/Cu [49, 58].

Авторы [46] указывают на изменения структурных, транспортных и магнитных свойств, происходящие в ходе отжига в системе Co/Cu с толщиной прослойки, соответствующей второму максимуму антиферромагнитного взаимодействия. Первоначальное значение магнитосопротивления 25% увеличивалось вплоть до температуры 400°C и наблюдалась корреляция с обострением интерфейсов. При отжиге выше 300°C рост зёрен и высокая когерентность зёрен приводят к текстурному переходу от текстуры <111> к текстуре <100>. Выше температуры отжига 400°C увеличивается количество дефектов в слоях, что вызывает уменьшение ГМР-эффекта, и при температурах выше 600°C происходит полный переход от многослойной конфигурации системы к гранулированного типа структуре с большими (~ 1000 Å) областями Co и Cu. Величина ГМР при этом уменьшается, что связано с появлением ферромагнитно связанных областей в первоначально антиферромагнитно связанных структурах.

Также нужно отметить, что влияние термического отжига на ГМР-эффект сильно зависит от толщины немагнитного слоя в сверхрешётке. Авторы [49] сообщают, что при отжиге сверхрешёток Co/Cu с толщиной меди, соответствующей первому антиферромагнитному максимуму косвенного обменного взаимодействия, величина МС монотонно уменьшается при увеличении температуры отжига. В то время как для сверхрешёток с толщиной меди, соответствующей второму антиферромагнитному максимуму, значение МС сначала незначительно увеличивается, затем проходит через максимум и, начиная с некоторой температуры, уменьшается [37, 46]. Кроме того, структурные характеристики слоёв могут сильно изменяться в случае отжига (смена типа текстуры) [49].

Для повышения магниторезистивной чувствительности и уменьшения гистерезиса в сверхрешётках используют ферромагнитные сплавы NiFeCo, характеризующиеся близкой к нулю магнитострикцией и малой магнитной анизотропией [11, 59]. Состав ферромагнитного материала определяет величину магнитосопротивления, ширину петли гистерезиса, поле магнитного насыщения и магнитострикцию. Авторы работы [11] показали, что наибольшее

значение магнитосопротивления сверхрешёток на основе сплавов NiFeCo наблюдается при добавлении от 10 до 20 % Fe в сплав Co-Ni с высоким содержанием Ni.

Еще одним параметром, влияющим на гистерезис магнитосопротивления сверхрешёток, является наведённая анизотропия. Для формирования наведенной анизотропии в магнитных слоях и уменьшения гистерезиса в направлении трудной оси сверхрешётки NiFeCo/Cu напыляют при приложении магнитного поля в плоскости слоев [59] или дополнительно отжигают в магнитном поле [12].

Ранее было показано, что при выборе буферного слоя из сплава NiFeCr и подборе его толщины для плёнок NiFe [60] и спиновых клапанов [54, 61, 62] достигается формирование более совершенной структуры и текстуры $\langle 111 \rangle$, увеличивается размер зерна, что в свою очередь позволяет улучшить функциональные характеристики сверхрешёток. Магниторезистивные свойства сверхрешёток NiFeCo/Cu с различными буферными слоями: Cu, NiFeCo, Fe, Cr, Zr и NiO, – исследуются, например, в работах [11-14]. Однако в имеющихся литературных данных информации об использовании буферным слоем сплава NiFeCr или комбинации слоёв Ta/NiFeCr для сверхрешёток NiFeCo/Cu обнаружено не было.

Сверхрешётки являются искусственными, синтезируемыми материалами, и поэтому понимание физических принципов, объясняющих связь между их микроструктурой, магнитными и магниторезистивными свойствами, является ключом к получению материалов с нужными для технологий спинтроники характеристиками.

Как следует из литературных данных, одним из эффективных способов получения сверхрешёток с нужными свойствами является использование определённого материала буферного слоя и тщательный подбор его толщины. Полученные таким образом сверхрешётки должны обладать одновременно высокими значениями магнитосопротивления и малой шириной петли гистерезиса. Желательными являются также высокая чувствительность к магнитному полю и температурная стабильность сверхрешёток, что накладывает дополнительные условия на выбор материалов и толщин слоёв, входящих в создаваемую наноструктуру.

Таким образом, обзор литературных данных позволяет заключить, что к моменту начала данных исследований отсутствовали надёжные систематические данные о влиянии материала и толщины буферного слоя на структурные, магнитные и магнитотранспортные свойства сверхрешёток CoFe/Cu и NiFeCo/Cu. Поэтому была поставлена цель – установить физические закономерности влияния различных буферных слоёв на структурные, магнитные и магнитотранспортные свойства сверхрешёток на основе меди и сплавов 3-d металлов для получения материалов с большими значениями магнитосопротивления в сочетании с высокой

магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом. Для достижения цели решались следующие задачи:

1. Разработать технологию получения многослойных наноструктур с гигантским магниторезистивным эффектом на основе меди и сплавов 3-d металлов при использовании метода магнетронного напыления.
2. Изучить влияние материала подложки, толщины буферного слоя из Cr, Fe, $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и немагнитного сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ на кристаллическую структуру, магниторезистивные свойства и ширину петли гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$.
3. Исследовать температурную стабильность магниторезистивных характеристик и ширины петли гистерезиса сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с различным буферным слоем.
4. Изучить возможность получения высокой магниторезистивной чувствительности и слабого гистерезиса в сверхрешётках $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}]_n$ и $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$, приготовленных на составном буферном слое Ta/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$.

Глава 2 Экспериментальные методы

В данной главе даётся обзор основных экспериментальных методик и оборудования. Описывается лабораторная технология синтеза многослойных магнитных наноструктур на высоковакуумной магнетронной установке, включающая в себя подготовку поверхности подложек, калибровку скоростей напыления материалов и определение шероховатости поверхности подложек и полученных плёнок. Освещаются основные методы измерений: магнитных и транспортных свойств на вибрационном магнитометре АВМ-1 и установке RTF-1, структурных – методами рентгеновской дифракции на дифрактометрах ДРОН-3М и Empyrean. Данные по микроскопическим свойствам образцов: элементный состав, микроструктура и морфология поверхности плёнок, – получены с использованием трех типов микроскопов РЭМ, ПЭМ и АСМ.

2.1 Описание объектов исследования

Изучаемые металлические плёнки представляют собой систему напылённых друг за другом слоёв, нумерация которых начинается с подложки (записывается слева направо). Основная часть структуры состоит из чередующихся ферромагнитных и немагнитных слоёв (рисунок 2.1). Слои, разделяющие ферромагнетики, настолько тонкие, что между магнитными моментами ферромагнитных слоёв (ФМ) возникает косвенная обменная связь, благодаря которой происходят трансформации магнитных и магниторезистивных свойств, и возникает ГМР-эффект. Между подложкой и многослойной частью структуры напыляется буферный слой (БС), который может сильно влиять на структурные и магниторезистивные свойства многослойной части. Исследованию этого влияния и посвящена большая часть настоящей работы. Сверху многослойная часть обязательно закрывается защитным слоем (ЗС), который предотвращает окисление структуры.

Толщины слоёв находятся в следующих пределах: толщина БС не превышает 170 Å, толщина ферромагнитного (ФМ) слоя изменяется в пределах 10-20 Å, толщины слоя меди берутся из интервала 7-30 Å. На верхней поверхности образца располагаются электрические контакты, поэтому чтобы не возникло эффекта шунтирования при пропускании тока в плоскости слоёв всей структуры, толщина защитного слоя берётся небольшой: 10-30 Å. В англоязычной литературе геометрия пропускания тока в плоскости слоёв называется СІР-геометрия. В главе 6 используется составной буферный слой, состоящий из двух слоёв выбранных немагнитных материалов.

Таблица 2.1. Материалы и основные части
сверхрешётки

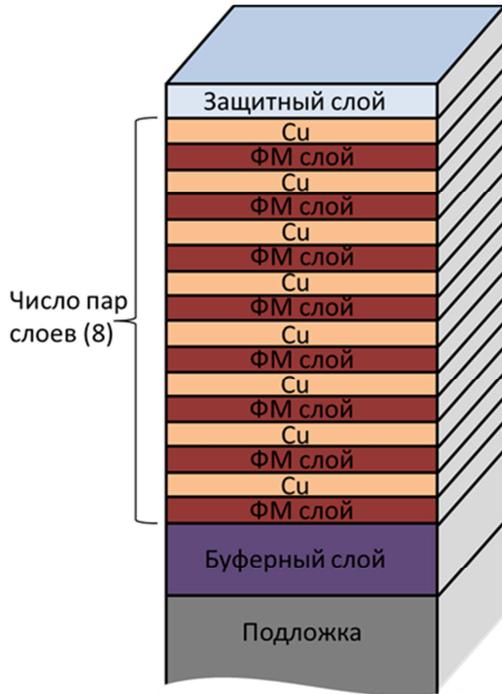


Рисунок 2.1. Схематичное изображение
исследуемых многослойных структур

Часть	Материал
n	4 – 40
Защитный слой	Ta, Cr
Прослойка	Cu
ФМ слой	Co, Co ₉₀ Fe ₁₀ , Ni ₆₅ Fe ₁₅ Co ₂₀ , Ni ₇₆ Fe ₁₀ Co ₁₄
Буферный слой	Cr, Fe, Co ₉₀ Fe ₁₀ , Cu, (Ni ₈₀ Fe ₂₀) ₆₀ Cr ₄₀ , Ta/(Ni ₈₀ Fe ₂₀) ₆₀ Cr ₄₀
Подложка	Стекло, Si, Si/SiO ₂ , Al ₂ O ₃

В данной работе изучаются свойства сверхрешёток с общей формулой:

$$\text{подложка}/\text{BC}(t_{\text{buff}})/[\text{ФМ}(t_{\text{FM}})/\text{Cu}(t_{\text{Cu}})]_n/\text{ЗС},$$

основные части, входящие в формулу, указаны в таблице 2.1, t_{buff} , t_{FM} , t_{Cu} указывают номинальную толщину слоя из соответствующего материала в ангстремах, рассчитанную по времени напыления с учётом экспериментально определённой скорости осаждения каждого материала, n – число повторений пары слоёв ФМ/Cu. Значения концентраций элементов в обозначении некоторых сплавов далее для краткости опущены: Co₉₀Fe₁₀ = CoFe, (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ = NiFeCr.

В структурном отношении все материалы, формирующие многослойную область, в которой возникает ГМР-эффект: Co, Co₉₀Fe₁₀, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀, Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄, Cu, – в виде тонкой плёнки обладают ГЦК кристаллографической структурой и близкими параметрами кристаллической

решётки. Близость структурных параметров важна для формирования столбчатой структуры, в которой межзёренные границы проходят сквозь все слои поликристаллической многослойной плёнки. Кроме того, важным фактором для стабильности многослойной системы является низкая растворимость друг в друге магнитного и немагнитного компонентов и степень их смешивания при повышенных температурах (взаимной диффузии).

В главе 1 п. 1.4 описываются основные экспериментальные результаты, известные из литературы, для многослойных систем на основе меди $[Me/Cu]_n$, где $Me=Co, CoFe, NiFeCo$. В следующем разделе приводится метод получения описанных слоистых наноструктур.

2.2 Процесс магнетронного распыления

Лабораторная технология синтеза многослойных магнитных наноструктур отработана на высоковакуумной напылительной установке MPS-4000-C6 производства фирмы ULVAC (Япония), которая позволяет методом магнетронного напыления на постоянном токе напылять тонкие плёнки магнитных и немагнитных металлов или их комбинации.

Установка содержит три вакуумные камеры: камеру загрузки, камеру напыления диэлектриков и камеру напыления металлов (рисунок 2.2). Камера загрузки имеет высокочастотный магнетрон, предназначенный для очистки поверхности пластин методом обратного магнетронного распыления. Камера напыления диэлектриков имеет один высокочастотный магнетрон, использующий мишени диаметром 100 мм.

Камера напыления металлов имеет 6 магнетронов на постоянном токе, использующих мишени 50 мм в диаметре. Толщина мишени зависит от типа материала. Так мишени из ферромагнитных материалов (Co, CoFe, CoFeNi, и др.) тоньше (1.5 – 2.0 мм) немагнитных мишеней (2 – 5 мм), что связано с конструкцией магнетронов. Напыление производится в атмосфере особо чистого аргона. Процесс напыления управляется программой, сформированной для конкретной многослойной наноструктуры, в которой задаётся время напыления каждого слоя, по определённой заранее откалиброванной скорости распыления материала мишени, давление аргона и время его запуска в камеру, время открытия заслонок, мощность магнетронов. Отдельно задаются температура и скорость вращения подложки.

Общие технологические параметры напыления наноструктур: мощность магнетронов 100 Вт; давление аргона 0.1 Па; чистота аргона 99,9998 %; давление остаточных газов перед запуском аргона 3×10^{-7} Па; частота вращения подложки 7 об/мин; температура подложки во время напыления наноструктур комнатная. В процессе напыления сверхрешёток NiFeCo/Cu прикладывалось постоянное магнитное поле (H_{sp}), напряжённость которого в месте расположения подложки равнялась 80 Э.

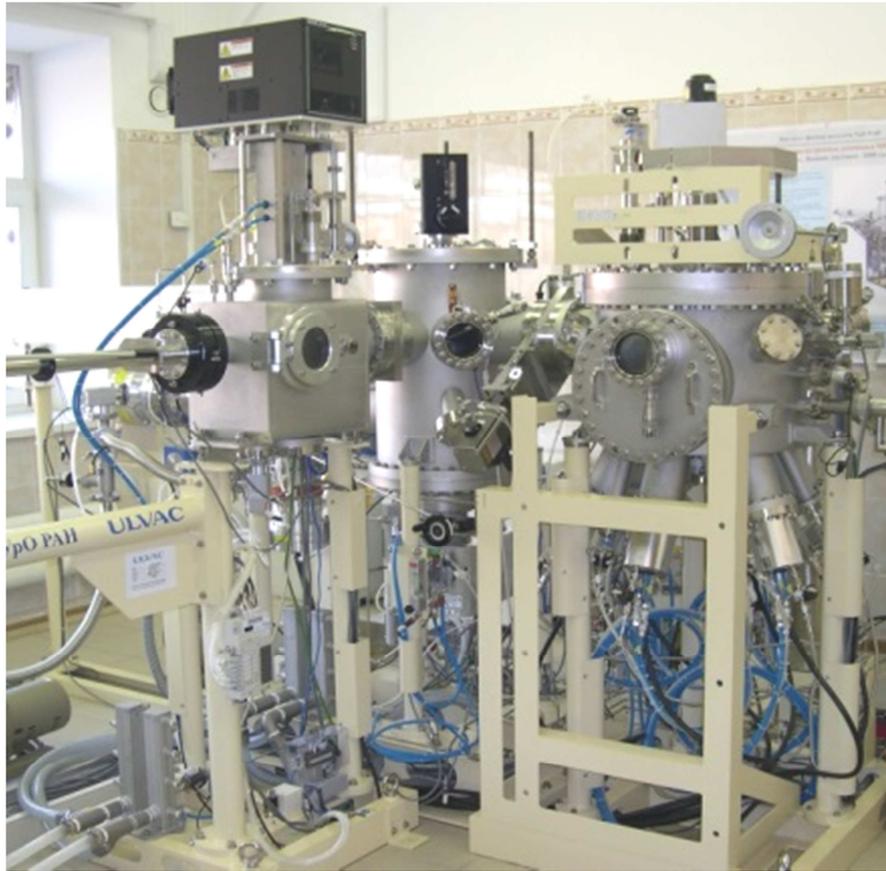


Рисунок 2.2. Общий вид высоковакуумной установки MPS-4000 C6 (ИФМ УрО РАН, центр коллективного пользования «Нанотехнологий спинтроники»).

2.2.1 Подготовка поверхности подложек

Для напыления наноструктур использовались следующие виды подложек:

- Стекланные пластины толщиной 0.25 ± 0.05 мм размерами 25×25 мм² (фирма-изготовитель Corning, США, тип Cover glass). Далее обозначается как «стекло».
- Пластины монокристаллического сапфира Al_2O_3 ориентации $(10\bar{1}2)$ размерами 15×15 мм².
- Круглые пластины монокристаллического кремния Si ориентации (100), диаметром 50 мм.
- Круглые пластины монокристаллического кремния ориентации (100) с окисленным слоем SiO_2 толщиной 0.5-0.6 мкм, диаметром 50 мм. Обозначение Si/SiO₂.

Подготовка поверхности подложек из стекла и сапфира включает следующие действия:

- 1) промывание в дистиллированной воде;
- 2) выдержка пластины в ацетоне (ОСЧ) – 5 мин;
- 3) повторное промывание в ацетоне в ультразвуковой ванне при температуре 40°C – 10 мин;

4) непосредственно перед установкой подложки в камеру загрузки магнетронной установки промывание в струе медицинского спирта с последующей протиркой насухо поверхности подложки однонаправленным движением безворсовой салфетки.

5) далее подложка помещалась в камеру загрузки, и после откачки этой камеры до давления $P = 6 \cdot 10^{-5}$ Па, производилась очистка поверхности подложки методом обратного магнетронного распыления на переменном токе.

При очистке поверхности монокристаллических кремниевых подложек пункты 2) и 3) исключались. Шероховатость поверхности подложек перед напылением и скорость напыления материалов контролировались методом бесконтактной оптической интерферометрии.

2.2.2 Метод бесконтактной оптической интерферометрии

Для определения шероховатости подложек и оценки скорости напыления каждого материала использовался оптический профилометр-интерферометр белого света Zygo NewView 7300. Внешний вид прибора показан на рисунке 2.3. Профилометр-интерферометр позволяет бесконтактным способом проводить измерения шероховатости и высоты «ступеньки» на поверхности образца. Изображение рельефа поверхности на экране монитора формируется в процессе анализа и компьютерной обработки интерференционной картины, полученной при сложении световых волн, отражённых исследуемой поверхностью и размещённой внутри объектива тестовой гладкой пластины. Построчное сканирование измеряемой поверхности позволяет получить профиль шероховатости, объёмное изображение и карту поверхности, где высота каждой точки соотнесена с определённым цветом – от синего до красного. Прибор укомплектован набором сменных объективов, с латеральным увеличением от $\times 1$ до $\times 100$. При сравнительно небольшом латеральном увеличении разрешение вдоль нормали к анализируемой поверхности достигает $1 - 2 \text{ \AA}$, что в свою очередь при усреднении по достаточно большой области поверхности даёт высокую точность измерений.

Измерения высоты ступеньки и шероховатости образцов проводились с использованием $20\times$ объектива, при этом размеры анализируемой поверхности составляли $0.35 \text{ мм} \times 0.26 \text{ мм}$.

Скорость напыления каждого материала при заданной мощности рассчитывалась по известному времени напыления с учётом измеренной профилометром высоты ступеньки, которая изготавливалась в два этапа, в результате одинаковый материал покрывал нижнюю и верхнюю поверхности ступеньки.

Процедура, позволяющая исключить ошибку, связанную с чувствительностью метода к оптическим свойствам материала, состояла в следующем.



Рисунок 2.3. Внешний вид оптического профилометра-интерферометра белого света Zygo NewView 7300.

На первом этапе подложка покрывалась слоем выбранного материала с точным временем напыления материала и с оценочной толщиной $500 \div 600 \text{ \AA}$. Затем на поверхность полученной плёнки специальным фломастером наносилась прямая линия, и на плёнку напылялся второй слой. Слой материала в месте нанесённой фломастером линии удалялся этиловым спиртом. В специальном приложении программного обеспечения профилометра измерялась высота полученной таким образом канавки с вертикальными стенками и одинаковым материалом её нижней и верхней части. Высоты левой и правой части измерялись отдельно, потом проводилось усреднение результатов. Усреднение уровня при определении высоты ступеньки проводилось по всей площади измеряемой области. Чтобы избежать ошибок, вызванных вкладом краевых эффектов, границы ступеньки исключались из области измерения. Пример полученных данных представлен на рисунке 2.4. По измеренной высоте ступеньки и известному времени напыления рассчитывалась скорость напыления выбранного материала. После развакуумирования установки или замены мишеней в камере напыления измерение скоростей напыления материалов для всех магнетронов проводилось заново.

В таблице 2.2 показаны результаты измерения скоростей напыления использованных материалов при заданной мощности магнетронов 100 Вт и рабочем давлении аргона 0.1 Па.

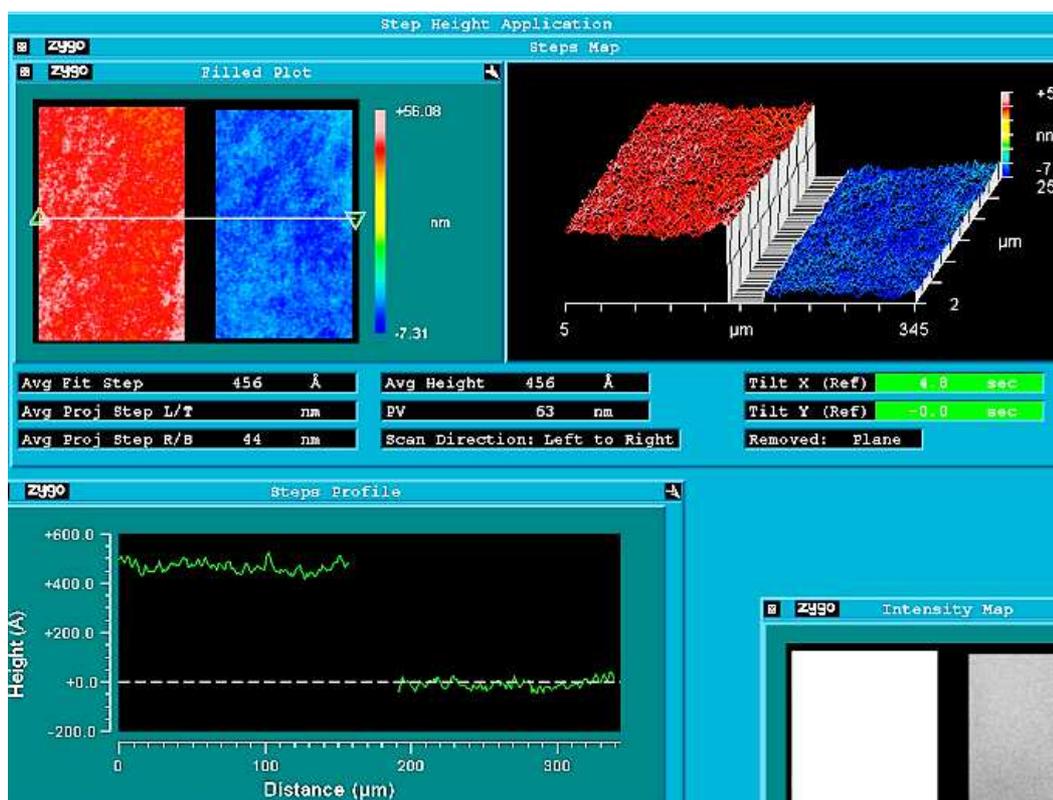


Рисунок 2.4. Скриншот программы с результатами определения высоты ступеньки при калибровке скорости напыления плёнки из сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$.

Таблица 2.2. Скорости напыления материалов при мощности магнетронов 100 Вт и рабочем давлении аргона 0.1 Па.

Напыляемый материал, материал мишени	Скорость напыления, Å/мин	Напыляемый материал, материал мишени	Скорость напыления, Å/мин
Cu	62-67	Fe	27
Co	30	$(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$	32-34
$\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$	28-30	$\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}$	30
Cr	30	$\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$	32
Ta	28		

Напыление сверхрешёток производилось на различные подложки: стекло, $\text{Al}_2\text{O}_3(10\bar{1}2)$, Si и Si/SiO₂. Предварительно с помощью оптического профилометра проводилась аттестация подложек. Определялись следующие параметры шероховатости: линейное отклонение – R_a и среднеквадратическая шероховатость – rms . Шероховатость пластин усреднялась по пяти точкам: одной – в центре и четырёх – по краям пластины. В таблице 2.3 представлены средние значения шероховатости поверхностей подложек.

Таблица 2.3. Значения шероховатости поверхностей для используемых подложек.

Тип подложки	Стекло	Si	Si/SiO ₂	Al ₂ O ₃
$R_a, \text{Å}$	2 ÷ 3	6 ÷ 7	3 ÷ 6	5 ÷ 9
$rms, \text{Å}$	3 ÷ 4	7 ÷ 9	4 ÷ 7	7 ÷ 10

Наименьшей шероховатостью обладают подложки из стекла. Данный тип подложек имеет низкую стоимость и может быть использован для отработки лабораторного технологического процесса магнетронного напыления многослойных наноструктур. Малая толщина стеклянных подложек (0.2 мм) предусматривает их использование только в лабораторной технологии.

В радиоэлектронной промышленности используются кремниевые подложки, покрытые слоем оксида или нитрида кремния (Si/SiO₂ и Si/Si₃N₄). В данной работе использовался только Si/SiO₂, имеющий согласно данным, приведённым в таблице 2.3, шероховатость менее 10 ангстрем (рисунок 2.5).

Наибольшая среднеквадратичная шероховатость (см. таблицу 2.3) была обнаружена у подложек сапфира Al₂O₃ (рисунок 2.6). Для воспроизводимого процесса напыления многослойных наноструктур необходимо использовать подложки с минимально возможной шероховатостью поверхности. Опыт отработки лабораторного технологического процесса магнетронного напыления указывает на необходимость использования подложек со среднеквадратичной шероховатостью 3 ÷ 6 Å. При шероховатости, превышающей 10 Å, подложки (пластины) следует отбраковывать. Их использование приводит к ухудшению магниторезистивных характеристик приготовленных плёночных образцов.

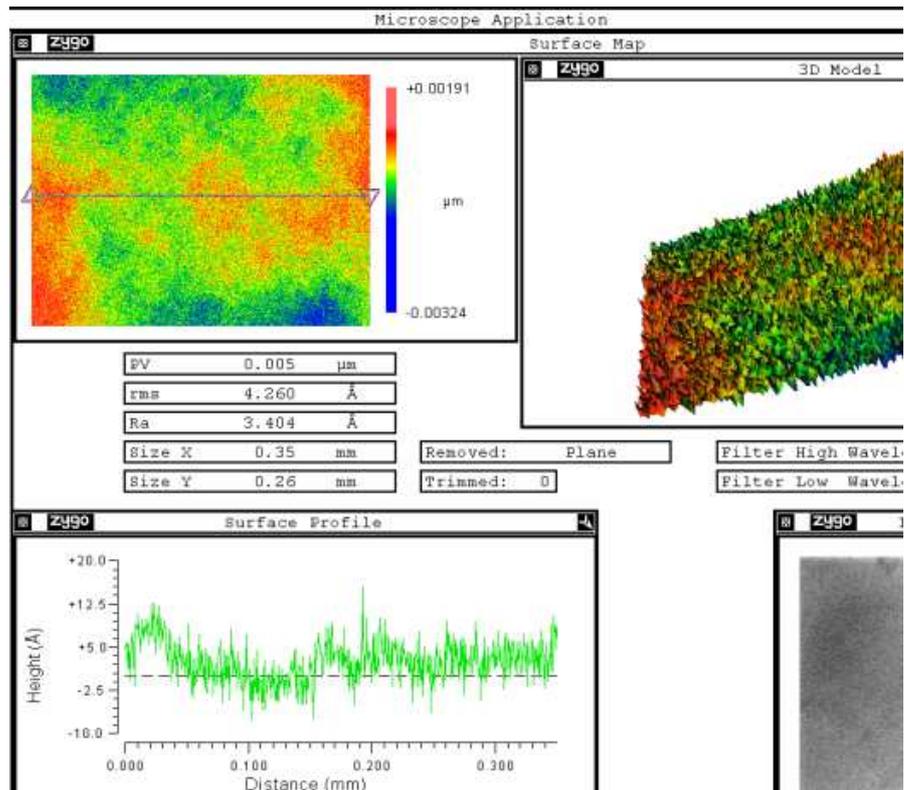


Рисунок 2.5. Результаты исследования шероховатости поверхности пластины Si/SiO₂

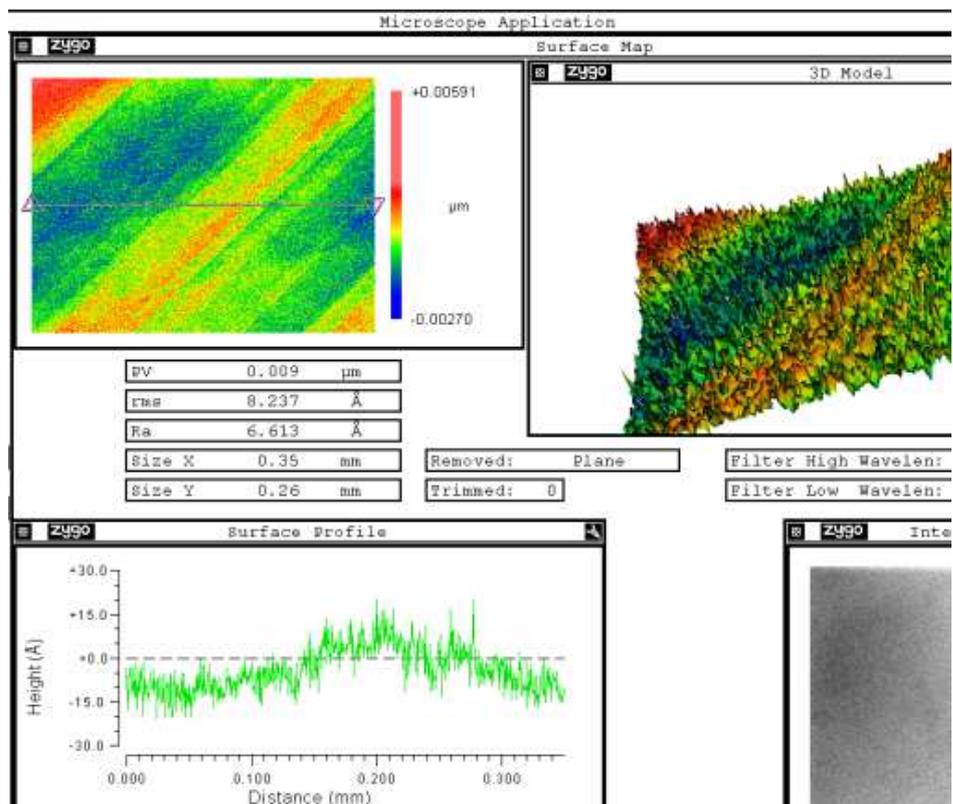


Рисунок 2.6. Результаты исследования шероховатости поверхности пластины Al₂O₃

2.3 Методы измерений

2.3.1 Измерение магнитных свойств

Измерения полевых зависимостей магнитосопротивления ($\Delta R/R$) и удельной намагниченности (σ) образцов проводились при комнатной температуре в стационарных лабораторных условиях на автоматизированном (программа адаптирована для работы в среде Microsoft Excel) вибрационном магнитометре АВМ-1 (рисунок 2.7). Принцип работы установки основан на законе Фарадея об электромагнитной индукции и заключается в определении значения электродвижущей силы, наводимой в измерительных катушках вибрирующим намагниченным образцом. Установка создана Миляевым М.А., ведущим научным сотрудником лаборатории электрических явлений ИФМ УрО РАН, и прошла метрологический контроль.



Рисунок 2.7. Внешний вид автоматизированного вибрационного магнитометра АВМ-1.

При измерении проекции намагниченности на плоскость образца в установке АВМ-1 используется держатель образца, предназначенный для крепления плоского (плёночного) образца, вращения образца в магнитном поле и для передачи механических колебаний от вибрирующей системы к образцу. Образец в держателе может поворачиваться вокруг оси

держателя на произвольный угол, позволяя измерять анизотропию намагниченности в плоскости плёнки. На верхней части колпачка держателя имеется шкала относительного угла поворота образца. Поворот образца проводится вручную. Погрешность установки угла составляет 1° .

Образец крепится в держателе образца, который вставлен в вибратор и зафиксирован в нем прижимным колпачком. Переменное напряжение заданной частоты и амплитуды подается от генератора на задающую катушку вибратора. Для относительного измерения амплитуды вибрации служит измерительная катушка, намотанная рядом с задающей катушкой. Переменный сигнал с измерительной катушки фиксируется вольтметром. При вибрации намагниченного образца в системе детектирующих катушек, состоящей из четырех катушек, соединенных встречно-последовательно, наводится ЭДС, пропорциональная магнитному моменту образца, амплитуде вибрации и частоте вибрации образца. При неизменных конструктивных характеристиках системы детектирующих катушек и при фиксированных оптимальных значениях частоты и амплитуды вибрации образца, определяемых резонансными свойствами мембраны динамика и весом держателя образца, измеряемая катушками ЭДС пропорциональна магнитному моменту образца. ЭДС с катушек по экранированному коаксиальному кабелю передается на двухканальный цифровой селективный усилитель с цифровой обработкой сигнала (Lock-In Amplifier) SR830, в котором усиливается часть сигнала, пропорциональная заданной генератором частоте и фазе колебаний держателя образца. Для визуального контроля уровня посторонних шумов, улавливаемых детектирующими катушками, усиленный с помощью Lock-In Amplifier переменный сигнал подается на осциллограф и поступает также на вольтметр, соединенный через разъем RS-232 с компьютером, в котором измеренное значение сигнала сохраняется в таблице Excel вместе с измеренным текущим значением магнитного поля.

Вследствие относительности метода для перевода результатов измерений $\sigma(H)$, полученных в вольтах, в системные единицы необходимо провести измерения намагниченности насыщения аттестованного образца никеля при тех же экспериментальных условиях.

2.3.2 Измерение магниторезистивных свойств

Сопротивление образца в магнитном поле измеряется четырёх контактным методом с прижимными контактами, сделанных в виде иголок из фосфористой бронзы. Вектор напряжённости магнитного поля и ток при измерениях были направлены в плоскости слоёв плёнки взаимно перпендикулярно. Два вольтметра HP 34401A используются в четырёх контактном режиме для измерения сопротивления образца и измерения величины магнитного

поля. При измерении сопротивления на установке АВМ-1 приборы для генерации и измерения переменного сигнала (генератор, Lock-In Amplifier SR830) отключены. Типичные размеры образцов, используемых для измерения магнитосопротивления, составляют $1.5 \div 2 \times 8 \text{ мм}^2$.

Величина магнитосопротивления определяется как относительное изменение электрического сопротивления материала (R) при включении магнитного поля (H): $\Delta R/R(H) = [(R(H) - R_s)/R_s] \cdot 100 \%$, где R_s – сопротивление образца в поле магнитного насыщения, когда магнитные моменты ферромагнитных слоёв параллельны, $R(H)$ – электрическое сопротивление в магнитном поле H . Максимальное значение на полевой зависимости магнитосопротивления $\Delta R/R(H)$ обозначается как $(\Delta R/R)_{\max}$. Для характеристики гистерезиса магнитосопротивления сверхрешёток Co/Cu, CoFe/Cu использовалось значение магнитного поля H_{\max} , при котором наблюдается максимум на зависимости $\Delta R/R(H_{\max}) = (\Delta R/R)_{\max}$. Поле H_{\max} близко или совпадает со значением коэрцитивной силы, определенной по петле магнитного гистерезиса [A1]. На рисунке 2.8 показана типичная зависимость $\Delta R/R(H)$.

Исследования полевых зависимостей магнитосопротивления при температурах из интервала (83–373) К выполнены на установке разработки RTF-1, созданной силами сотрудников ИФМ УрО РАН при участии также Н.С. Банниковой (рисунок 2.9). Установка предназначена для измерения температурных зависимостей сопротивления в различных магнитных полях и полевых зависимостей магнитосопротивления (в магнитных полях до ± 21 кЭ) при фиксированной температуре. Основными частями установки являются: магнит ВМ-10, прокачной криостат фирмы «Брюкер», температурный контроллер Lake Shore 336 (стабильность поддержания заданной температуры: 0.005 – 0.5 К), импульсный блок питания электромагнита TDK-Lambda GEN 150-66, специально разработанный контроллер для управления приборами с компьютера.

2.3.3 Рентгенографические измерения

Для выполнения измерений по рентгеновской рефлектометрии и рентгеновской дифракции в больших углах используется автоматизированный дифрактометр «Дрон-3М». Измерения производятся по стандартной схеме Брегга-Брентано с кремниевым монохроматором на первичном пучке в $\text{CoK}\alpha$ излучении. Монохроматизация первичного пучка рентгеновских лучей даёт точные результаты, однако ведёт к потере интенсивности падающего излучения. Для увеличения углового разрешения и получения оптимального соотношения пик/фон используются систему узких коллимационных щелей Соллера (0.1 – 0.2 мм). Получение

рентгеновского спектра в области углов полного отражения проводится с использованием дополнительного алюминиевого фильтра, уменьшающего интенсивность прямого пучка.

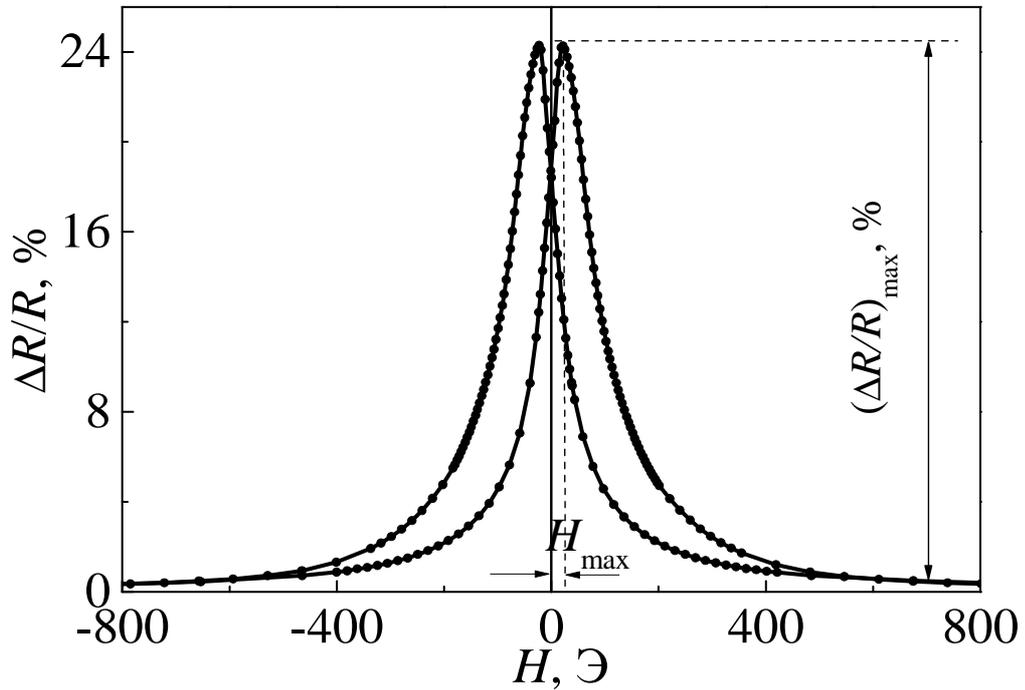


Рисунок 2.8. Зависимость $\Delta R/R(H)$ при комнатной температуре для сверхрешётки: стекло//NiFeCr(50)/[CoFe(14)/Cu(22)]₈/Cr(20). Величины $(\Delta R/R)_{\max}$ и H_{\max} обозначены на рисунке.



Рисунок 2.9. Внешний вид установки RTF-1.

Для малоугловой рентгеновской дифракции важна точная юстировка образца, то есть установка образца на гониометрическую приставку таким образом, чтобы «рабочая поверхность» образца перекрывала половину пучка рентгеновского излучения.

Рентгеновская дифракция в малых углах ($2\Theta = 0.2 \div 12^\circ$) является одним из основных методов определения параметра периодичности сверхрешёток, количества периодов, качества границ раздела между слоями, взаимной диффузии слоёв, а также их кристалличности [63]. Вычисление периода сверхрешётки производится по расположению на дифрактограмме Брегговских пиков интенсивности, полученных от периодической сверхструктуры, согласно аттестованной «Методике определения периода многослойных нанотолщинных сверхструктур при помощи дифракции рентгеновских лучей в малых углах» (свидетельство № 223.13.09.153/2009).

В главе 4 представлены также данные по рентгеновской дифракции образцов, полученные при помощи дифрактометра Empyrean (PANalytical) с использованием $\text{CuK}\alpha$ излучения.

2.3.4 Измерение элементного состава материалов

Поскольку напыление слоёв металлических плёнок происходило из мишеней соответствующего сплава, то необходимо было дополнительно проконтролировать совпадение состава мишени и готовой плёнки. Определение элементного состава проводилось методом рентгеноспектрального анализа.

В основе метода рентгеноспектрального микроанализа лежит явление генерации характеристического рентгеновского излучения при взаимодействии вещества с потоком электронов с энергией 1-30 кэВ. Возникающее при этом рентгеновское излучение делится по происхождению на две составляющих: тормозное излучение с непрерывным спектром 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 электронного пучка. Прилагаемое к микроскопу программное обеспечение позволяет измерять интенсивность рентгеновского излучения химических элементов в образцах, 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, карт распределения элементов по поверхности образца.

Для проведения рентгеновского микроанализа материалов мишеней и готовых наноструктур использовался растровый сканирующий электронный микроскоп Inspect F (FEI Company) с полевым автоэмиссионным катодом, оснащенный энерго-дисперсионным рентгеновским спектрометром GENESIS APEX 2 EDS с системой APOLLO X SDD (рисунок 2.10). Микроскоп позволяет достигнуть увеличения, превышающего 100 тыс. крат. И ускоряющего напряжения электронов от 200 В до 30 кВ.

Образец помещался в вакуумируемую камеру с давлением остаточных газов $< 6 \cdot 10^{-4}$ Па. Тонкий электронный пучок (электронный зонд) генерировался высокостабильной электронно-лучевой системой микроскопа. Система электронных линз позволяла сфокусировать электронный пучок на поверхности образца в нужной точке и перемещать, непрерывно регистрируя интенсивность отраженных и переизлученных образцом электронов.



Рисунок 2.10. Общий вид колонны растрового электронного микроскопа FEI Inspect F, оснащенного энерго-дисперсионным рентгеновским спектрометром GENESIS APEX 2 EDS с системой APOLLO X SDD (ИФМ УрО РАН, центр коллективного пользования «Нанотехнологий спинтроники»).

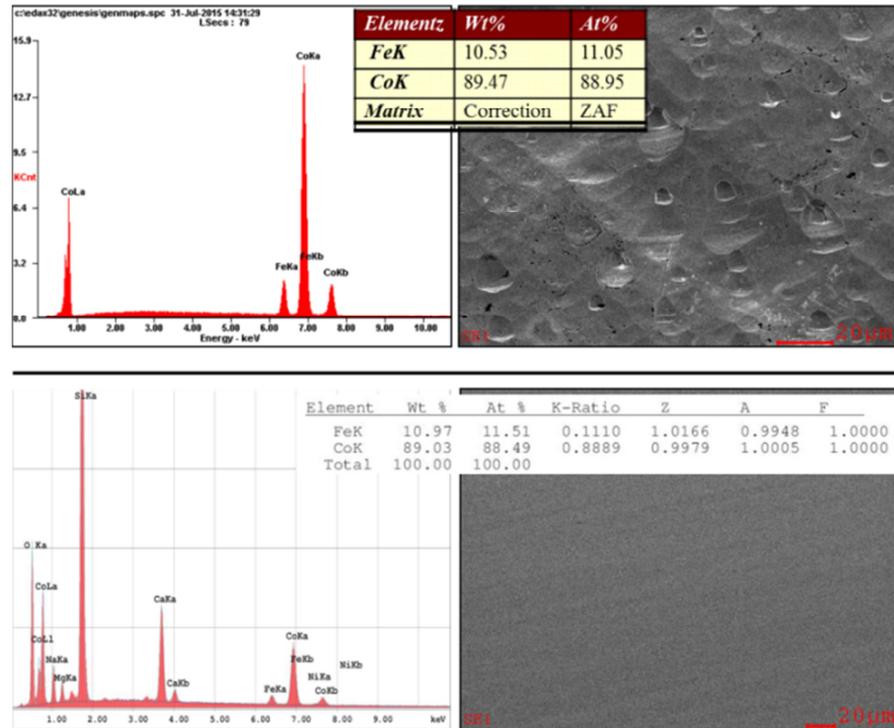


Рисунок 2.11. Результат исследования химического состава и изображение поверхности мишени $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ – верхняя часть рисунка, готовой плёнки $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ – нижняя часть рисунка.

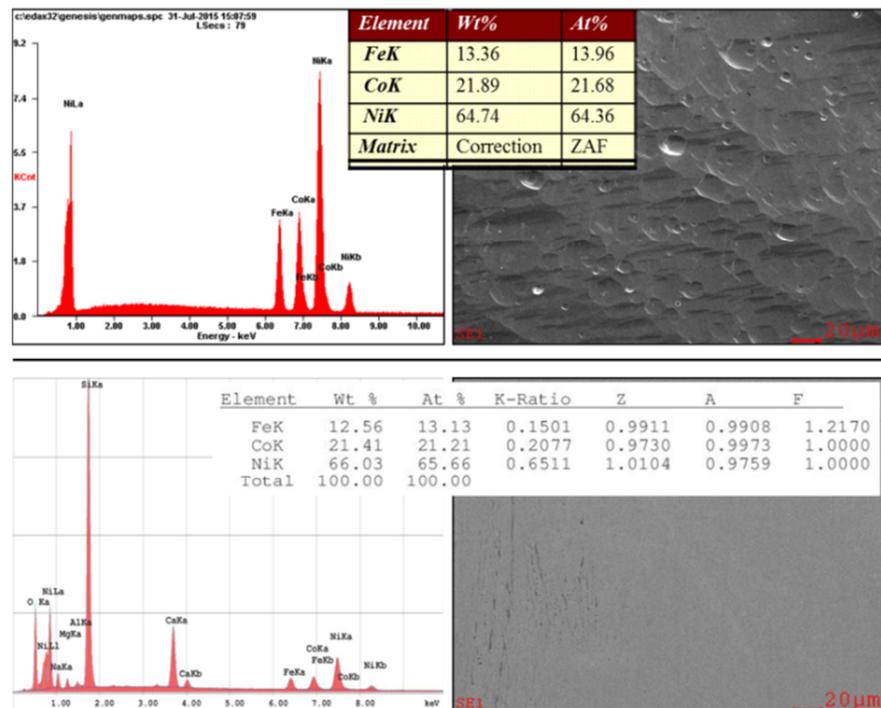


Рисунок 2.12. Результат исследования химического состава и изображение поверхности мишени $\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{65}\text{Co}_{20}$ – верхняя часть рисунка, готовой плёнки $\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{65}\text{Co}_{20}$ – нижняя часть рисунка.

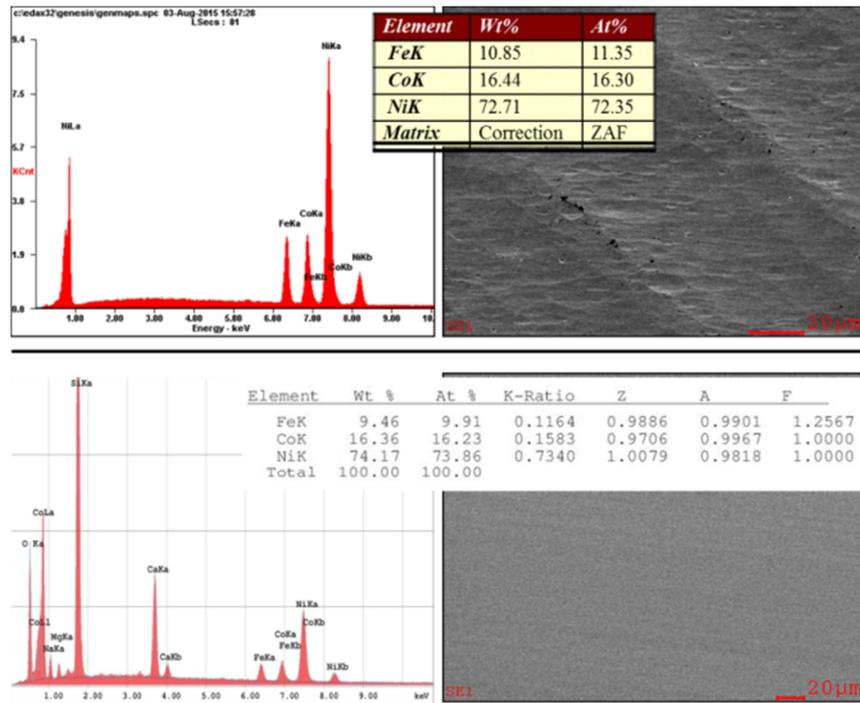


Рисунок 2.13. Результат исследования химического состава и изображение поверхности мишени $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$ – верхняя часть рисунка, готовой плёнки $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$ – нижняя часть рисунка.

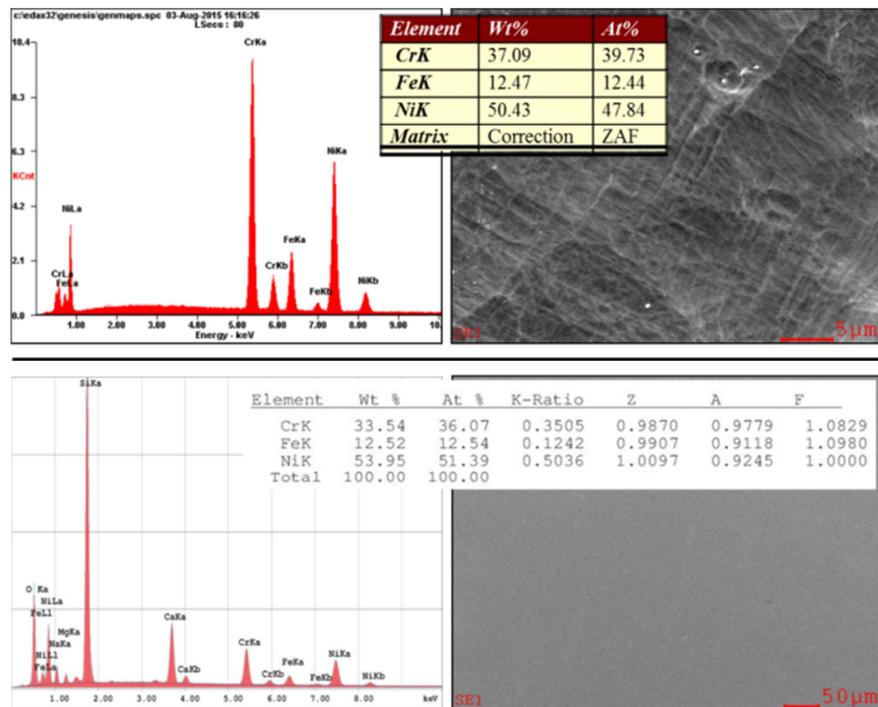


Рисунок 2.14. Результат исследования химического состава и изображение поверхности $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ мишени – верхняя часть рисунка, готовой плёнки $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ – нижняя часть рисунка.

На рисунках 2.11, 2.12, 2.13, 2.14 приведены результаты исследований химического состава мишеней из материалов: $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}$, $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$, $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$ (верхняя часть соответствующего рисунка) и напыленных из них готовых плёнок (нижняя часть соответствующего рисунка). Проведённые измерения показывают хорошее согласие химического состава мишеней с заявленными фирмой-производителем значениями. На спектрах также отмечены элементы, присутствующие в стеклянной подложке.

Несмотря на сделанные поправки для учёта того, что снимается тонкая пленка, относительная погрешность измерений не превышает 2–3 %. Изображение поверхности мишеней показано после их использования в магнетроне, исследуемая площадь относится к месту непосредственного спыления. Химический состав чистых мишеней (Co, Cu, Fe, Ta, Cr) соответствует заявленным производителем значениям. Мишени изготовлены специализированной отечественной фирмой ООО «Гирмет» (г. Москва).

2.3.5 Исследование микроструктуры образцов

Электроннограммы и светлопольные изображения зёрновой структуры (с увеличением 100–125 тыс. крат.) свёрхрешёток сняты на просвечивающем электронном микроскопе JEM-200CX («JEOL Ltd», Япония), предназначенном для исследования атомно-кристаллической и аморфной структуры любых объектов (неорганических, органических, металлических, керамических, биологических) с высоким разрешением [64].

2.3.6 Отжиг образцов в вакууме

Термообработка образцов до температур 450 °C проводилась в вакуумной установке на основе откачного поста BOC EDWARDS в условиях высокого безмасляного вакуума (давление остаточных газов в камере составляет $\sim 10^{-5}$ Па), фотография установки представлена на рисунке 2.15. Образец нагревался в течение 30 минут до заданной температуры ($T_{\text{ан}}$), выдерживался в течение 1 часа при фиксированной температуре и затем охлаждался в течение 40 минут. Для увеличения длительности отжига цикл повторялся.



Рисунок 2.15. Внешний вид вакуумной установки для термообработки на основе откачного поста BOC EDWARDS.

2.3.7 Исследование морфологии поверхности

В основе работы атомно-силового микроскопа (АСМ), внешний вид которого представлен на рисунке 2.16, лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце. Рабочая часть таких зондов (острие) имеет размеры порядка десяти нанометров.

Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет $1 - 100 \text{ \AA}$. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли.

Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью. Качественно работу АСМ можно пояснить на примере сил Ван-дер-Ваальса, потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом. Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины $\sim 0.01 \text{ \AA}$.

При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе,

пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем АСМ изображение рельефа поверхности $Z = f(x,y)$ строится с помощью средств компьютерной графики и обрабатывается в программе.

Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и некоторые другие [65, 66].

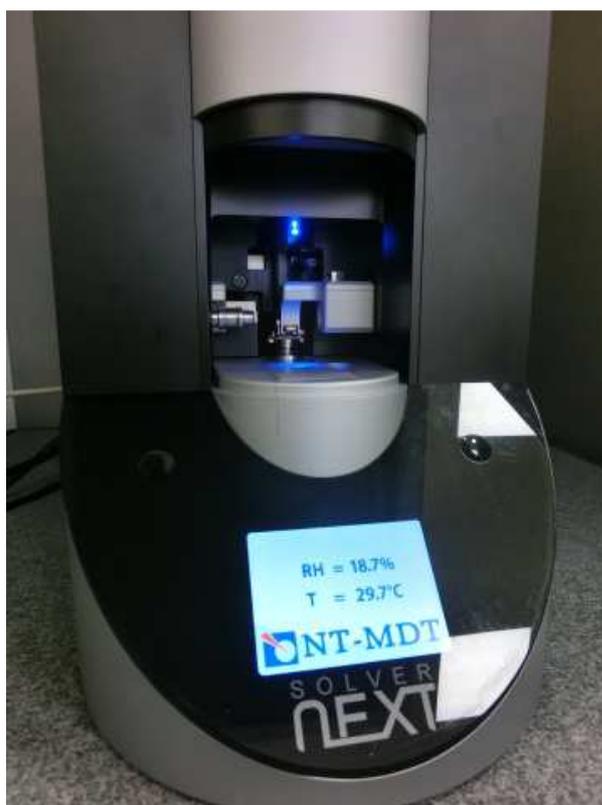


Рисунок 2.16. Внешний вид камеры микроскопа Solver NEXT.

Глава 3 Оптимизация свойств сверхрешёток Co/Cu для получения максимальной величины магнитосопротивления

В данной главе излагается процесс отработки лабораторного магнетронного напыления многослойных наногетероструктур, на примере изготовления сверхрешёток Co/Cu. Проводится поиск оптимальных параметров роста сверхрешёток, оптимизация толщин слоёв и количества пар Co/Cu для достижения наибольшего ГМР-эффекта. Обсуждаются основные структурные и магниторезистивные свойства полученных сверхрешёток и проводится сравнение полученных результатов с известными из литературы данными.

3.1 Постановка задачи и описание образцов для исследования

Сверхрешётки Co/Cu имеют простую композицию и являются наиболее исследуемой модельной наноструктурой. Существует большое количество публикаций, и хорошо известны основные магниторезистивные характеристики, однако, как следует из литературных данных, работ, в которых представлены наибольшие значения магнитосопротивления для этой системы, имеется небольшое количество. Поэтому сверхрешётки Co/Cu были выбраны для отработки воспроизводимой технологии магнетронного напыления.

Для исследования магниторезистивных характеристик изготовлены следующие серии образцов на подложках из стекла и сапфира (толщины всех слоёв указаны в ангстремах):

1. Сверхрешётки $[\text{Co}(22)/\text{Cu}(t_{\text{Cu}})]_n/\text{Co}(22)$, $t_{\text{Cu}} = 21.5, 22, 22.5 \text{ \AA}$, $n = 6 - 30$;
2. Сверхрешётки буфер/ $[\text{Co}(15)/\text{Cu}(t_{\text{Cu}})]_{(10 \text{ или } 16)}/(\text{Cr}, \text{Ta})$, буфер = CoFe, Ta, Co, Fe, Cr;
3. Сверхрешётки $\text{Fe}(50)/[\text{Co}(15)/\text{Cu}(t_{\text{Cu}})]_n/(\text{Cr}, \text{Ta})$ $t_{\text{Cu}} = 8 - 27 \text{ \AA}$, $n = 10, 20, 30, 40$.

3.2 Магниторезистивные характеристики Co/Cu

3.2.1 Влияние подложки

Для отработки лабораторной технологии магнетронного напыления были изготовлены сверхрешётки Co/Cu без буферного слоя с толщиной меди, соответствующей второму антиферромагнитному максимуму косвенного обменного взаимодействия, и толщинами Co $t_{\text{Co}} = 22 \text{ \AA}$. Использовались два типа подложек – Al_2O_3 и стекло.

Толщина слоя меди, относящаяся ко второму антиферромагнитному максимуму косвенного обменного взаимодействия, была выбрана из-за того, что в этой области толщин наблюдается менее резкая зависимость магнитосопротивления от t_{Cu} , и проще обнаружить ГМР-эффект в образцах. Была синтезирована серия образцов с различным количеством пар слоёв (n). Зависимость магнитосопротивления от количества пар слоёв резкая: при малом $n = 6$ магнитосопротивление равно 12 %, при $n = 12$ магнитосопротивление увеличивается в 2 раза, далее (при $n = 30$) имеет тенденцию к насыщению. Из магнитолевых зависимостей магнитосопротивления видно, что величина магнитосопротивления достигает 21-23 % для сверхрешёток с количеством пар слоёв равным 16, однако, величина гистерезиса при этом для сверхрешётки на стеклянной подложке равна 53 Э, а для образца на сапфировой подложке эта величина составляет 110 Э. При увеличении количества пар слоёв до 30 магнитосопротивление возрастает до 27.5-29 %, также увеличивается гистерезис до 74 Э в случае стеклянной подложки и до 140 Э для образца на сапфировой подложке. Величина гистерезиса магнитосопротивления зависит от типа подложки и отличаются в 2 раза (см. рисунки 3.1 и 3.2).

Принимая во внимание данные о шероховатости подложек (см. п. 2.2.2), можно сделать вывод о том, что на величину гистерезиса магнитосопротивления сильное влияние оказывает шероховатость подложки: чем больше шероховатость, тем больше ширина петли гистерезиса полученной сверхрешётки без буферного слоя.

Как известно из литературы, на втором антиферромагнитном максимуме косвенного обменного взаимодействия высокие значения магнитосопротивления наблюдаются в области толщин 22 ± 2 Å. Следует отметить, что для данной серии образцов при небольших изменениях толщины меди ± 0.5 Å высокие значения магнитосопротивления не воспроизводились.

Далее была синтезирована серия образцов Co/Cu без буферного слоя, относящихся по толщине меди к первому антиферромагнитному максимуму. Проведен поиск ГМР-эффекта при изменении толщины меди в окрестности первого антиферромагнитного максимума от 8 до 12 Å, однако, полученные значения не превышали 1.2 %, найденного для сверхрешётки стекло/[Co(15)/Cu(9.5)]₁₆/Ta(20). В литературе имеется работа [68], в которой авторы магнетронным напылением изготовили сверхрешётки [Co(11)/Cu(10)]₅₀ без буферного слоя с величиной магнитосопротивления, достигающей 70 %, при этом шероховатость полированных подложек Si/SiO₂ составляла 1 ± 0.5 Å.

Авторы работы [50] также получили величину магнитосопротивления 60 % для образцов [Co(10)/Cu(10)]₃₀ на стеклянных подложках без буферного слоя. Хотя шероховатость подложек в работе не указана, надо полагать, что подложки имели малую шероховатость.

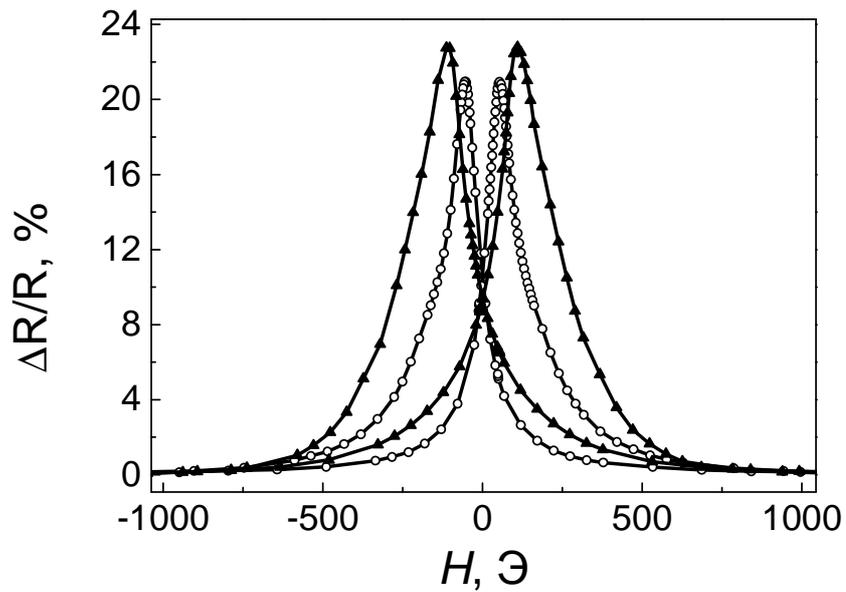


Рисунок 3.1. Зависимость магнитосопротивления от магнитного поля для сверхрешёток стекло/[Co(22)/Cu(22)]₁₆/Co(22) – (белые кружки) и Al₂O₃/[Co(22)/Cu(21.5)]₁₆/Co(22) – (черные треугольники).

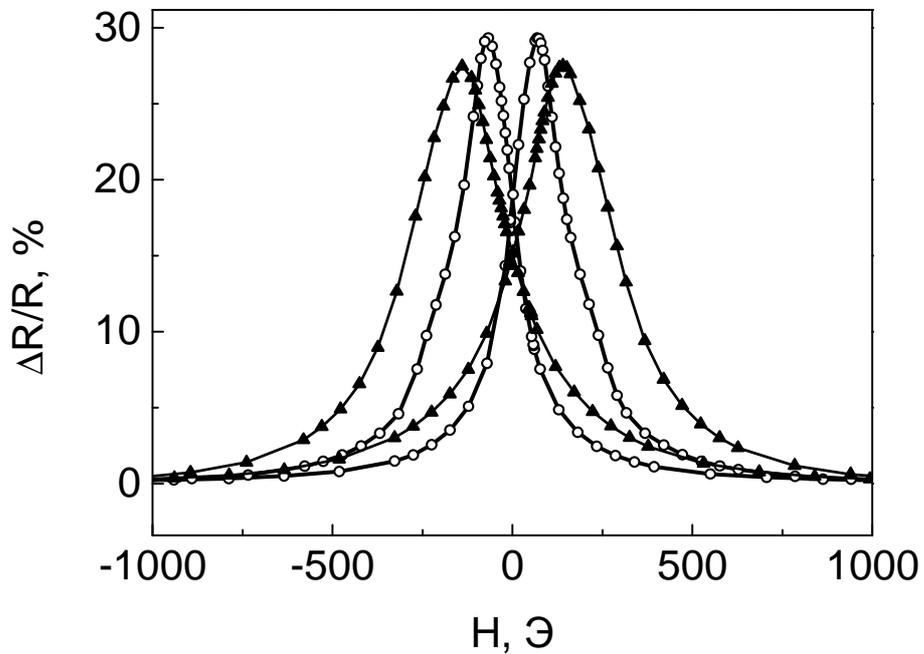


Рисунок 3.2. Зависимость магнитосопротивления от магнитного поля для сверхрешёток стекло/[Co(22)/Cu(21.5)]₃₀/Co(22) – (белые кружки) и Al₂O₃/[Co(22)/Cu(22.5)]₃₀/Co(22) – (чёрные треугольники).

Чтобы снизить или по возможности исключить влияние шероховатости подложки на результаты напыления сверхрешёток при средней шероховатости подложек 5 \AA , общепринятая практика состоит в добавлении между подложкой и слоями сверхрешётки буферного слоя.

3.2.2 Выбор буферного слоя

Выбор материала буферного слоя играет важную роль для формирования на нём сверхрешётки с ГМР-эффектом. В качестве буферных слоёв для исследуемого типа сверхрешёток в литературе упоминаются как магнитные, так и немагнитные материалы. Используются буферные слои фиксированной толщины такие, как Cu(50), Fe(50) [38]; Fe, Cr, Cu, Co, Ta, Al толщинами 80 \AA [40]; так и довольно экзотические Ru(50) и Pt(30) [45]. Наиболее используемая толщина буферного слоя составляет 50 \AA . Буферный слой задает тип кристаллической решётки, текстуру, межслойную шероховатость, может оказывать влияние на рост зёрен.

В таблице 3.1 показаны полученные в данной работе значения магнитосопротивления для сверхрешёток Co/Cu с различным типом буферных слоёв. Как видно из таблицы 3.1, наибольшее значение магнитосопротивления при толщине меди вблизи первого антиферромагнитного максимума и при одинаковых технологических параметрах магнетронного напыления было обнаружено для сверхрешёток с буферным слоем Fe(50). Авторы работы [40] также получили наибольшие значения магнитосопротивления для сверхрешёток с железным буферным слоем.

Таблица 3.1. Значения магнитосопротивления для сверхрешёток Co/Cu с указанными буферными слоями, полученные в процессе оптимизации.

Сверхрешётка	МС, %
стекло//[Co15/Cu9.5] ₁₆ /Ta20	1.2
стекло//CoFe50/[Co15/Cu9.5] ₁₆ /Ta20	8.8
стекло//Ta50/[Co15/Cu9.5] ₁₆ /Ta20	5.4
Al ₂ O ₃ //Co50/[Co15/Cu9.8] ₁₀ /Cr20	1.9
стекло//Fe50/[Co15/Cu9] ₁₀ /Cr30	37.6
Al ₂ O ₃ //Cr80/[Co15/Cu9,6] ₃₀ /Cr20	21.1

3.3 Структурные свойства сверхрешёток Co/Cu

Для отработки лабораторной технологии магнетронного напыления была приготовлена серия образцов при использовании различных технологических параметров процесса напыления. Такими параметрами являются мощность магнетронов и давление аргона при напылении. На рисунках 3.3 и 3.4 показаны малоугловые рентгеновские спектры отражения для сверхрешёток стекло//Fe25/[Co15/Cu10]₁₀/Cr20 в зависимости от указанных параметров.

Проведем качественную оценку слоистой структуры вдоль направления роста плёнки, получаемую при напылении с различными параметрами: давлением аргона (P_{Ar}) и мощностью магнетронов. Для этого нужно принять во внимание совокупность параметров, которые на практике делятся на несколько групп.

Толщина слоёв Co и Cu: $t_{Co}+t_{Cu}$ определяется позицией брегговского рефлекса. Из рисунков 3.3 и 3.4 видно, что толщины слоёв Co и Cu достаточно сильно различаются для образцов, выращенных при разных давлениях Ar и мощности магнетронов. Сдвиги брегговских пиков на рефлектограммах произошли из-за различий в скоростях напыления, зависящих от параметров напыления.

Градиента толщины Δt , который ответственен за макроскопические изменения толщины по глубине плёнки, не обнаружено, т.к. отсутствует уменьшение интенсивности, либо уширение брегговского пика.

При увеличении значений шероховатости поверхности плёнки (σ_0) и шероховатости подложки (σ_s), которая при напылении плёнки становится шероховатостью на границе плёнка-подложка, интенсивности кёсиговских осцилляций уменьшаются. От этих двух параметров (σ_0 и σ_s) сильно зависит и профиль спектра чем выше их значения, тем быстрее спадает общая интенсивность спектра. На резкий спад интенсивности в углах до 2° в основном влияет шероховатость подложки (σ_s). Из рисунков 3.3 и 3.4 видно, что самый широкий диапазон углов, вплоть до углов в $2\Theta = 8^\circ$, в которых наблюдается осциллирующая зависимость интенсивности, присутствует на рефлектограммах для образцов с параметрами напыления $P_{Ar} = 0.1$ Па и 100 Вт мощности магнетронов. Таким образом, по качественному различию на рефлектограммах, которые зависят от слоистости сверхрешёток, были выбраны оптимальные параметры магнетронного напыления для сверхрешёток. Мощность магнетронов равна 100 Вт и давление аргона $P_{Ar} = 0.1$ Па.

Увеличение шероховатости интерфейсов (σ_i) или взаимного перемешивания слоёв (t_i) приводят к уменьшению интенсивности брегговского пика.

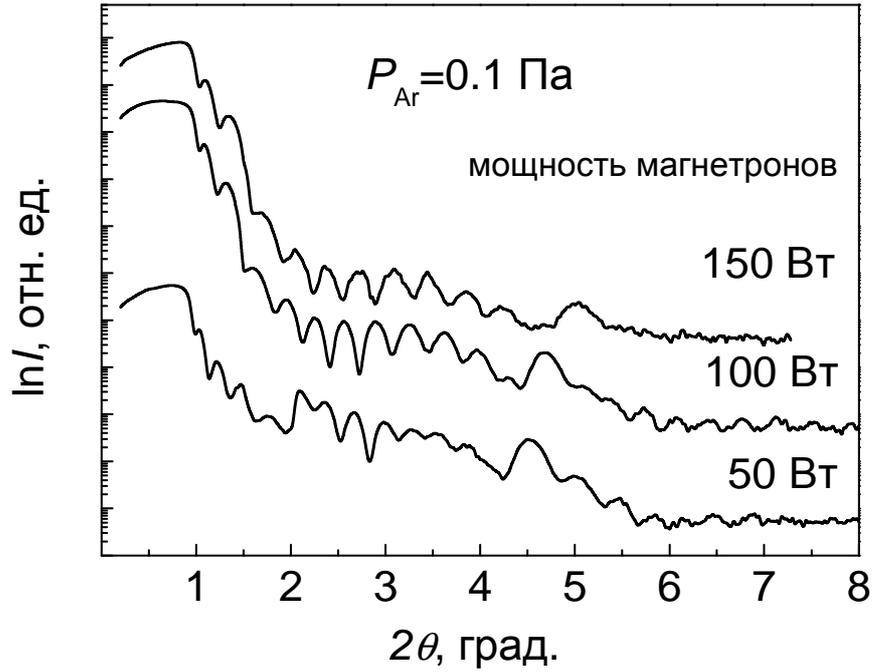


Рисунок 3.3. Малоугловые рентгеновские спектры отражения для сверхрешёток стекло//Fe25/[Co15/Cu10]₁₀/Cr20, приготовленных при давлении аргона 0.1 Па и указанных мощностях магнетронов.

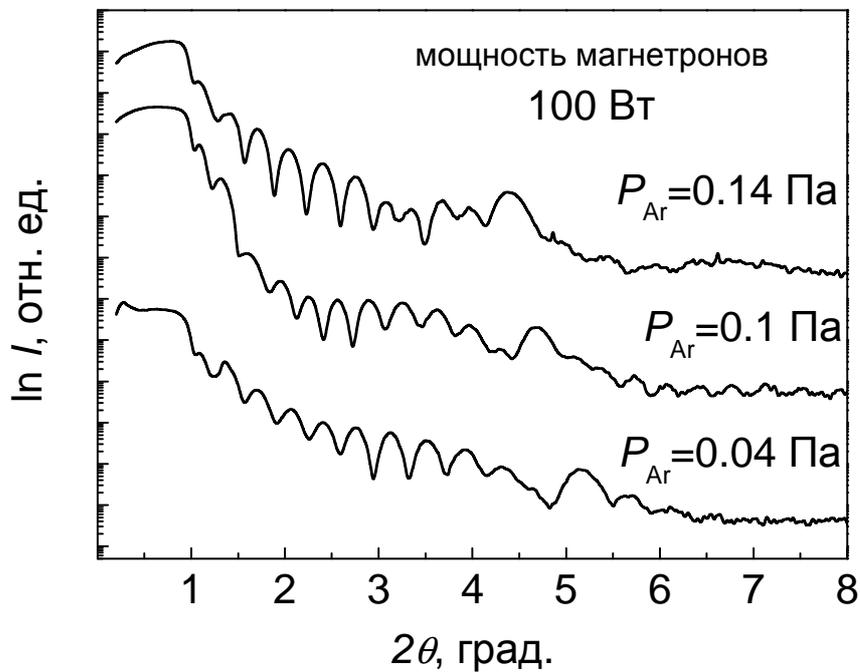


Рисунок 3.4. Малоугловые рентгеновские спектры отражения для сверхрешёток стекло//Fe25/[Co15/Cu10]₁₀/Cr20, приготовленных при мощности магнетронов 100 Вт и указанных давлениях аргона.

Величина σ_i отвечает за локальную резкость границы между слоями, глубина которой может быть не постоянна в плоскости структуры. И наконец, t_i представляет собой толщину региона, в котором атомы кобальта и меди случайным образом перемешаны. Непосредственно из рентгеновских рефлектограмм разделить их невозможно. Чтобы получить количественную информацию, например, оценить σ из данных по рефлектометрии, необходимо провести тщательное моделирование и сравнить экспериментальные спектры с модельными.

На рисунке 3.5 показаны результаты малоугловой рентгеновской дифракции для металлических сверхрешёток стекло//Fe50/[Co15/Cu9]_n/Cr30 с различным количеством пар слоёв $n = 10; 20; 30; 40$. Видно, что первый брегговский пик для всех наноструктур находится вблизи угла $2\theta = 4.6^\circ$, что означает равенство периодов сверхструктуры образцов. Моделирование проводилось путем нахождения минимальной величины среднеквадратичного отклонения экспериментальных значений интенсивности от теоретического значения, рассчитанного по динамической теории рассеивания рентгеновских лучей. Учитывались значения интенсивности, измеренные от угла полного рассеяния до $2\theta = 6^\circ$. Полученные данные из обработки рефлектограмм позволили сделать следующий вывод: с увеличением числа пар слоёв в данных наноструктурах шероховатость межслойных границ слабо увеличивается (см. вставку на рисунке 3.5) [67].

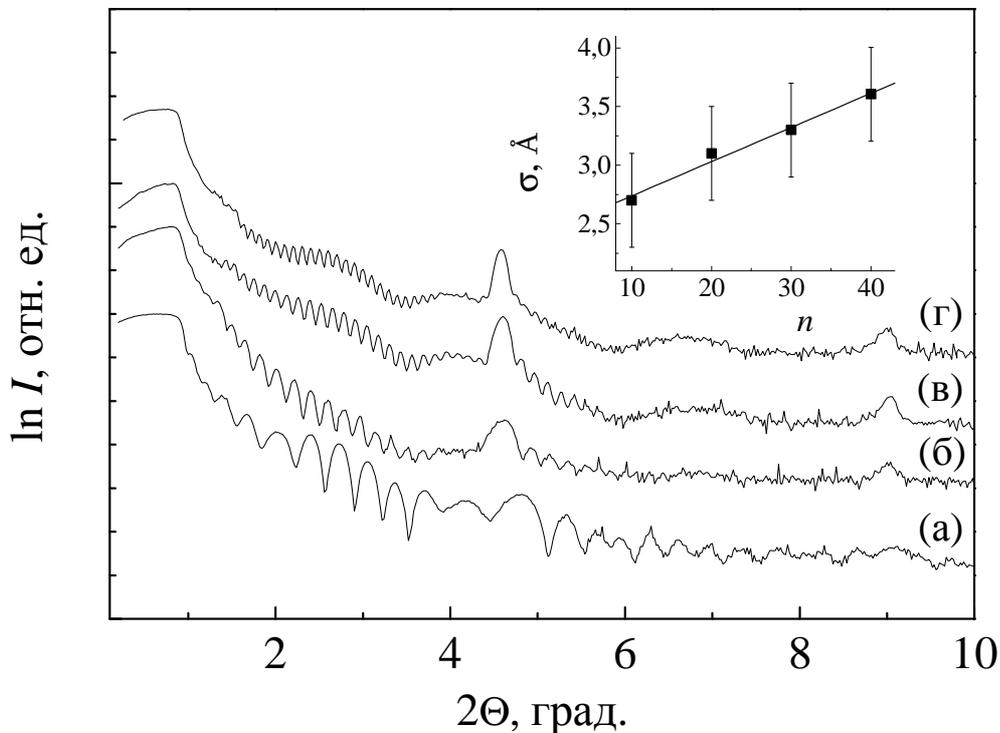


Рисунок 3.5. Рефлектограммы сверхструктур стекло//Fe50/[Co15/Cu9]_n/Cr30, при $n=10$ (а), 20 (б), 30 (в), 40 (г). На вставке: зависимость шероховатости межслойных границ от числа пар слоёв [67].

На величину магнитосопротивления и магнитные свойства сильное влияние оказывает состояние границ между слоями, в частности, область перемешивания атомов кобальта и меди. Толщина этой области t_i была оценена авторами работы [67]. Полученные из рефлектометрии данные сравнивались с данными, полученными методом ядерного магнитного резонанса (ЯМР) на ^{59}Co в $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$. Из анализа спектров ЯМР, полученных на ядрах ^{59}Co , авторами была получена информация о том, что доля атомов Co в интерфейсах уменьшается с увеличением числа пар слоёв. По-видимому, это отражает уменьшение ширины интерфейсов и может свидетельствовать об увеличении степени совершенства межслойных границ Co и Cu по мере добавления новых слоёв при магнетронном способе получения сверхрешёток Co/Cu. На основе анализа значений сверхтонких полей можно сделать вывод, что межатомное расстояние и напряжение в слоях Co и межслойных границах с увеличением числа пар слоёв не изменяются.

Вторым структурным фактором, который может влиять на величину ГМР-эффекта, является преимущественная кристаллографическая ориентация многослойной наноструктуры. Такая ориентация немагнитной прослойки сказывается на электронной конфигурации, таким образом, влияя на период, знак и величину косвенного обменного взаимодействия (см. в гл. 2).

На рисунке 3.6 показаны результаты рентгеновской дифракции в больших углах для сверхрешёток стекло/Fe(50)/[Co(15)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(20): (а) – $t_{\text{Cu}}=27 \text{ \AA}$, (б) – $t_{\text{Cu}} = 9.8 \text{ \AA}$. Все образцы имеют поликристаллическую ГЦК-структуру. Для данного образца брегговский пик отсутствует, у всех аттестованных образцов с толщиной меди вблизи первого антиферромагнитного максимума либо брегговский рефлекс отсутствует, либо слабо проявляется и имеет гораздо меньшую интенсивность, чем представленный на втором спектре рефлекс (111). Авторы работы [68] также указывают на отсутствие рефлекса (111) в больших углах для сверхрешёток с толщинами меди на первом антиферромагнитном максимуме косвенного обменного взаимодействия. Суммарный CoFe и Cu брегговский рефлекс (111) при углах $2\Theta = 51.15^\circ$ наблюдается только для образцов с $t_{\text{Cu}}=27 \text{ \AA}$, при этом интенсивность рефлекса небольшая. Так как отсутствуют другие рефлексы, характерные для ГЦК решётки, то это может означать возникновение частичной аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в образцах.

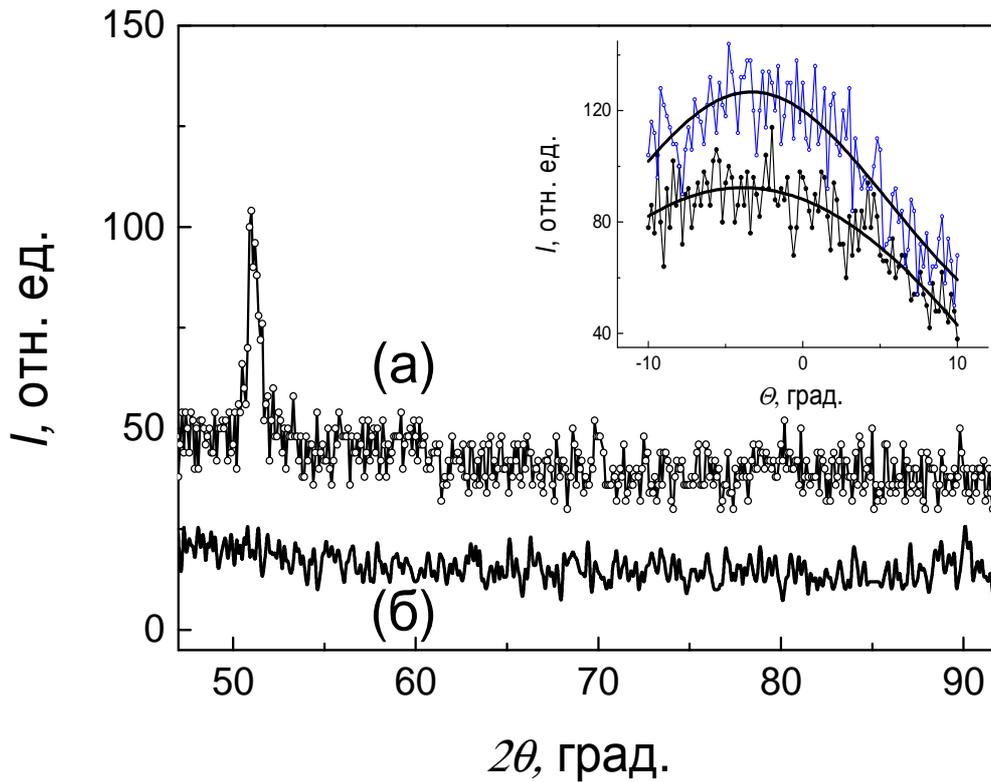


Рисунок 3.6. Результаты рентгеновской дифракции в больших углах стекло/Fe50/[Co15/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr20: (а) – t_{Cu} = 27 Å, (б) – t_{Cu} = 9.8 Å. На вставке кривые качания: синяя – t_{Cu} = 21.3 Å; черная – Co/Cu с t_{Cu} = 27 Å, сплошная линия – подгонка Гауссовой функцией.

Наличие текстуры $\langle 111 \rangle$ и степень ее совершенства можно подтвердить, используя метод кривых качания (ω -скан) [63]. Для образцов с толщиной меди вблизи $t_{Cu} = 9.8$ Å отсутствует максимум на кривых качания. Ширина кривой качания на полувысоте (γ) для сверхрешёток с $t_{Cu} = 21.8$ Å, 23.8 Å и 27 Å равна 53.1°, 23.9° и 20.7°, соответственно.

Информацию о микроструктуре сверхрешёток можно получить из данных просвечивающей микроскопии. Типичная электронограмма, представленная на рисунке 3.7, кольцевая и все отмеченные кольца индицируются ГЦК-решеткой и, по-видимому, принадлежат самой сверхрешетке. На электронограмме наблюдаются два слабых кольца – третье и пятое, которые индицируются, как ОЦК (200) и (211), а самый интенсивный рефлекс (110) ОЦК накладывается на (111) ГЦК. Перечисленные рефлексы относятся к буферному слою Fe.

Проведённое индицирование и распределение колец по интенсивностям показывают, что сверхрешётки обладают поликристаллической структурой с беспорядочно-ориентированными и достаточно мелкими кристаллитами. Светлопольные изображения микроструктуры образца

показывают, что размер кристаллитов составляет от 100 до 200 Å, границы кристаллитов выражены слабо. Текстуры $\langle 111 \rangle$ на электронограммах обнаружено не было.

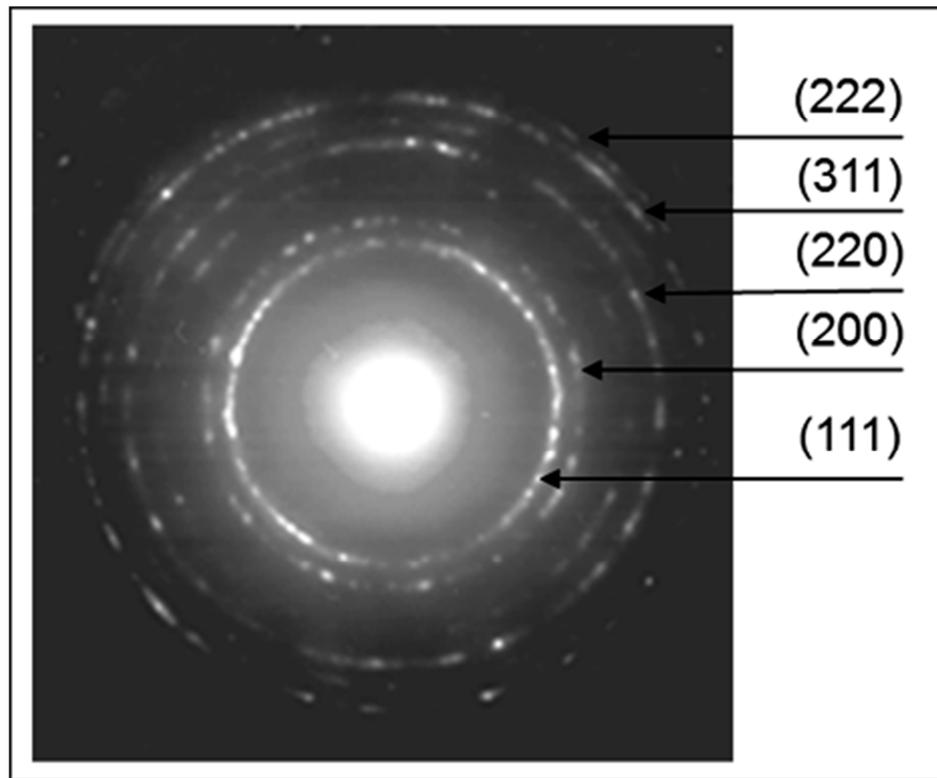


Рисунок 3.7. Электронограмма сверхрешётки стекло/Fe(50)/[Co(15)/Cu(27)]₁₀/Cr(20).

Из рентгеновских данных и данных по электронной микроскопии можно сделать вывод, что при увеличении толщины медного слоя в сверхрешётках стекло/Fe50/[Co(15)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(20) возникает частичная текстура $\langle 111 \rangle$, и растёт степень ее совершенства.

3.4 Зависимость магнитосопротивления от толщины слоя меди

Добавление буферного слоя Fe(50) способствовало стабильности результатов напыления, и при выбранных оптимальных параметрах магнетронного напыления была получена воспроизводимая зависимость магнитосопротивления от толщины меди в сверхрешётках Co/Cu. На зависимости величины магнитосопротивления от толщины слоя меди в сверхрешётках стекло//Fe50/[Co15/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr20 наблюдается два максимума: острый при $t_{Cu} = 9.8 \text{ \AA}$ и пологий при $t_{Cu} = 22.8 \text{ \AA}$, и значениями магнитосопротивления 50 % и 22 %, соответственно. Период осцилляций составляет примерно 12.5-13 Å, что близко к встречающимся в литературе значениям 12-12.5 Å [5, 39, 34]. Пики соответствуют областям толщин меди, при которых

обменное взаимодействие старается антиферромагнитно упорядочить магнитные моменты в соседних слоях Co. Области с ферромагнитным упорядочением между соседними слоями Co соответствует малая величина магнитосопротивления 3-4 %.

Сравним результаты изменения магнитосопротивления от толщины меди, представленные в данной работе, с результатами других исследовательских групп (см. таблицу 1.1).

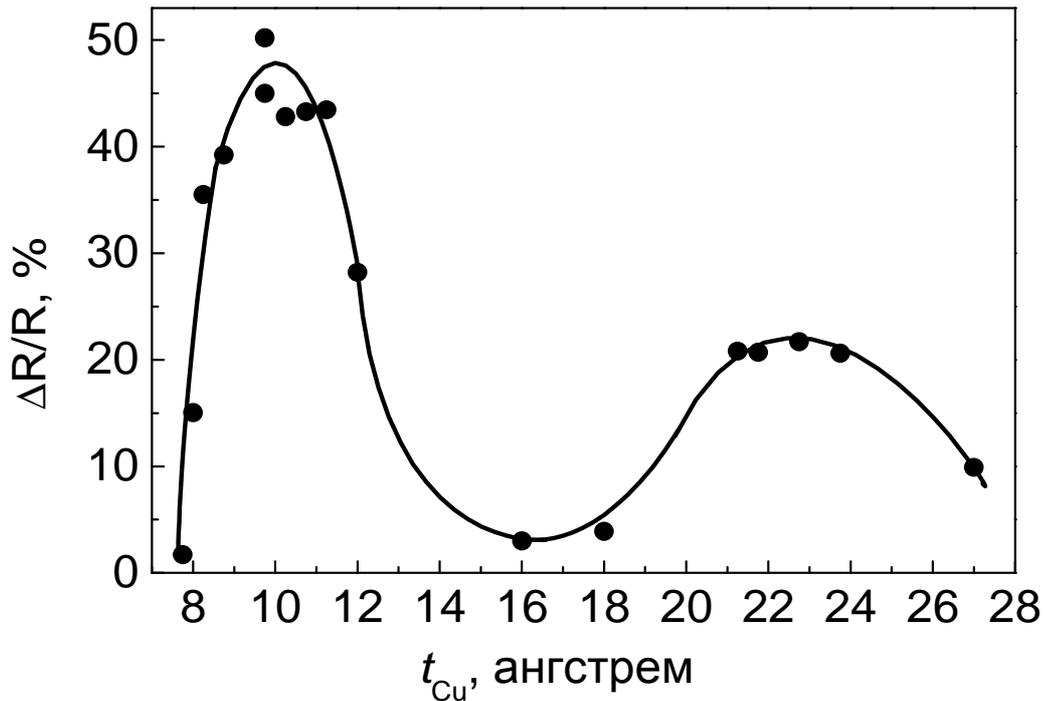


Рисунок 3.8. Зависимость величины магнитосопротивления от толщины слоя меди в сверхрешётках стекло//Fe50/[Co15/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr20. График был впервые представлен в работе [A13], позднее был использован в работе других авторов [69].

Одна из наиболее часто упоминаемых работ, касающихся Co/Cu сверхрешёток, работа Паркина и др. (Parkin) [5], в которой было показано, что величина ГМР-эффекта и поле магнитного насыщения сверхрешёток осциллирующим образом изменяются при изменении толщины слоя меди. Для сверхрешёток Si//Fe45/[Co10/Cu(t_{Cu})]₁₆/Cu19 при комнатной температуре получено максимальное значение ГМР-эффекта 35 % при $t_{Cu} = 9.3 \text{ \AA}$, а на втором антиферромагнитном максимуме при $t_{Cu} = 19.1 \text{ \AA}$ магнитосопротивление составляет 25%.

Значение MC 65 % при комнатной температуре получено Паркиным и соавторами в работе [38] для Si//Fe50/[Co8/Cu8.3]₆₀/Fe25. Такое большое значение магнитосопротивления было получено в результате проведенной оптимизации как процессов напыления, так и количества

пар и толщин слоёв. Слои кобальта выбраны тоньше, чем в нашем случае, а количество пар слоёв в 6 раз больше.

Наиболее близкими по композиции слоёв к нашим сверхрешёткам являются сверхрешётки $\text{Si}(100)/\text{Fe}50/[\text{Co}15/\text{Cu}9]_{30}$, описанные в статье авторов [39]. Единственное отличие состояло в том, что напыление этой структуры происходило при температуре подложки 0°C , в нашем же случае это была комнатная температура. Авторы получили значение МС при комнатной температуре 48 %. Однако в нашем случае количество пар слоёв в 3 раза меньше.

Из таблицы 1.1. видно, что сверхрешётки точно такой же композиции и условий изготовления в литературе не найдено, а при сравнении близких по композиции сверхрешёток, нами получено близкое значение МС при минимальном количестве пар слоёв.

3.5 Магнитные свойства

Из магнитных данных была определена толщина магнитного слоя и проведён контроль постоянства этой величины для всей серии образцов. Учитывая значение толщины пары слоёв Co и Cu , определённое из данных по рентгеновской дифракции в малых углах, можно определить толщины отдельных слоёв. Типичные петли магнитного гистерезиса для исследуемых образцов, снятые при комнатной температуре, показаны на рисунке 3.9.

Значения намагниченности насыщения являются одинаковыми для всей серии образцов, что означает постоянную толщину слоёв кобальта. Полученные значения близки к величине, характерной для объёмного кобальта, значит, «магнитомёртвые» ферромагнитные слои в системе отсутствуют. Коэрцитивная сила, совпадающая по значению с гистерезисом магнитосопротивления, составляет примерно 42 Э и 70 Э для образцов с толщинами, соответствующими первому и второму антиферромагнитному максимуму косвенного обменного взаимодействия.

Поле магнитного насыщения, так же, как и магнитосопротивление в сверхрешётках, изменяется осциллирующим образом при изменении толщины немагнитной прослойки. Величина поля магнитного насыщения, определённая из магнитных данных, совпадает со значениями 6.2 кЭ и 1.2 кЭ, полученными из полевых зависимостей магнитосопротивления сверхрешёток $\text{Fe}(50)/[\text{Co}/\text{Cu}]_{10}$ на первом и втором антиферромагнитном максимуме косвенного обменного взаимодействия, соответственно.

Зависимость величины магнитосопротивления от отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения M_0/M_s показана на рисунке 3.10.

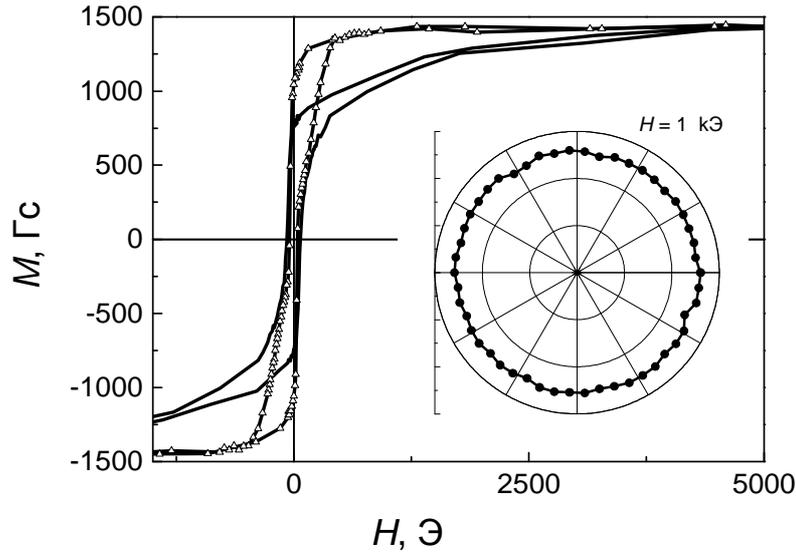


Рисунок 3.9. Петли магнитного гистерезиса сверхрешёток Fe(50)/[Co(15)/Cu(t_{Cu})]₁₀ для толщин меди, соответствующих первому $t_{\text{Cu}} = 9.8 \text{ \AA}$ (чёрная линия) и второму $t_{\text{Cu}} = 27 \text{ \AA}$ (треугольники) антиферромагнитному максимуму. На вставке показана угловая зависимость намагниченности при повороте в плоскости плёнки в магнитном поле $H = 1 \text{ кЭ}$.

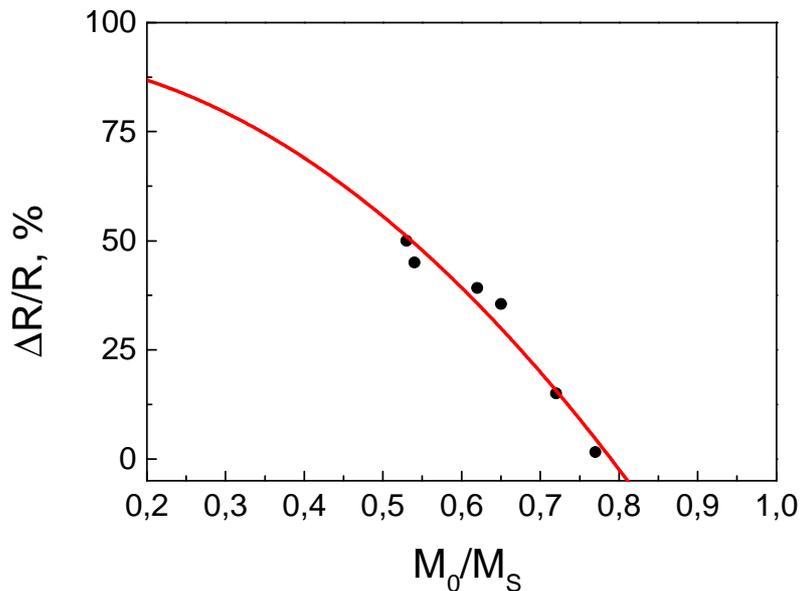


Рисунок 3.10. Зависимость магнитосопротивления от отношения остаточной намагниченности к намагниченности насыщения M_0/M_s . Красная линия – подгонка параболической функцией $y = 92 - 147 \cdot x^2$.

Эта зависимость довольно хорошо описывается параболической функцией $y = 92 - 147 \cdot x^2$ и является убедительным доказательством того, что формулу 1 в п. 1.3.2 и термины биквадратичного обмена [70] можно использовать для описания магнитного состояния в

исследуемых сверхрешётках Co/Cu. Стремление величины M_0/M_s к нулю означает, что образец стремится перейти в антиферромагнитное состояние, соответственно больше становится величина магнитосопротивления. Чем больше M_0/M_s , тем больше ферромагнитный вклад в общую намагниченность, и магнитосопротивление для исследуемых образцов резко исчезает при 0.8.

Ферромагнитный вклад от буферного слоя Fe приводит к тому, что минимальные полученные значения M_0/M_s равны 0.5, однако магнитосопротивление при этом 50 %. Это означает при расчётах этот вклад необходимо исключить. Поскольку намагниченность в магнитном поле $H = 1$ кЭ не зависит от угла поворота в плоскости плёнки, можно считать перемагничивание в этой области полей происходит путём когерентного вращения намагниченности.

Авторами [28] показано, что биквадратичный обмен может приводить к неколлинеарному упорядочению намагниченностей взаимодействующих ферромагнитных слоёв. Феноменологическое описание магнитного упорядочения магнитных моментов в слоях Co выполним с точки зрения биквадратичного обмена, в рамках подхода, разработанного в работе [28]. Вычисленные билинейная и биквадратичная константы обменного взаимодействия равны: $J_1 = 0.25$ эрг/см² и $J_2 = -0.08$ эрг/см², для сверхрешёток [Co(15Å)/Cu(t_{Cu})]₁₀ с толщиной меди, соответствующей максимальному значению магнитосопротивления, что близко к литературным данным [68]. Это показывает, что для данной серии образцов при отсутствии магнитного поля магнитные моменты ферромагнитных слоёв однородно распределены в плоскости и лежат под углом друг к другу, отличным от 180°. Угол поворота магнитных моментов соседних слоёв Co равен 120° и соответствует неколлинеарному состоянию.

Выводы по главе 3

На примере изготовления сверхрешёток Co/Cu проведена отработка процессов лабораторного магнетронного напыления многослойных наногетероструктур, подбор буферного слоя и толщин слоёв. Это позволило получить значения магнитосопротивления на уровне зарубежных аналогов – до 50 % при комнатной температуре при небольшом количестве пар слоёв.

Для сверхрешёток [Co(15 Å)/Cu(t_{Cu})]₁₀ с толщиной меди, соответствующей первому антиферромагнитному максимуму косвенного обменного взаимодействия, в рамках подхода, разработанного в [28], вычислены билинейная и биквадратичная константы обменного взаимодействия и получены значения, близкие к литературным данным. Это показывает, что для данной серии образцов при отсутствии магнитного поля магнитные моменты

ферромагнитных слоёв однородно распределены в плоскости и могут выравниваться по отношению друг к другу под углом, отличным от 180° .

Результаты главы 3 впервые были представлены на конференциях в работах [A11-A13] и частично в статье [67].

Глава 4 Влияние буферного слоя на свойства CoFe/Cu

В данной главе исследуются зависимости структурных, магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ от типа подложки, материала и толщины буферного слоя (Cr, Fe, Cu, $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$). Определяются оптимальные значения толщин для получения наибольшего значения магнитосопротивления при слабом гистерезисе.

4.1 Постановка задачи и описание объектов исследования

Известно, что в обменно-связанных сверхрешётках величина ГМР-эффекта изменяется осциллирующим образом при изменении толщины немагнитной прослойки (см. главу 1). Для сверхрешёток CoFe/Cu наибольшие значения МС наблюдаются при толщинах слоёв меди (9-10) Å и (21-23) Å, что соответствует первому и второму антиферромагнитному максимуму РККИ взаимодействия слоёв CoFe через прослойку Cu.

Как было показано в главе 1, структурное качество слоёв оказывает определяющее влияние на магниторезистивные свойства обменно-связанных многослойных плёнок. Оптимизация самого нижнего буферного слоя помогает уменьшить шероховатость межслойных границ и повлиять на кристаллическую структуру слоёв и текстуру, формируемую в слоях. В литературе обсуждаются различные материалы, используемые для этого.

В настоящей главе исследуется влияние материала буферного слоя и толщины на величину МС, ширину петли гистерезиса и структурные свойства сверхрешёток CoFe/Cu. Общей формулой для исследуемых образцов является: подложка/БС(t_{buff})/[CoFe(t_{CoFe})/Cu(t_{Cu})] $_n$ /(Ta или Cr), где t_{buff} , t_{CoFe} указывает номинальную толщину буферного и ферромагнитного слоев, соответственно, рассчитанную по времени напыления с учётом экспериментально определённой скорости осаждения каждого материала, n – число повторений пары слоёв CoFe/Cu. Толщинные зависимости представлены в интервале $t_{\text{buff}} = 0 \div 150$ Å. Толщины всех слоёв приведены в ангстремах. Для сравнения выбраны сверхрешётки, имеющие следующие буферные слои: магнитные Fe, $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и немагнитные Cr, $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$.

Для сверхрешёток с толщинами слоёв Cu из двух указанных характерных областей использовались определенные последовательности оптимизации магниторезистивных характеристик в зависимости от толщины слоёв каждого материала. Для образцов с более толстыми слоями Cu при изготовлении нужной серии образцов последовательно варьировались толщины слоёв сначала Cu, потом оптимизировались толщины CoFe, и, затем, изменялась толщина буферного слоя в образцах. Для образцов с тонкими слоями меди оптимальная

толщина буферного слоя $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ оставалась фиксированной, при этом последовательно варьировались толщины слоёв Cu и CoFe.

В разделе 4.2 представлены структурные свойства изучаемых сверхрешёток. В разделе 4.3 обсуждаются магниторезистивные свойства сверхрешёток. В пункте 4.3.1 показана зависимость магниторезистивных свойств от числа пар слоёв. В пункте 4.3.2 обсуждаются температурные зависимости ГМР-эффекта сверхрешёток.

4.2 Структурные свойства

Для выяснения структурных особенностей, связанных с использованием в сверхрешётках CoFe/Cu различных буферных слоёв, были проведены структурные исследования. Для контроля совершенства слоистой структуры и интерфейсов была использована рентгеновская дифракция в малоугловой области.

На рисунке 4.1 показаны результаты малоугловой рентгеновской дифракции для сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Cr}(10)$ с толщинами буферного слоя хрома $t_{\text{Cr}} = 0, 10, 15, 20$ и 30 \AA , указанными над соответствующей кривой. Видно, что первый брегговский пик для всех сверхрешёток расположен вблизи угла $2\Theta = 3^\circ$, что означает приблизительное равенство периодов сверхструктуры. Для сверхрешёток без буферного слоя и с $t_{\text{Cr}}=10 \text{ \AA}$ отсутствуют кёсиговские осцилляции между первым и вторым брегговскими пиками, что указывает на большую шероховатость межслойных границ в данных образцах. По наличию выраженных кёсиговских осцилляций до углов $2\Theta = 7^\circ$ на рефлектограммах сверхрешёток с $t_{\text{Cr}} = 15 \text{ \AA}$, 20 \AA и 30 \AA можно сделать вывод о существенном улучшении качества межслойных границ и хорошей слоистости в этих образцах. При дальнейшем увеличении толщины t_{Cr} дифрактограммы несколько изменяются: брегговский пик становится менее отчётливым на фоне других осцилляций и не сдвигается, и кёсиговские осцилляции исчезают при меньших углах. Можно сделать вывод, что слоистость и период сверхрешётки сохраняются, шероховатость межслойных границ увеличивается.

Тип кристаллической структуры в образцах помогают определить данные по рентгеновской дифракции. Выполненные исследования показали, что все образцы обладают поликристаллической ГЦК-структурой.

Результаты рентгеновской дифракции в больших углах для сверхрешёток с различной толщиной буферного слоя Cr: $t_{\text{Cr}} = 0; 10; 15; 20; 30; 150 \text{ \AA}$ представлены на рисунке 4.2.

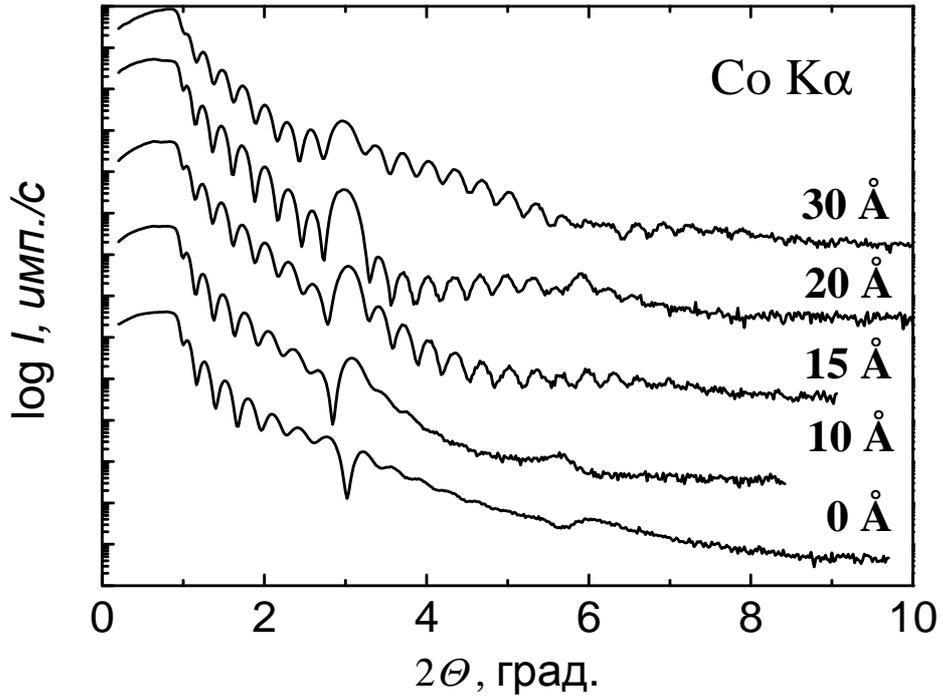


Рисунок 4.1. Малоугловые рентгеновские дифрактограммы сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Cr}(10)$ с различной толщиной буферного слоя: $t_{\text{Cr}} = 0; 10; 15; 20; 30 \text{ \AA}$.

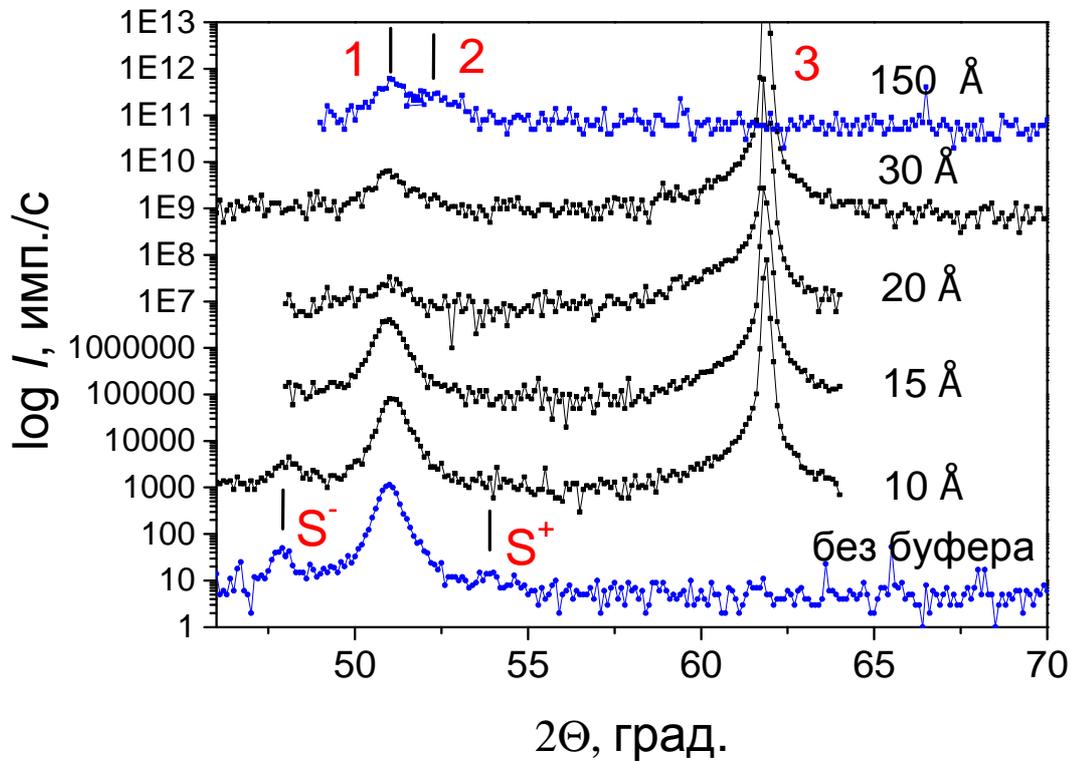


Рисунок 4.2. Рентгеновские дифрактограммы в больших углах для сверхрешёток (Si или стекло)// $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Cr}(10)$ с различной толщиной буферного слоя Cr: $t_{\text{Cr}} = 0; 10; 15; 20; 30; 150 \text{ \AA}$.

На рисунке обозначены: S^- , S^+ – сверхструктурные рефлексы, 1 – рефлекс (111) ГЦК Cu, 2 – рефлекс (110) ОЦК Cr. Третий рефлекс относится к монокристаллической подложке Al_2O_3 с ориентацией $(10\bar{1}2)$. Черным цветом обозначены данные для сверхрешётки на подложках Si, синим – на подложках из стекла. Величина параметра решётки для тонкого слоя CoFe(15 Å) в сверхрешетке может отличаться от параметра решётки для массивного материала и быть близкой к величине параметра решётки слоёв меди. В этом случае можно предположить, что рефлекс (111) общий и для меди, и для $Co_{90}Fe_{10}$. Позиция пика (111)CoFe была определена при рентгеновской съёмке толстой плёнки $Al_2O_3//CoFe(1200 \text{ Å})$. На рентгенограммах наблюдаются рефлексы только от семейств плоскостей (111), отсутствие других рефлексов, характерных для ГЦК решётки, в совокупности с электронографическими данными (рисунок 4.7), означает наличие в образцах текстуры $\langle 111 \rangle$. Было обнаружено, что интенсивность пика (111) возрастает при увеличении толщины хромового буфера от $t_{Cr} = 0$ до $t_{Cr} = 15 \text{ Å}$ (рисунок 4.2). Далее, начиная с $t_{Cr} = 20 \text{ Å}$, слабый рефлекс (111) наблюдается на рентгенограммах, однако, согласно электронографическим исследованиям и ω -скану, текстура $\langle 111 \rangle$ в образцах с более толстым буферным слоем Cr отсутствует. Подобный эффект исчезновения текстуры $\langle 111 \rangle$ был обнаружен также в сверхрешётках с буферным слоем CoFe при $t_{CoFe} > 35 \text{ Å}$ (рисунок 4.3).

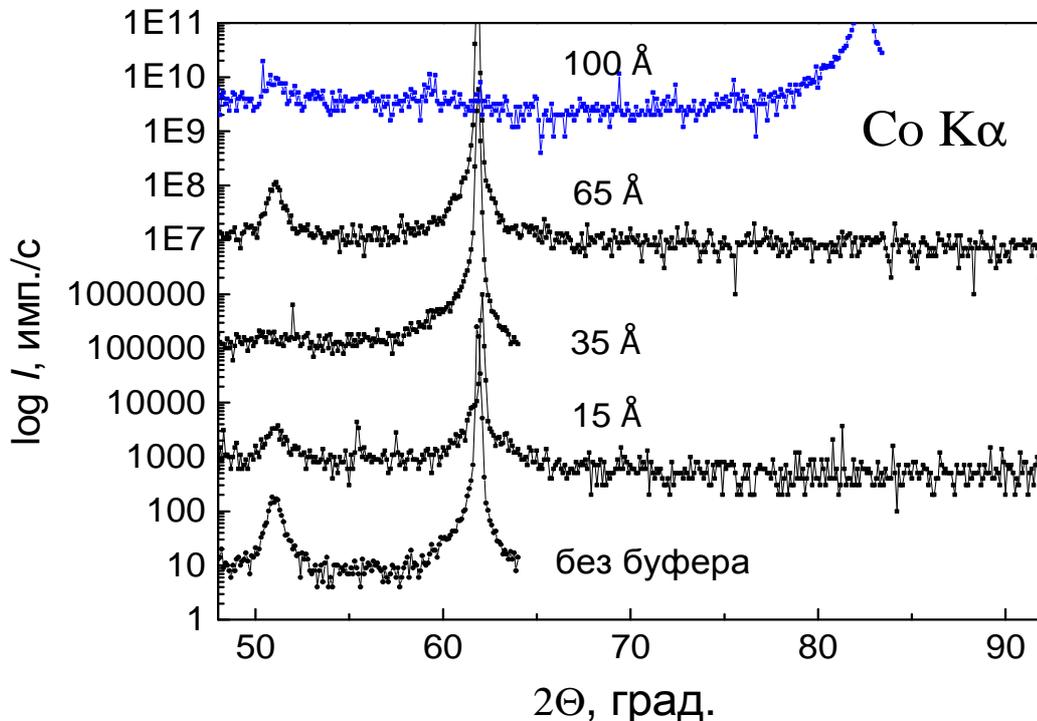


Рисунок 4.3. Рентгеновские дифрактограммы в больших углах для сверхрешёток (Si или Al_2O_3)//CoFe(t_{CoFe})/[CoFe(15)/Cu(23)] $_8$ /Cr(10) с различной толщиной буферного слоя CoFe: $t_{Cr} = 0; 15; 35; 65; 100 \text{ Å}$.

Одним из методов анализа текстур в тонких поликристаллических плёнках является метод кривых качания (ω -скан) [63], который дает количественную информацию о степени совершенства текстуры $\langle 111 \rangle$ и угле рассеяния текстуры. На рисунке 4.4 представлены кривые качания для сверхрешёток: без буферного слоя (1), $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$ (2), $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$ (3). Форма кривой качания вокруг рефлекса (111) соответствует аксиальной текстуре с осью $\langle 111 \rangle$, перпендикулярной плоскости плёнки. Угол рассеяния текстуры, обозначаемый γ и определяемый как ширина соответствующей кривой качания на полувысоте, характеризует совершенство текстуры или угол разориентации осей [111] отдельных кристаллитов от оси текстуры. Значения ширины на полувысоте $\gamma = 12^\circ$ для образцов без буферного слоя. При напылении сверхрешётки на буферный слой хрома толщиной $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$ интенсивность кривой качания немного увеличивается, и γ становится чуть меньше, что означает некоторое улучшение совершенства текстуры $\langle 111 \rangle$ по сравнению с образцом без буферного слоя. Однако если сделать буферный слой на несколько ангстрем толще, для образцов с $t_{Cr} \geq 20 \text{ \AA}$ кривая качания исчезает, что означает резкое исчезновение текстуры $\langle 111 \rangle$ в образцах с более толстыми буферными слоями.

Это исчезновение текстуры $\langle 111 \rangle$ в интервале $15 \div 20 \text{ \AA}$ точно воспроизводится для образцов с буферным слоем хрома из разных серий напыления.

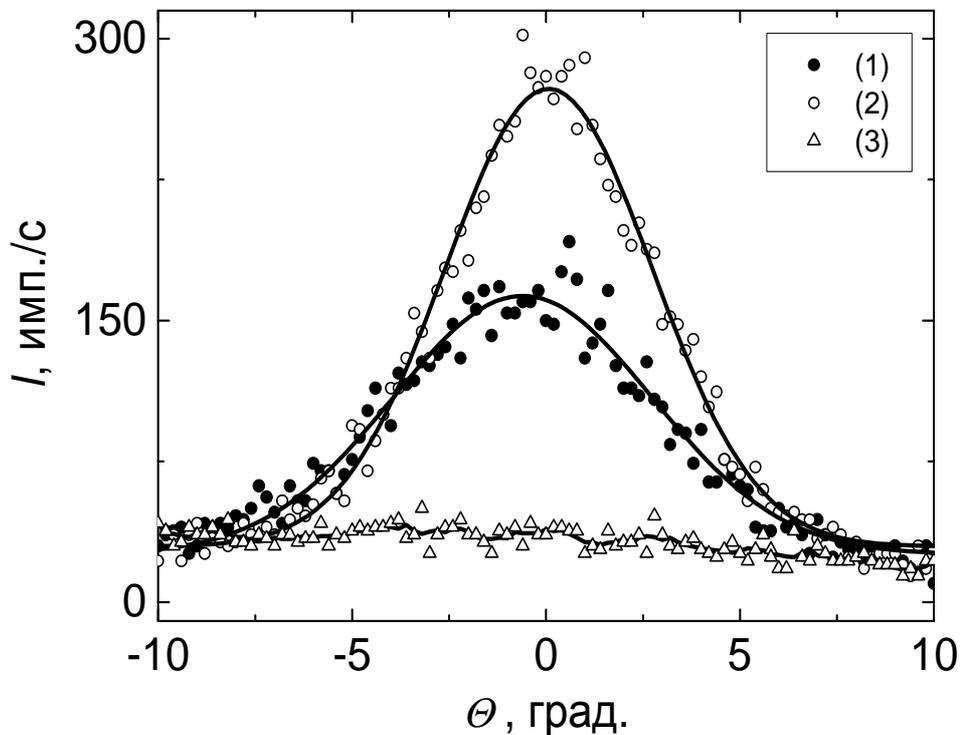


Рисунок 4.4. Кривые качания для сверхрешёток CoFe/Cu: без буферного слоя (1), $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$ (2), $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$ (3).

Электроннограммы, снятые на просвечивающем микроскопе, могут дать дополнительную информацию о микроструктуре исследуемых образцов, размерах зёрен в поликристаллическом образце.

Электроннограммы от образцов, обладающих двумя разными типами микроструктуры, представлены на рисунке 4.5. Верхняя часть рисунка относится к образцу с толщиной буферного слоя $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$, а нижняя – к образцу с толщиной буферного слоя $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$.

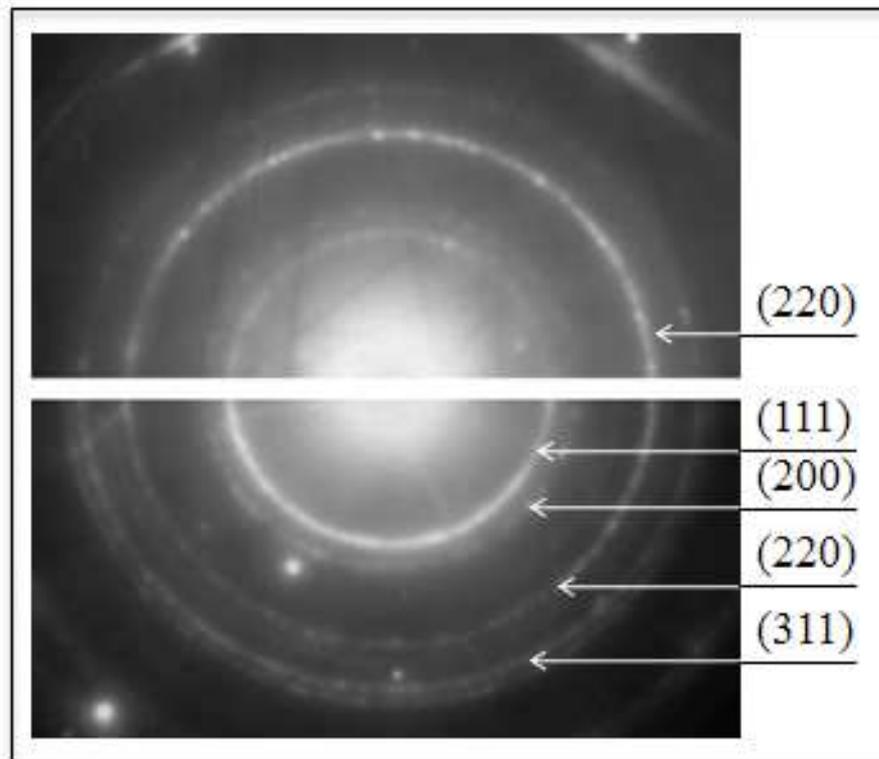


Рисунок 4.5. Электроннограммы сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Cr}(t_{Cr})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8\text{Cr}(10)$ с толщиной буфера $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$ (верхняя часть) и $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$ (нижняя часть).

Видно, что обе плёнки являются поликристаллическими, так как дифракционные кольца являются сплошными. В нижней части рисунка 4.5 присутствуют все разрешенные отражения: $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$, $\{311\}$, $\{222\}$ и распределение их по интенсивностям соответствует ГЦК-структуре с беспорядочно ориентированными кристаллитами.

В верхней части рисунка 4.5 кольца $\{111\}$, $\{200\}$, $\{311\}$, $\{222\}$ выражены слабо, а кольцо $\{220\}$ является самым интенсивным, что указывает на наличие в данном образце аксиальной текстуры с осью $\langle 111 \rangle$, перпендикулярной плоскости подложки. Дифракционные линии от семейств плоскостей $(200)\text{Cu}$ и $(220)\text{Cu}$ присутствуют на электроннограммах, но из-за их слабой

интенсивности не видны на дифрактограмме (рисунок 4.2, 4.3). Только на рентгенограмме, представленной на рисунке 4.7, проявляется слабый рефлекс (200).

Распределение зёрен по размерам не описывается функцией Гаусса (рисунок 4.6), наблюдается много мелких включений. Видно, что увеличение толщины буферного слоя хрома на 5 \AA приводит к небольшому увеличению латеральных размеров кристаллитов, но принципиально картина остается та же. По проведенным оценкам диаметр зёрен составляет $100\text{-}150 \text{ \AA}$.

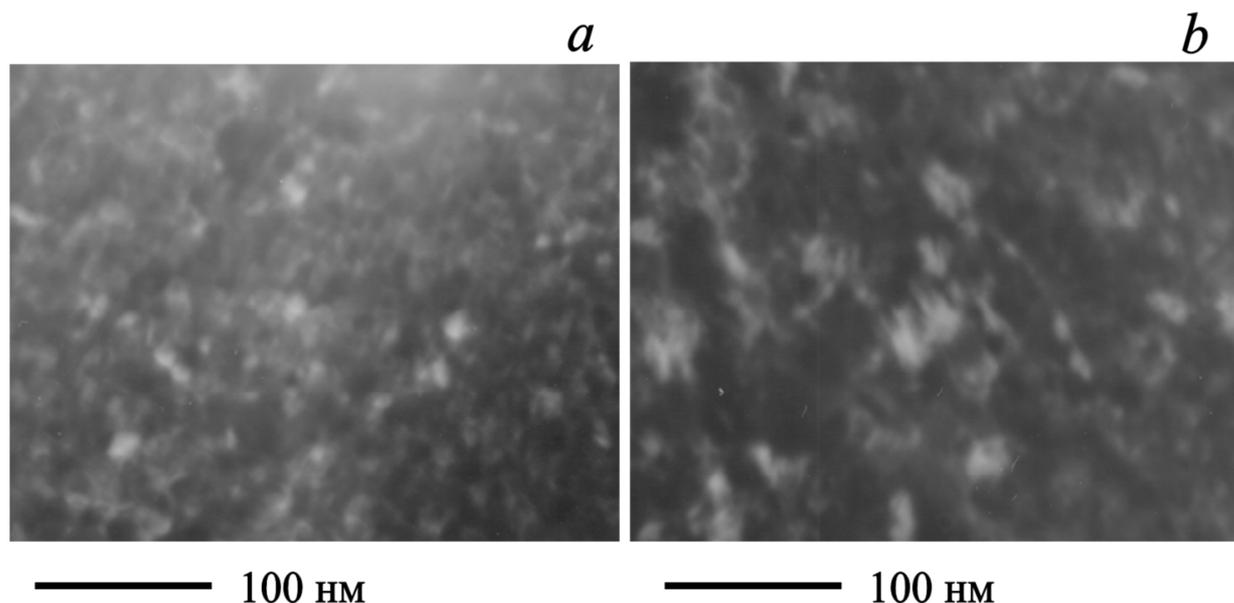


Рисунок 4.6. Светлопольные изображения зёрненной микроструктуры $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$ (a) и $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$ (b).

Тонкий буферный слой хрома стимулирует формирование в сверхрешётках более совершенной упорядоченной кристаллической структуры с преимущественным расположением семейств плоскостей (111) параллельно плоскости подложки. Добавление нескольких номинальных атомных слоёв хрома в буферном слое приводит к принципиальному изменению свойств сверхрешёток CoFe/Cu: исчезает текстура $\langle 111 \rangle$ в слоях Cu и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, т.к. на кривых качания для образцов с $t_{Cr} \geq 20 \text{ \AA}$ не обнаружено максимума (см. рисунок 4.4), интенсивность рефлекса (111) резко уменьшается, и коэрцитивная сила возрастает в 16 раз. Этот эффект присутствует в сверхрешётках CoFe/Cu, приготовленных на трех видах подложек (Al_2O_3 , Si, стекло). При большой толщине буферного слоя хрома 150 \AA происходит разделение рефлекса на два отдельных – (111) Cu и (110) Cr, что говорит о формировании буферного слоя с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой.

Подобный эффект исчезновения текстуры $\langle 111 \rangle$ был обнаружен также в сверхрешётках с буферным слоем CoFe при $t_{\text{CoFe}} > 35 \text{ \AA}$ (рисунок 4.3).

Для образцов, напылённых на буферном слое Fe, на кривых качания максимум отсутствует, наличия текстуры не обнаружено, применение даже тонкого слоя $t_{\text{Fe}} = 20 \text{ \AA}$ и $t_{\text{Fe}} = 30 \text{ \AA}$ приводит к исчезновению текстуры в образцах.

На рисунке 4.7 показаны результаты рентгеновской дифракции, полученные для $\text{NiFeCr}(t_{\text{NiFeCr}})/[\text{CoFe}(14)/\text{Cu}(22)]_8/\text{Cr}(20)$. На рентгенограммах наблюдаются рефлексы от семейств плоскостей (111), (200), а также кратный рефлекс (222). Интенсивность рефлекса (111) по отношению к другим рефлексам значительно выше интенсивности, характерной для беспорядочно ориентированной поликристаллической плёнки, что указывает на наличие преимущественной ориентации плоскостей (111) параллельно плоскости подложки. Рефлексы (111), (200) и (222) являются результатом сложения интенсивностей соответствующих рефлексов от всех материалов, входящих в многослойный образец.

Из рисунка 4.7 видно, что при увеличении толщины буферного слоя NiFeCr интенсивность рефлекса (111) становится меньше, а кратный рефлекс (222) исчезает. Рефлекс (111) остаётся самым интенсивным для всех исследуемых образцов с толщинами буферного слоя пермаллой-хром из интервала $0 \div 150 \text{ \AA}$.

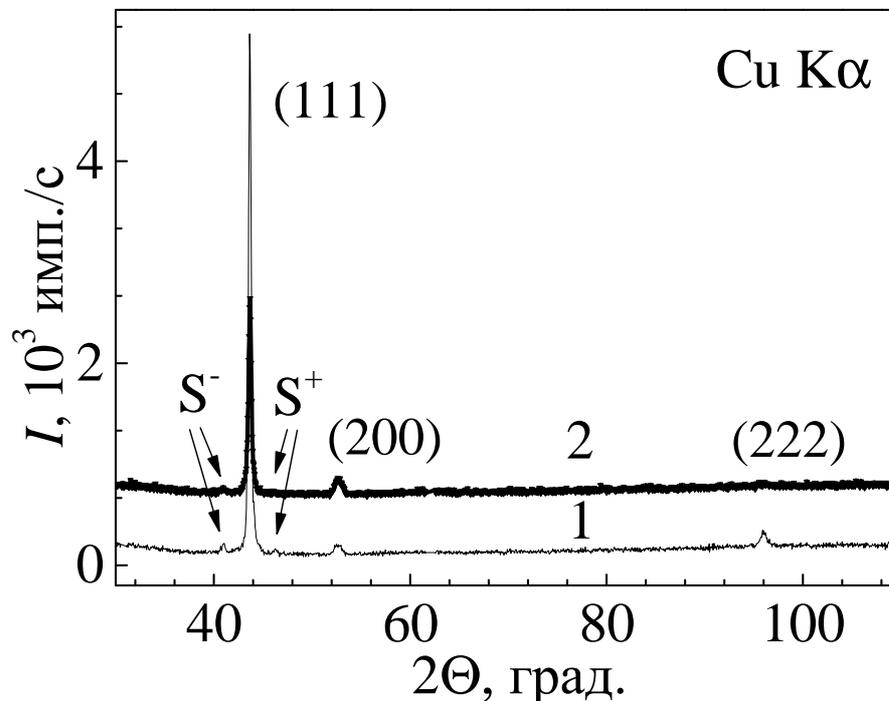


Рисунок 4.7. Дифрактограммы для двух сверхрешёток: стекло/ $\text{NiFeCr}(t_{\text{NiFeCr}})/[\text{CoFe}(14)/\text{Cu}(22)]_8/\text{Cr}(20)$ с тонким буферным слоем $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ (1) и толстым $t_{\text{NiFeCr}} = 70 \text{ \AA}$ (2).

Вокруг рефлекса (111), общего для меди и кобальта-железа, (см. рисунок 4.2 и рисунок 4.7) наблюдаются слабые, характерные для сверхрешёток сателлитные пики, по которым можно вычислить суммарную толщину D пары слоёв CoFe/Cu с помощью выражения [49]:

$$D = \frac{\lambda}{\sin \theta^+ - \sin \theta^-}$$

где λ – длина волны излучения, θ^+ и θ^- – углы, при которых наблюдаются сверхструктурные сателлитные рефлексы S^+ и S^- .

Для серии образцов с буферным слоем хрома сателлитные пики исчезают сразу при добавлении буферного слоя. Добавление буферного слоя NiFeCr в сверхрешётках приводит к сохранению сверхструктурных пиков. Зная экспериментальные значения углов $2\theta^+ = 43.6^\circ$ и $2\theta^- = 41.1^\circ$, по приведённой выше формуле найдём суммарную толщину пар слоёв для сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr. Полученное значение равно $D = 36.2 \text{ \AA}$, что близко к номинальной толщине пары слоёв (36 \AA), рассчитанной на основе измеренных скоростей и времени напыления слоёв CoFe и Cu. Отсюда можно сделать вывод, что номинальные толщины практически совпадают с толщинами, полученными в результате магнетронного напыления.

Для сверхрешёток [CoFe(14)/Cu(22)]₈/Cr(20) можно построить зависимость γ (t_{NiFeCr}) во всей исследуемой области толщин буферного слоя NiFeCr, благодаря тому, что текстура $\langle 111 \rangle$ присутствует во всех образцах. На рисунке 4.8 показана зависимость γ от толщины буферного слоя, характеризующая эволюция текстуры $\langle 111 \rangle$ в образцах с буферным слоем NiFeCr. Для образцов с $t_{\text{NiFeCr}} \leq 50 \text{ \AA}$ форма кривой качания (см. вставку рисунок 4.8) соответствует аксиальной текстуре с осью $\langle 111 \rangle$, перпендикулярной плоскости плёнки. При $t_{\text{NiFeCr}} \leq 50 \text{ \AA}$ величина γ мала и равна $4-6^\circ$, что означает высокое совершенство текстуры $\langle 111 \rangle$ [7].

Начиная со значения толщины $t_{\text{NiFeCr}} = 70 \text{ \AA}$, угол рассеяния текстуры γ возрастает в 2 раза и достигает величины 12° , которая сравнима со значением γ , полученным для сверхрешёток с буферным слоем Cr.

Для образцов с толстым буферным слоем при $70 \text{ \AA} \leq t_{\text{NiFeCr}} \leq 150 \text{ \AA}$ обнаружено изменение формы кривой качания (вставка рисунке 4.8), что может быть обусловлено формированием в образце конической текстуры [63], нормали которой в каждом кристаллите отклонены от оси $\langle 111 \rangle$ на $6-7^\circ$ и образуют коническую поверхность с углом раствора к направлению $\langle 111 \rangle$.

Аналогичное изменение γ при толстых буферных слоях, $t_{\text{NiFeCr}} \geq 70 \text{ \AA}$ (рисунок 4.8), обнаружено в сверхрешётках NiFeCr(t_{NiFeCr})/[CoFe(14)/Cu(22)]₈, приготовленных на подложках из окисленного кремния, а также в сверхрешётках, приготовленных на подложках из стекла, но с толщиной меди $t_{\text{Cu}} = 9.5 \text{ \AA}$.

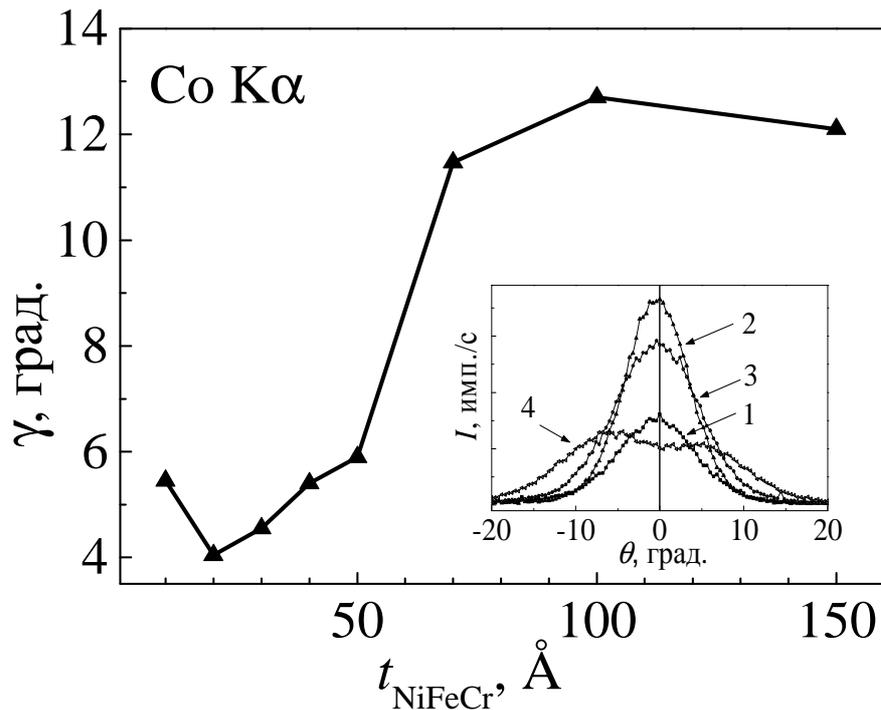


Рисунок 4.8. Зависимость γ от толщины NiFeCr для образцов стекло//NiFeCr(t_{NiFeCr})/[CoFe(14)/Cu(22)]₈/Cr(20). На вставке приведены кривые качания для сверхрешёток с: $t_{\text{NiFeCr}} = 10 \text{ \AA}$ (1), $t_{\text{NiFeCr}} = 20 \text{ \AA}$ (2), $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ (3) и $t_{\text{NiFeCr}} = 150 \text{ \AA}$ (4).

При сравнении результатов структурных исследований для трех типов сверхрешёток, отличающихся только буферными слоями Cr, CoFe или NiFeCr, выявлены следующие отличия.

1) Для сверхрешёток с буферными слоями Cr и CoFe максимальные интенсивности рефлекса (111) наблюдаются в области толщин буферного слоя $0 \leq t_{\text{buff}} \leq 20 \text{ \AA}$, далее при $20 \text{ \AA} < t_{\text{buff}} < 50 \text{ \AA}$ рефлекс (111) исчезает. При толщинах $60 \text{ \AA} < t_{\text{buff}} < 150 \text{ \AA}$ рефлекс (111) появляется заново, но с относительно малой интенсивностью. Для сверхрешёток на основе NiFeCr интенсивный пик (111) наблюдается во всей исследованной области толщин буферного слоя вплоть до $t_{\text{buff}} = 150 \text{ \AA}$ (вставка на рисунке 4.8). Максимальные значения интенсивности рефлекса (111) наблюдаются при $10 \text{ \AA} \leq t_{\text{NiFeCr}} \leq 50 \text{ \AA}$.

2) Интенсивность рефлекса (111) для сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr в 5-10 раз выше, чем для двух других описываемых типов сверхрешёток.

3) Величина γ для образцов с буферным слоем NiFeCr приблизительно в два раза меньше, чем для образцов с буферными слоями Cr и CoFe.

Эти отличия указывают на то, что в сверхрешётках с буферным слоем NiFeCr формируется совершенная кристаллическая структура слоёв и область существования острой аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ для сверхрешёток с NiFeCr шире по сравнению с образцами, имеющими Cr и CoFe в качестве буферных слоёв.

4.3 Магниторезистивные характеристики

Начнём рассмотрение с образцов сверхрешёток $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Cr}(20)$. Зависимость максимальной величины магнитосопротивления $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ сверхрешёток от толщины буферного слоя хрома представлена на рисунке 4.9. Видно, что зависимость МС от толщины буферного слоя хрома монотонная, и тип подложки не оказывает существенного влияния на общий ход и величину МС, в то время как изменением толщины буферного слоя Cr можно увеличить $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ больше, чем в 3 раза. Сверхрешётки $[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ без буферного слоя и с тонким (до 10 Å) буферным слоем имеют небольшую величину МС, это может быть связано с несовершенством слоистой структуры и флуктуациями толщины меди, что ведет к ферромагнитному вкладу в обменное взаимодействие. Наибольшее значение МС достигается при толщинах буферного слоя хрома $t_{\text{Cr}} = 20 \div 40$ Å, что согласуется с данными по рентгеновской дифракции в малых углах (рисунок 4.1). Уменьшение МС в сверхрешётках с толстыми слоями Cr ($t_{\text{Cr}} > 40$ Å) связано с шунтированием тока проводящим буферным слоем, в котором отсутствует спин-зависимое рассеяние электронов проводимости.

На рисунке 4.10 приведена зависимость поля H_{max} , которая определена в п.2.3.2 (см. рисунок 2.8 или 4.11), от толщины буферного слоя хрома. Видно, что в сверхрешётках реализуются два состояния: 1) при $t_{\text{Cr}} < 15$ Å низкокоэрцитивное и 2) при $t_{\text{Cr}} > 20$ Å высококоэрцитивное. Необычным является резкое увеличение гистерезиса при субнанометровой вариации толщины буферного слоя Cr. Другими словами, изменение толщины буферного слоя Cr на несколько номинальных атомных монослоёв приводит к гигантскому изменению ширины петли гистерезиса во всех выращенных на данном буферном слое ферромагнитных слоях CoFe.

Свойства образцов с толщинами буферного слоя $t_{\text{Cr}} = 15$ Å и 20 Å представляют особый интерес. На полевых зависимостях магнитосопротивления этих сверхрешёток (рисунок 4.11) видно, что различие по величине МС небольшое и составляет 4 %. Результаты малоугловой рентгеновской дифракции для этих сверхрешёток (см. рисунок 4.1) также качественно не отличаются друг от друга, что указывает на отсутствие существенного различия в совершенстве межслойных границ. Главное и принципиальное отличие свойств данных образцов состоит в значительном (почти в 16 раз) изменении коэрцитивной силы. Из сравнения зависимостей $\Delta R/R_s(H)$ и $M(H)$ видно, что наблюдается корреляция между магнитными и магниторезистивными свойствами исследованных сверхрешёток. Петли магнитного гистерезиса имеют прямоугольную форму и являются типичными для сверхрешёток с антиферромагнитным обменным взаимодействием.

Можно предположить, что на исчезновение текстуры $\langle 111 \rangle$ и связанное с ней изменение ширины петли гистерезиса для образцов с буферным слоем хрома влияет морфология его поверхности и степень завершенности буферного слоя как слоя данного материала со сформированной ОЦК структурой.

Несмотря на то, что параметры решётки Cr и Fe почти совпадают, и оба металла обладают при нормальных условиях ОЦК решёткой, степень их влияния на гистерезис сверхрешётки различна – величина ширины петли гистерезиса у сверхрешётки Fe/[CoFe/Cu]_n в три раза меньше, чем у сверхрешётки Cr/[CoFe/Cu]_n. Как следует из рисунка 4.10, для образцов с Fe буферным слоем H_{\max} меняется плавно от 35 до 50 Э. Такое различие в величине гистерезиса магнитосопротивления, по-видимому, связано с тем, что слой Fe перемангничивается в относительно малых магнитных полях и стимулирует перемангничивание соседних слоёв CoFe, в то время как слабое магнитное поле практически не влияет на магнитное состояние в слое хрома.

Перейдём к рассмотрению результатов для сверхрешёток NiFeCr(t_{NiFeCr})/[CoFe(14)/Cu(22)]₈/Cr(20). Зависимость H_{\max} от толщины буферного слоя t_{NiFeCr} имеет немонотонный характер (рисунок 4.12). При увеличении толщины буферного слоя вплоть до толщин $t_{\text{NiFeCr}} = 30 \text{ \AA}$ поле H_{\max} имеет минимальные значения и составляет 11-13 Э, в то время как величина ГМР-эффекта в этой области толщин возрастает более чем в два раза. При $t_{\text{NiFeCr}} = 40 \text{ \AA}$ и $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ величина $H_{\max} = 19 \text{ Э}$ и, при $t_{\text{NiFeCr}} > 50 \text{ \AA}$, величина H_{\max} значительно возрастает. Такое резкое изменение $H_{\max}(t_{\text{NiFeCr}})$ наблюдается для сверхрешёток, приготовленных как на стекле, так и на пластинах Si/SiO₂. При изменении толщины буферного слоя от $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ до $t_{\text{NiFeCr}} = 70 \text{ \AA}$ для Si/SiO₂/NiFeCr/[CoFe/Cu]₈ обнаружено трехкратное увеличение H_{\max} . Из рисунка 4.12 также видно, что при изменении толщины буферного слоя в интервале $0 < t_{\text{NiFeCr}} < 20 \text{ \AA}$ величина $(\Delta R/R)_{\max}$ быстро возрастает. Затем достигает значения $(\Delta R/R)_{\max} > 20 \%$, которое реализуется в широком интервале $20 \text{ \AA} \leq t_{\text{NiFeCr}} \leq 100 \text{ \AA}$. Далее при $t_{\text{NiFeCr}} > 100 \text{ \AA}$ наблюдается уменьшение ГМР-эффекта, связанное с увеличением общей толщины многослойной наноструктуры и эффектом шунтирования, появляющимся при наличии относительно толстого и проводящего буферного слоя. Наблюдаемое резкое возрастание $(\Delta R/R)_{\max}$ при малых t_{NiFeCr} связано, как правило, с формированием определенной кристаллической структуры буферного слоя, оказывающего влияние на структурное состояние последующих слоёв образца. Например, в наноструктуре на основе трехслойной системы CoFe/Cu/CoFe и буферным слоем NiFeCr ГМР эффект появляется только при $t_{\text{NiFeCr}} \geq 20 \text{ \AA}$ и отсутствует при использовании более тонкого буферного слоя [52]. При этом авторы [52] указывают на формирование выраженной текстуры $\langle 111 \rangle$ в образцах, начиная с толщин $t_{\text{NiFeCr}} \geq 20 \text{ \AA}$.

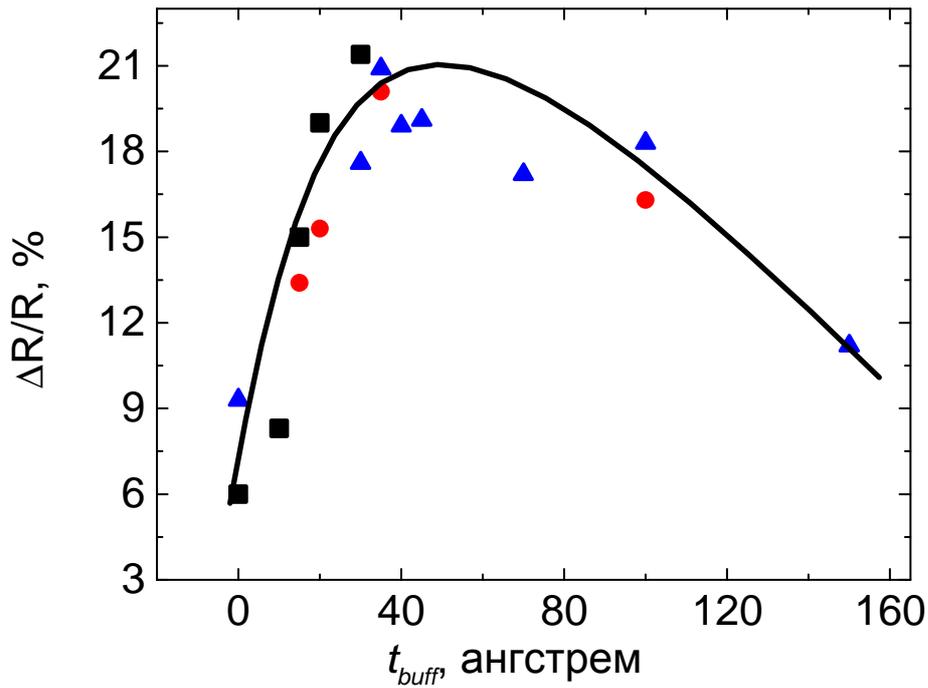


Рисунок 4.9. Зависимость $(\Delta R/R)_{max}$ от толщины буферного слоя хрома t_{Cr} сверхрешёток $Cr(t_{Cr})/[CoFe(15)/Cu(23)]_8$ для трех типов подложек: \blacktriangle – (100)Si, \blacksquare – Al_2O_3 , \bullet – стекло.

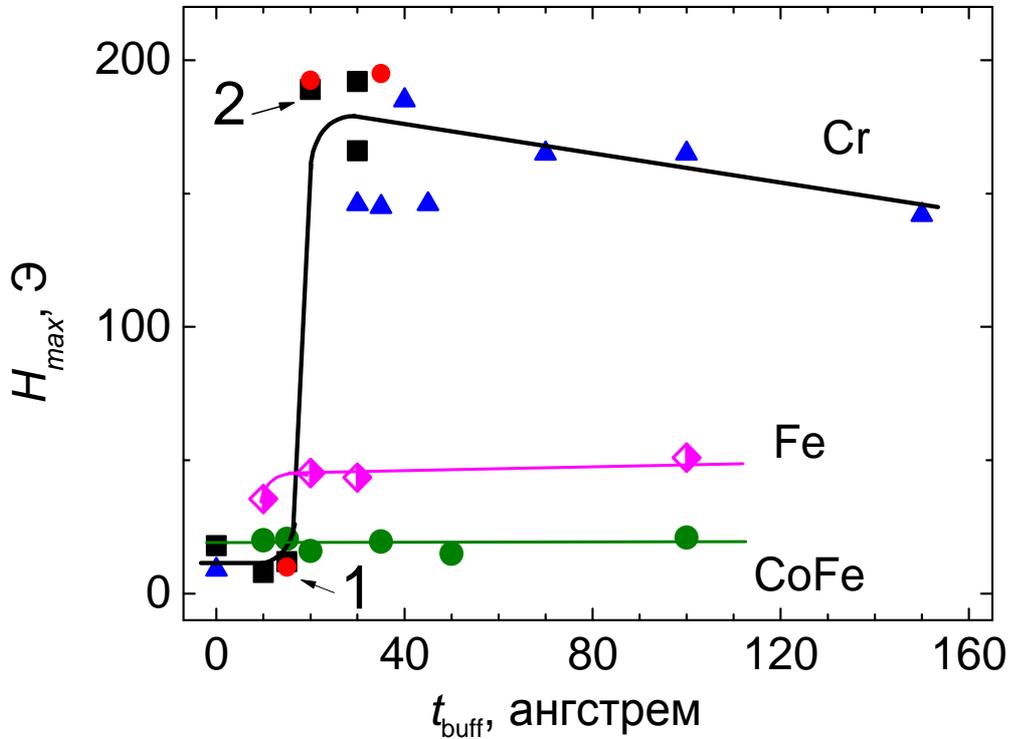


Рисунок 4.10 Зависимость поля H_{max} от толщины буферных слоёв Cr, CoFe, Fe сверхрешёток $BC(t_{BC})/[CoFe(15 \text{ \AA})/Cu(23 \text{ \AA})]_8$, точка 1 - $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$, точка 2 - $t_{Cr} = 20 \text{ \AA}$. Материал подложки: \blacktriangle – (100)Si, \blacksquare – Al_2O_3 , \bullet – стекло. Материал буферного слоя обозначен на рисунке.

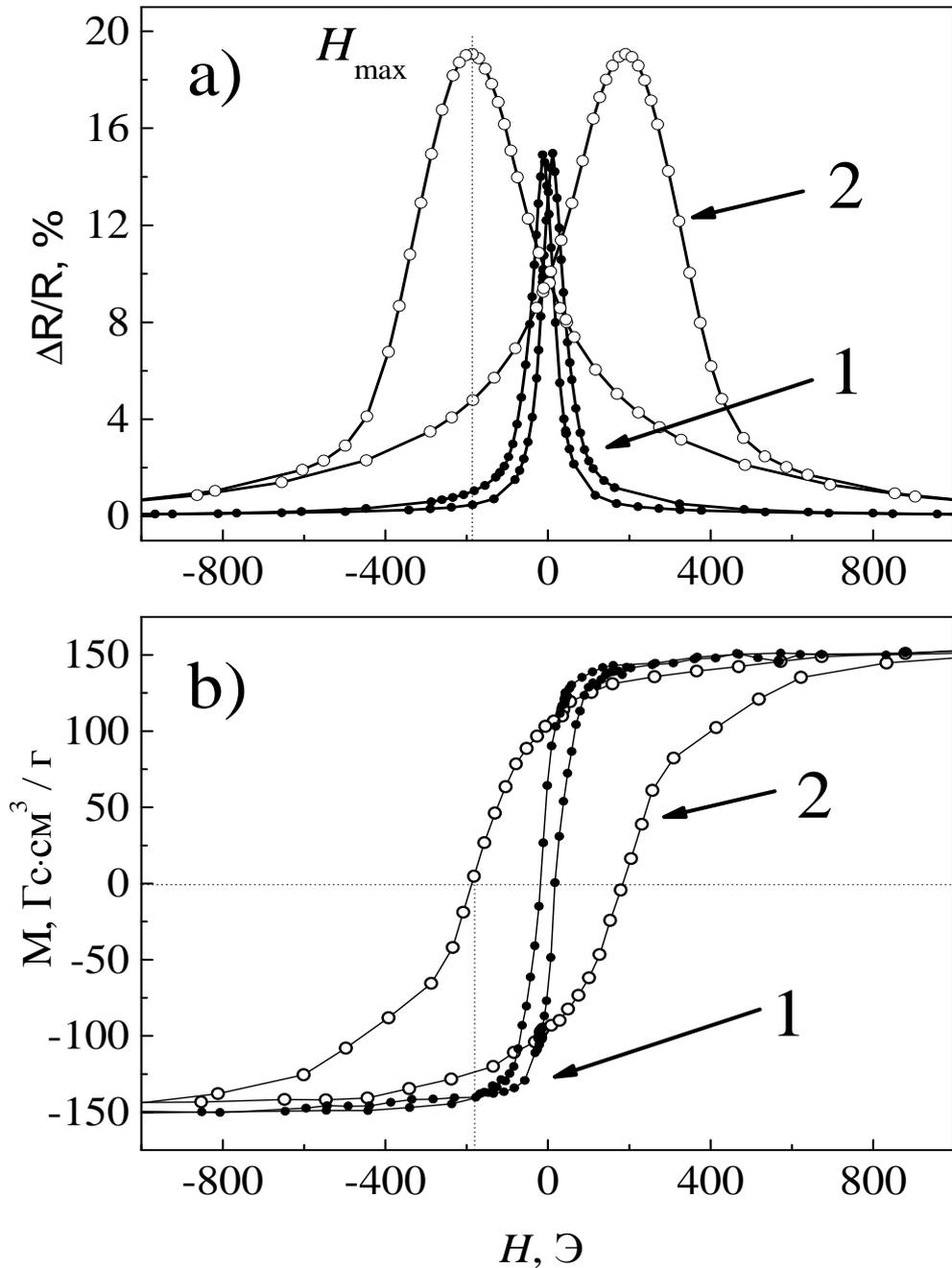


Рисунок 4.11. Полевые зависимости для сверхрешёток $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ с толщинами буферного слоя хрома $t_{\text{Cr}} = 15 \text{ \AA}$ (1) и $t_{\text{Cr}} = 20 \text{ \AA}$ (2) а) магнитосопротивления, б) намагниченности.

Изменения текстуры $\langle 111 \rangle$ отражаются на гистерезисе магнитосопротивления системы CoFe/Cu . Из рисунка 4.12 видно, что возрастание H_{max} и увеличение γ происходят в одной области толщин t_{NiFeCr} , однако, значение МС начинает уменьшаться при большей толщине

t_{NiFeCr} . Следовательно, оптимальной толщиной буферного слоя, при которой наблюдается высокое значение МС и сравнительно небольшое H_{max} , можно выбрать $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$.

Для практических приложений желательно использовать в сверхрешётках толстые буферные слои. Проведём сравнение зависимостей ГМР-эффекта для сверхрешёток с разным типом буферного слоя сначала при фиксированной толщине $t_{\text{buff}} = 100 \text{ \AA}$.

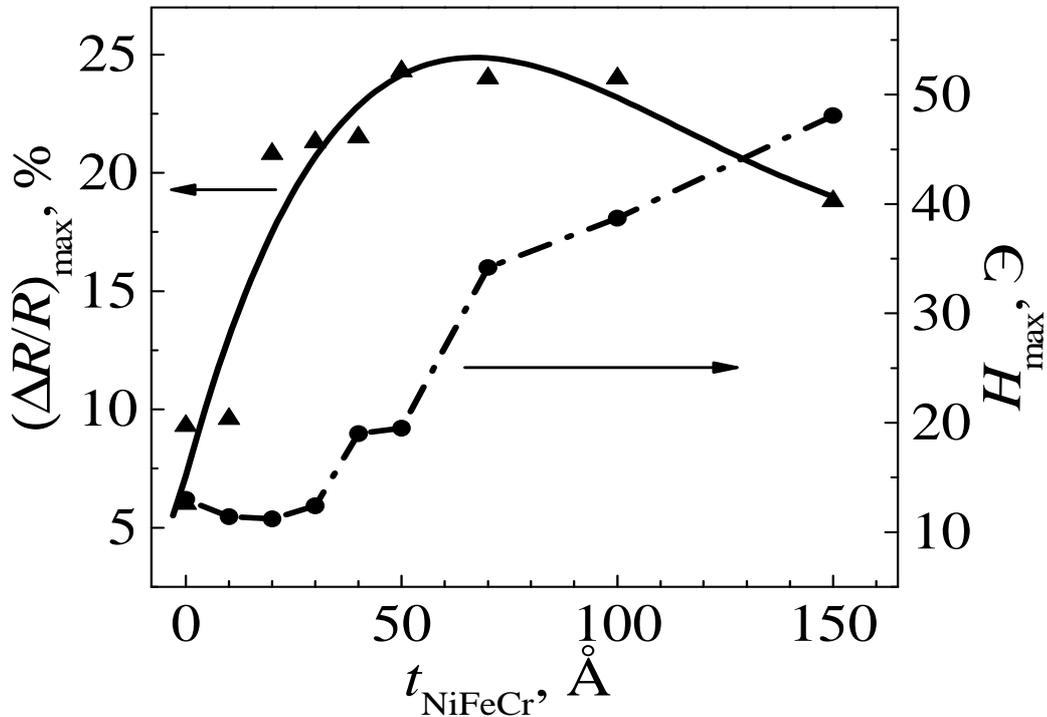


Рисунок 4.12. Зависимость ГМР эффекта $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ и H_{max} от толщины буферного слоя для образцов стекло//NiFeCr(t_{NiFeCr})/[CoFe(14)/Cu(22)]₈/Cr(20).

На рисунке 4.13 представлены полевые зависимости МС одинаковых сверхрешёток CoFe/Cu, приготовленных без буферного слоя и с использованием буферного слоя из различных металлов (Cr, Cu, Fe, CoFe) фиксированной толщины $t_{\text{buff}} = 100 \text{ \AA}$. Видно, что наибольшим гистерезисом обладает сверхрешётка с буферным слоем Cr. Сверхрешётка с буферным $t_{\text{CoFe}} = 100 \text{ \AA}$ обладает большой величиной МС, малым полем магнитного насыщения и относительно малым гистерезисом.

На рисунке 4.14 приведены зависимости ГМР-эффекта от толщины буферного слоя для близких по толщине слоёв CoFe и Cu сверхрешёток с одинаковым числом пар слоёв, но отличающихся материалом буферного слоя – Cr, CoFe, NiFeCr. Видно, что сверхрешётки с буферным слоем NiFeCr отличаются высокими значениями ГМР-эффекта и широким интервалом толщин t_{NiFeCr} , при которых $\Delta R/R(H) > 20 \%$.

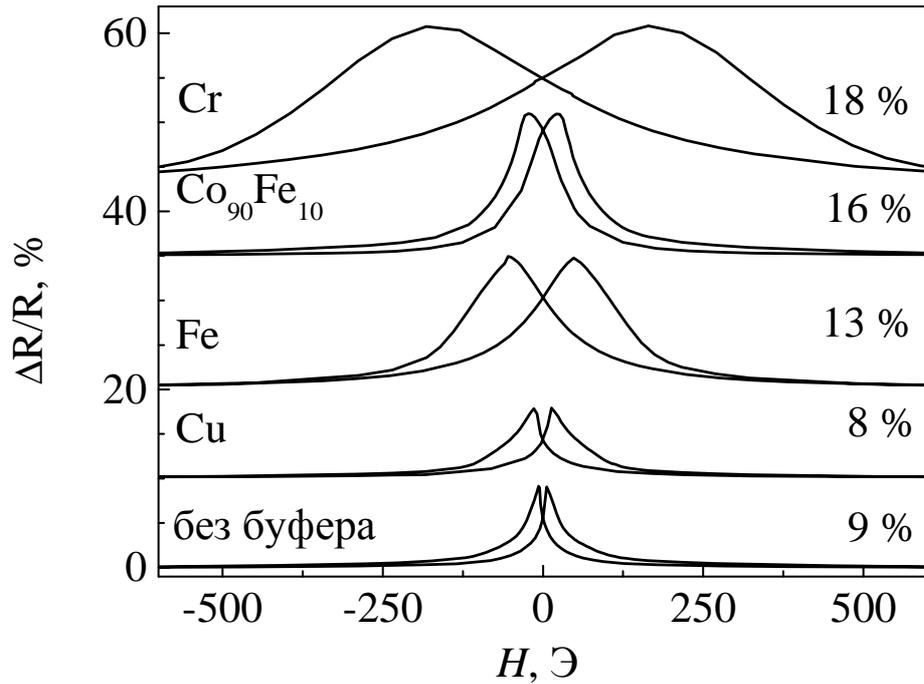


Рисунок 4.13. Полевые зависимости МС для сверхрешёток типа (100)Si/БС(100 Å)/[CoFe(15 Å)/Cu(23 Å)]₈/Cr(10 Å), где БС обозначает материал буферного слоя: Cr, CoFe, Fe или Cu.

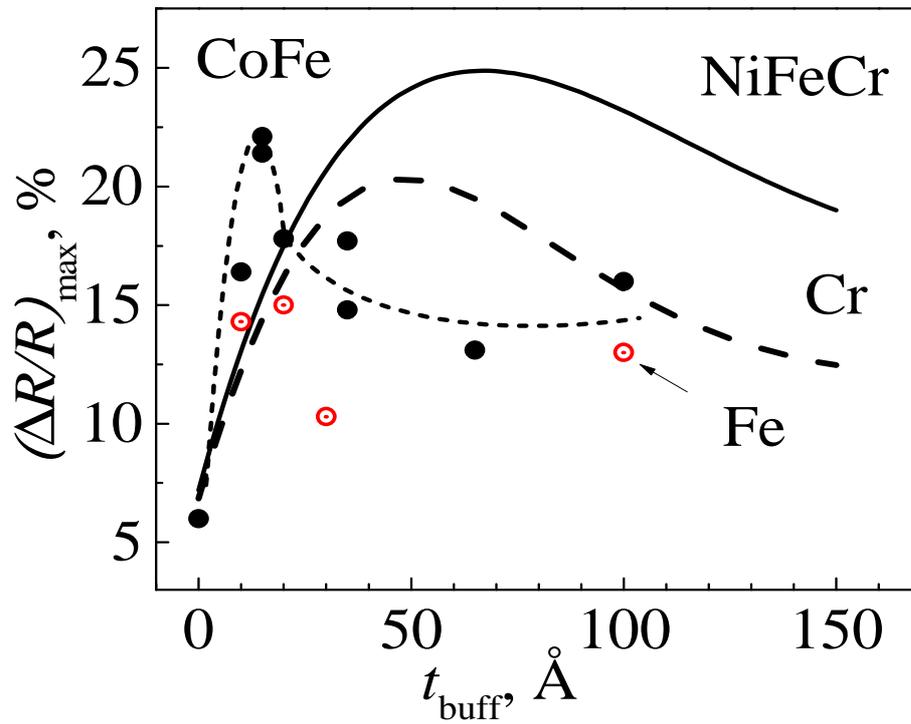


Рисунок 4.14. Сравнение зависимостей ГМР-эффекта $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ от толщины буферного слоя для сверхрешёток [CoFe/Cu(22–23)Å]₈. Тип материала буферного слоя отмечен на рисунке. Экспериментальные точки приведены для образцов с буферным слоем CoFe (чёрные) и Fe (красные).

В сверхрешётках с магнитным буферным слоем CoFe гистерезис оказался не чувствителен к исчезновению текстуры $\langle 111 \rangle$. Зависимость $H_{\max}(t_{\text{CoFe}})$ имеет монотонный характер (рисунок 4.10), в то время как величина МС имеет скачок при небольших толщинах и в области, где текстура отсутствует, уменьшается до значений, равных 15-16 % (рисунок 4.14). Это соответствует значениям, полученным для образцов с буферным слоем Fe. Для этих образцов текстуры $\langle 111 \rangle$ не наблюдается во всем исследуемом интервале толщин, зависимости МС и H_{\max} носят монотонный характер.

Такое поведение H_{\max} может быть связано с перемагничиванием магнитных буферных слоёв Fe и CoFe в относительно малых магнитных полях, что стимулирует перемагничивание последующих слоёв сверхрешётки.

Для сверхрешёток с немагнитными буферными слоями Cr и NiFeCr наблюдается другая тенденция. С увеличением толщины буферного слоя H_{\max} резко возрастает, причиной этого являются структурные изменения: исчезновение текстуры $\langle 111 \rangle$ – в первом случае и переход аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в текстуру конического типа – во втором случае. Кривая магнитосопротивления в обоих случаях имеет куполообразную форму и монотонную зависимость от толщины буферного слоя, текстурные изменения на ней не отражаются. Куполообразная форма связана с эффектом шунтирования тока буферным слоем: у сплава пермаллой-хром удельное сопротивление больше, чем у чистого хрома, что приводит к сдвигу максимума МС для последнего в сторону больших толщин.

Выраженная аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ наблюдается при высоких значениях ГМР-эффекта и слабом гистерезисе магнитосопротивления в образцах, однако наличие аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ не является гарантией для получения высоких значений магнитосопротивления поскольку в образцах без буферного слоя аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ присутствует, а ГМР-эффект имеет небольшую величину.

Исследование зависимостей МС и H_{\max} от толщины БС позволило найти оптимальные толщины буферных слоёв: CoFe(15), Cr(35) и NiFeCr(50). Для дальнейшей оптимизации магниторезистивных характеристик проведено исследование зависимости величины МС от количества пар слоёв и термомагнитная обработка (см. главу 5) для серии сверхрешёток с буферными слоями CoFe(15) и Cr(35). Использование буферного слоя NiFeCr(50) позволило получить сверхрешётки CoFe/Cu с высокими значениями ГМР-эффекта (см. п. 4.5).

4.3.1 Зависимость магнитосопротивления от числа пар слоёв

Кажется очевидным, что можно увеличить ГМР-эффект за счёт увеличения числа повторений пар слоёв n в сверхрешётке, однако из рисунков 4.15 и 4.16 следует, что это не

совсем так. На рисунке 4.15 показаны зависимости $\Delta R/R_s(H)$ и зависимость максимальной величины МС от количества пар n в сверхрешётках $[\text{CoFe}/\text{Cu}]_n$ с буферными слоями $\text{CoFe}(15)$. Для сверхрешёток с буферным слоем $\text{Cr}(35)$ дана зависимость $(\Delta R/R)_{\max}(n)$.

Видно, что для сверхрешёток с буферным слоем $\text{CoFe}(15)$ величина МС возрастает с увеличением n от 4 до 8, практически не меняется для $n = 8 \div 10$ и плавно уменьшается при дальнейшем увеличении количества пар слоёв.

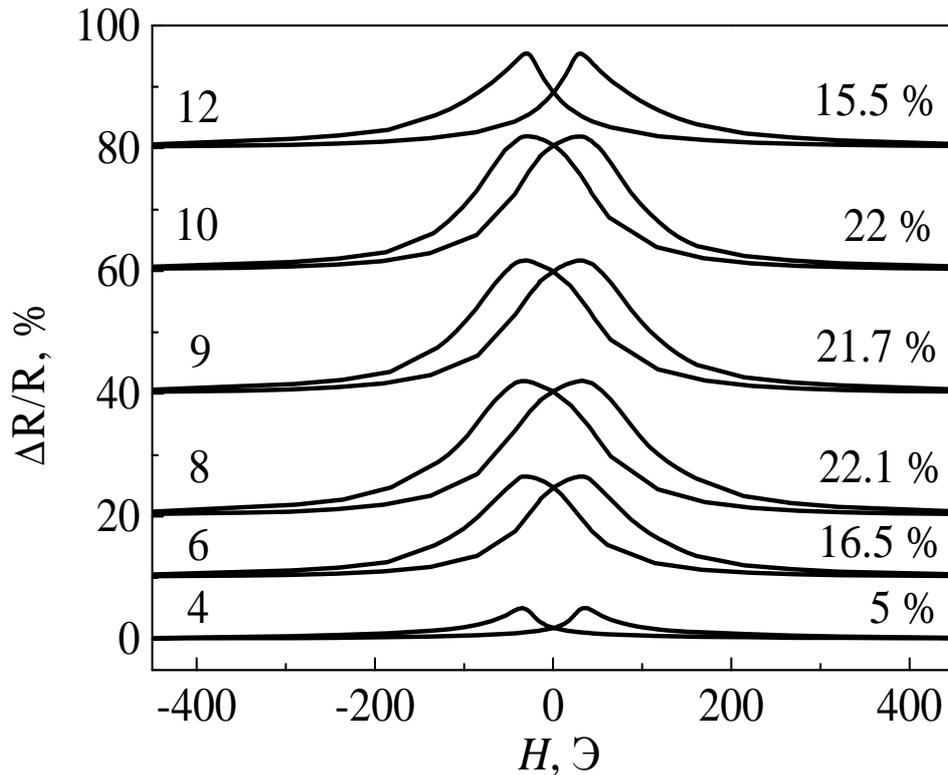


Рисунок 4.15. Полевые зависимости магнитосопротивления сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_n/\text{Ta}(10)$ с различным числом пар слоёв. Слева указано количество пар слоёв, справа указаны соответствующие значения $(\Delta R/R)_{\max}$.

По результатам рентгеновской дифракции в малых углах было замечено, что именно при $n = 8 \div 10$ сверхрешётки обладают самой совершенной слоистой структурой: брегговский пик первого порядка хорошо выражен и, в отличие от сверхрешёток с большим и меньшим количеством пар, кёсиговские осцилляции наблюдаются и после брегговского пика второго порядка. В данной серии образцов увеличение количества пар слоёв сопровождалось уменьшением (от 35 до 25 Э) величины гистерезиса (см. рисунок 4.17). В случае использования Cr буферным слоем на зависимости $(\Delta R/R)_{\max}(n)$ наблюдается схожая ситуация с пологим максимумом при $n = 12 \div 16$, и при дальнейшем добавлении пар слоёв происходит уменьшение величины МС. Также при увеличении n немного ослабляется гистерезис.

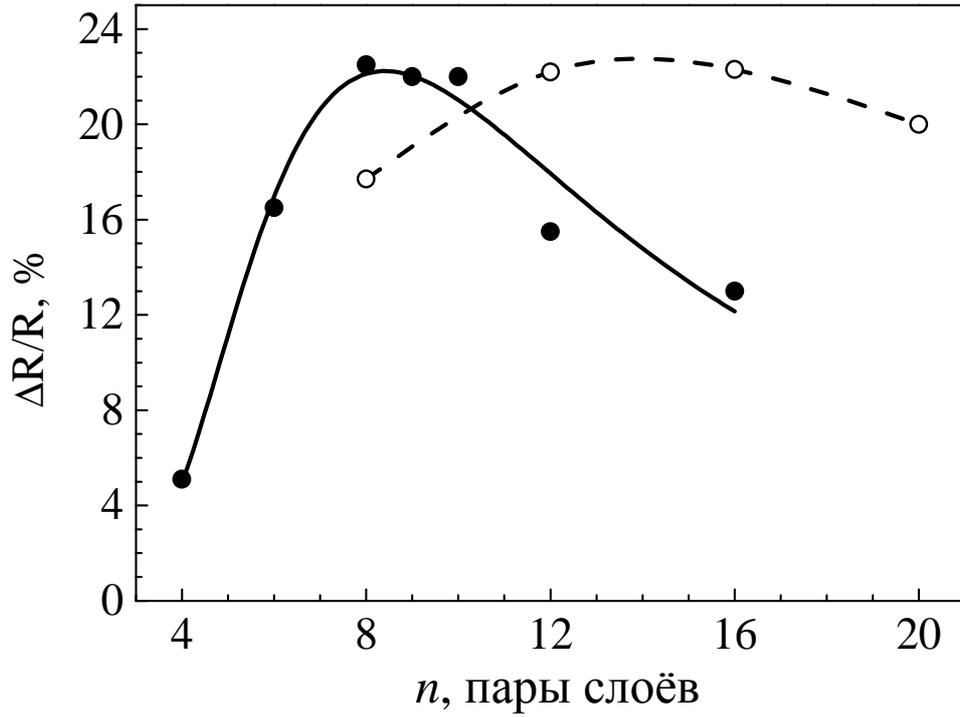


Рисунок 4.16. Зависимость $(\Delta R/R)_{\max}$ от числа пар слоёв n для сверхрешёток с буферным слоем CoFe(15) (темные символы) и для сверхрешёток с буферным слоем Cr(35) (светлые символы).

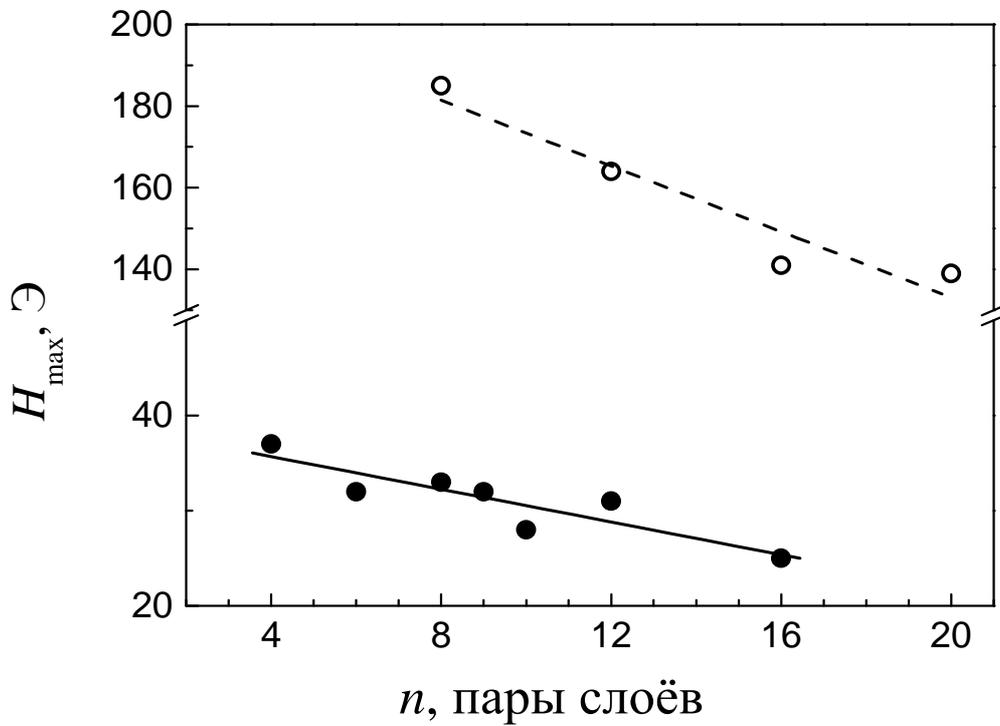


Рисунок 4.17. Зависимость H_{\max} от n для сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_n/\text{Ta}(10)$ (тёмные символы) и для сверхрешёток $\text{стекло}/\text{Cr}(35)/[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(22.5)]_n/\text{Cr}(20)$ (светлые символы).

Предположим, что увеличение количества пар слоёв приводит к изменению эффективной толщины слоя Cu. Это может быть следствием двух причин: либо изменения скорости напыления Cu, либо увеличения шероховатости межслойных границ и перемешивания слоёв. Тогда изменилось бы обменное взаимодействие в сверхрешётке, и, следовательно, при увеличении n поменялись бы и поля насыщения сверхрешёток (рисунок 4.15), а этого не происходит. Значит, причиной небольшого уменьшения МС может быть возрастание удельного сопротивления системы, связанное с увеличением дефектов при увеличении времени напыления, что приводит к независимому от спина рассеянию электронов, уменьшая разницу между сопротивлением без магнитного поля и в магнитном поле.

Таким образом, чтобы свести к минимуму время нанесения покрытия и расход материала, получаем оптимальные значения n . Значения $(\Delta R/R)_{\max}$ ($n = 8$) = 22.5 % для сверхрешёток с буферным слоем из сплава кобальт-железо, $(\Delta R/R)_{\max}$ ($n = 12$) = 22.3 % для образцов с буферным слоем хрома при этом будут примерно одинаковые, однако гистерезис для образцов с буфером Cr в несколько раз больше.

4.3.2 Магнитосопротивление при разных температурах

Чтобы показать эффективность использования буферного слоя пермаллой-хром для сверхрешёток $[\text{CoFe/Cu}]_n$ была проведена оптимизация магниторезистивных свойств в зависимости от толщин сверхрешётки и количества пар слоёв при комнатной температуре, затем при различных температурах.

Для сверхрешёток $[\text{CoFe/Cu}]_n$ с буферными слоями Cr, CoFe и с толщиной слоёв меди, соответствующих первому антиферромагнитному максимуму обменного взаимодействия, было получено относительно небольшое магнитосопротивление: $(\Delta R/R)_{\max} < 10$ %. Аналогичный результат был представлен также в [7].

Значительно более высокие значения МС были получены для сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr в сверхрешётках $[\text{CoFe/Cu}]_n$. Для этого в образцах с тонкими слоями меди была проведена оптимизация толщин отдельных слоёв для достижения наибольшего ГМР-эффекта. При выбранной оптимальной (см. п. 4.3) толщине буферного слоя $t_{\text{NiFeCr}} = 50 \text{ \AA}$ с помощью вариации толщины слоёв Cu была найдена толщина слоёв меди $t_{\text{Cu}} = 9.5 \text{ \AA}$, при которой наблюдается наибольшее МС. При указанных фиксированных значениях t_{NiFeCr} и t_{Cu} были приготовлены сверхрешётки с различной толщиной слоёв CoFe из интервала $10 \div 20 \text{ \AA}$.

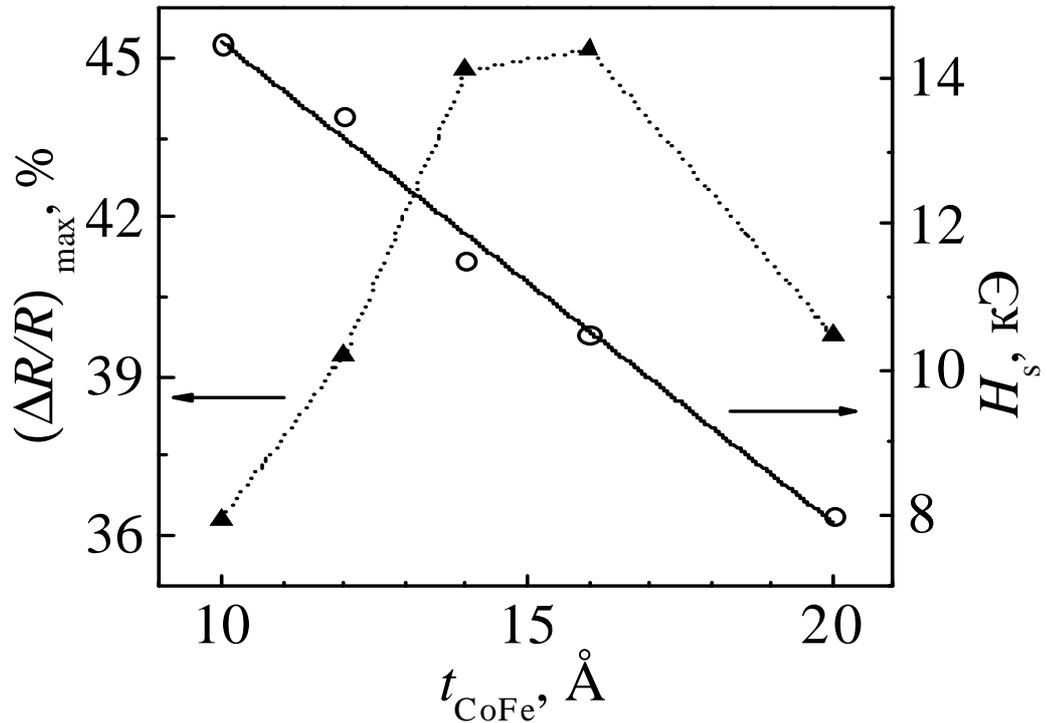


Рисунок 4.18. Значения $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ и поля магнитного насыщения H_s в зависимости от толщины слоёв CoFe для сверхрешёток стекло//NiFeCr(50)/[CoFe(t_{CoFe})/Cu(9.5)]₈/Cr(20).

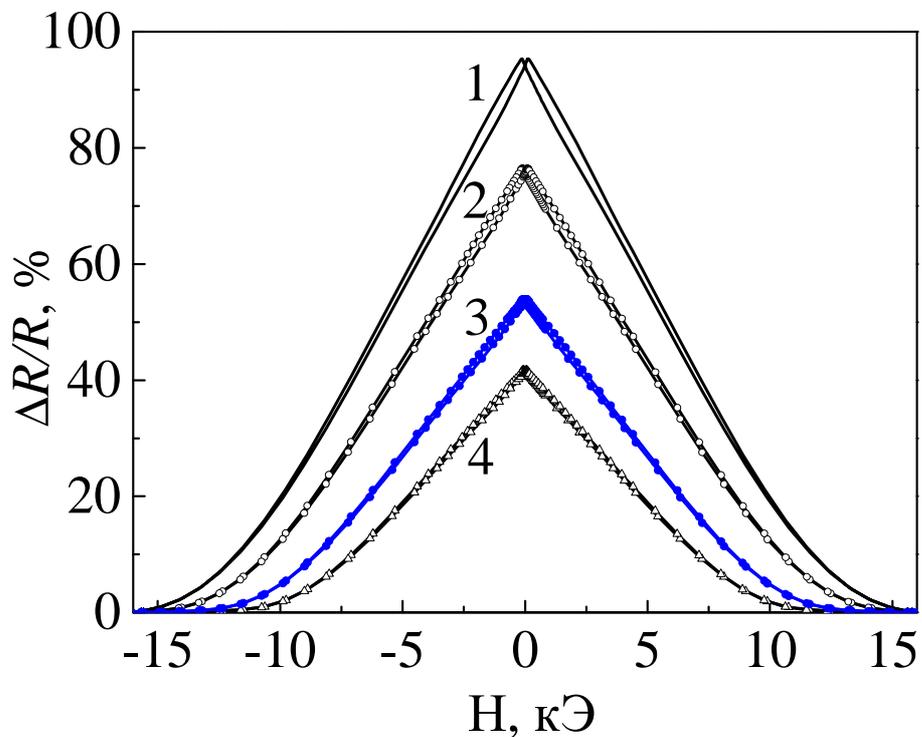


Рисунок 4.19. Зависимости $\Delta R/R(H)$, измеренные при температурах: $T = 83$ К (1), $T = 173$ К (2), $T = 293$ К (3), $T = 373$ К (4). Сверхрешётка – стекло//NiFeCr(50)/[CoFe(14)/Cu(9.5)]₁₆/Cr(20).

На рисунке 4.18 показаны значения $(\Delta R/R)_{\max}$ и поля магнитного насыщения H_s в зависимости от толщины слоя CoFe для образцов: стекло//NiFeCr(50)/[CoFe(t_{CoFe})/Cu(9.5)]₈/Cr(20).

Поле магнитного насыщения уменьшается пропорционально увеличению t_{CoFe} . Видно также, что в области толщин $t_{\text{CoFe}} = 14\text{--}16 \text{ \AA}$ MC имеет максимальное значение $(\Delta R/R)_{\max} = 45 \%$.

Для получения высоких значений MC был приготовлен образец с толщиной ферромагнитного слоя $t_{\text{CoFe}} = 14 \text{ \AA}$ и удвоенным числом пар слоёв ($n = 16$). ГМР-эффект такой сверхрешётки составляет $(\Delta R/R)_{\max} = 54 \%$ при комнатной температуре.

На данном образце были проведены также измерения полевых зависимостей MC при различных температурах. Результаты измерений показаны на рисунке 4.19. Видно, что при температуре $T = 83 \text{ K}$, близкой к температуре жидкого азота, ГМР эффект возрастает до значения 95 %. При повышении температуры ГМР эффект уменьшается, однако и при $T = 373 \text{ K}$ образец обладает высоким MC – $(\Delta R/R)_{\max} = 42 \%$.

Эффективность использования материала NiFeCr в качестве буферного слоя для приготовления сверхрешёток CoFe/Cu можно дополнительно оценить из сравнения ГМР эффекта в 54 %, полученного в данной работе, с результатами, опубликованными авторами других работ. Близкое значение $(\Delta R/R)_{\max} \approx 55 \%$ было показано в [50], но при использовании большего числа пар слоёв в сверхрешетке ($n = 30$). Более высокое MC в 63 % было получено лишь в одной работе [8], в которой для случая $n = 42$ были подобраны условия эпитаксиального роста слоёв сверхрешётки при использовании подложки MgO и тонкого буферного слоя Fe ($t_{\text{Fe}} = 12 \text{ \AA}$). В других опубликованных работах, известных авторам, приведены более низкие значения ГМР-эффекта для сверхрешёток [CoFe/Cu]_n.

Выводы по главе 4

В этой главе были исследованы свойства многослойных образцов CoFe/Cu с буферными слоями: магнитными Fe, Co₉₀Fe₁₀ и немагнитными Cr, (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀. Проведена оптимизация толщин отдельных слоёв сверхрешётки с целью получения максимального магниторезистивного эффекта.

В сверхрешётках Co₉₀Fe₁₀/Cu при использовании хрома в качестве буферного слоя обнаружено резкое, более чем на порядок величины, увеличение гистерезиса при субнанометровом изменении толщины слоя хрома (t_{Cr}) в интервале от 15 до 20 \AA . Переход от низкокоэрцитивного к высококоэрцитивному состоянию сопровождается изменением

кристаллической структуры в слоях сверхрешётки, проявляющимся исчезновением в них текстуры $\langle 111 \rangle$ при $t_{Cr} > 20 \text{ \AA}$.

В сверхрешётках с буферным слоем CoFe эффект исчезновения текстуры $\langle 111 \rangle$ при $t_{CoFe} \geq 35 \text{ \AA}$ не сопровождается резким изменением гистерезиса. Использование сплава $Co_{90}Fe_{10}$ в качестве буферного слоя приводит к повышению магниторезистивной чувствительности исследованных сверхрешёток без существенного увеличения гистерезиса. Для образцов, напылённых на буферном слое Fe, наличия текстуры не обнаружено.

Использование буферного слоя пермаллой-хром состава $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Cr_{40}$ приводит к формированию в последующих слоях сверхрешёток CoFe/Cu более совершенной кристаллической структуры по сравнению со сверхрешётками с буферными слоями Cr, Fe или $Co_{90}Fe_{10}$. Показано, что интенсивность брегговского рефлекса (111) для сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr в 5–10 раз выше, чем для указанных двух других типов сверхрешёток. Выявлена корреляция между изменением степени совершенства текстуры $\langle 111 \rangle$ в зависимости от толщины буферного слоя NiFeCr и аналогичным нелинейным изменением гистерезиса магнитосопротивления. Резкое увеличение гистерезиса магнитосопротивления в сверхрешётках с буферным слоем NiFeCr при $t_{NiFeCr} > 70 \text{ \AA}$ происходит вследствие преобразования аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в образцах в коническую текстуру $\langle 111 \rangle$.

Установлено, что использование буферного слоя NiFeCr приводит к формированию совершенной кристаллической структуры в последующих слоях CoFe и Cu. В частности, выявлено наличие текстуры $\langle 111 \rangle$ с высокой степенью совершенства и интенсивного брегговского рефлекса (111), превышающего на порядок величины интенсивность аналогичных рефлексов, измеренных для сверхрешёток с буферными слоями Cr или CoFe. Выраженная аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ сопутствует высокому значению магнитосопротивления и слабому гистерезису в сверхрешётках, однако наличие аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ не является гарантией получения высоких значений магнитосопротивления. Подбором толщин слоёв, входящих в сверхрешётку $NiFeCr/[CoFe/Cu]_{16}$, получено значение ГМР-эффекта 54 %, близкое к наибольшим опубликованным значениям магнитосопротивления для сверхрешёток данного типа при комнатной температуре. При понижении температуры до 83 К эта величина возрастает до 95 %.

Исследование зависимостей магнитосопротивления и H_{max} от толщины буферного слоя позволило найти оптимальные толщины буферных слоёв: CoFe(15), Cr(35) и NiFeCr(50).

Результаты главы 4 основаны на трёх опубликованных работах [A1-A3].

Глава 5 Влияние отжига на свойства CoFe/Cu

В данной главе исследуется влияние отжига на структуру, магнитный гистерезис и магнитосопротивление сверхрешёток $[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_n$ с буферными слоями Cr и CoFe различной толщины. Обсуждаются оптимальные температура и длительность отжига для увеличения магнитосопротивления сверхрешёток. Проводится расчёт численных значений эффективных коэффициентов межслойной диффузии, обусловленной термическим отжигом, из данных по рентгеновской рефлектометрии.

5.1 Постановка задачи и описание объектов исследования

Сверхрешётки обычно полностью напыляются при комнатной температуре. Температура может оказывать влияние на тонкую магнитную плёнку в процессе нагрева или отжига изменения структуры, морфологии и химии магнитных плёнок могут оказаться необратимыми. Создание материалов с высокой устойчивостью к повышенным температурам для различных устройств необходимо как с технологической, так и с экономической точки зрения.

С помощью постростового термического отжига воздействуют на структуру, в том числе дефекты, размеры зёрен, текстуру и интерфейсы многослойной системы. Такой метод является успешным при уточнении роли взаимного перемешивания слоёв в некоторых ГМР-системах [56]. Как уже упоминалось в главе 2, отжиг при умеренных температурах для CoFe/Cu сверхрешёток может увеличить величину МС.

В основном исследуется влияние отжига на сверхрешётки, в которых толщина и материал буферного слоя не изменяются, например, работы [46, 49, 56-58, 71]. Представляет интерес изучение влияния термического отжига на указанные свойства одного и того же типа сверхрешёток, обладающих различными полевыми зависимостями магнитосопротивления как при разных буферных слоях, так и при различных толщинах выбранного буферного слоя.

В 4 главе установлено, что в зависимости от толщины буферного слоя Cr в сверхрешётках $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$ наблюдается низкокоэрцитивное или высококоэрцитивное состояние. Отжиг проводился с целью уменьшить гистерезис и увеличить магнитосопротивление готовых сверхрешёток $[\text{CoFe}(15)/\text{Cu}(23)]_n$. Толщины слоёв CoFe(15) и Cu(23) в периодической части сверхрешётки для всех исследованных образцов оставались неизменными, поэтому для краткости они не будут указываться в формулах. Для исследований влияния отжига на магниторезистивные характеристики сверхрешёток были приготовлены две серии образцов на подложках из стекла и сапфира:

1. Сверхрешётки $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$ с $t_{\text{Cr}} = 10, 15, 17, 20$ и 35 \AA . Из них сверхрешётки с $t_{\text{Cr}} = 10, 15 \text{ \AA}$ относятся к образцам с низкокоэрцитивным состоянием, сверхрешётки с $t_{\text{Cr}} = 20, 35 \text{ \AA}$ – к образцам с высококоэрцитивным состоянием. Образец с $t_{\text{Cr}} = 17 \text{ \AA}$ относится к переходной области толщин.
2. Сверхрешётки $\text{CoFe}(t_{\text{CoFe}})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$ с $t_{\text{CoFe}} = 15, 20$ и 35 \AA , относящиеся к области толщин буферного слоя, где наблюдается максимальный ГМР-эффект для данной серии образцов.
3. Сверхрешётки $\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_n$ с числом пар слоев $n = 4-16$.

5.2 Влияние отжига на магниторезистивные свойства CoFe/Cu

5.2.1 Буферный слой Cr

Чтобы определить результаты воздействия отжига на исследуемые образцы обычно достаточно провести отжиг в течение часа (цикла). Как видно из рисунка 5.1 поведение зависимостей максимальной величины МС от температуры отжига в течение одного цикла различается для низкокоэрцитивных и высококоэрцитивных образцов. При увеличении температуры отжига ($T_{\text{ан}}$) для образцов с толщиной буферного слоя $t_{\text{Cr}}=10 \text{ \AA}$ наблюдается уменьшение МС. Магнитосопротивление не меняется при отжиге до 330°C и уменьшается при дальнейшем повышении температуры воздействия для образцов с $t_{\text{Cr}} = 15, 17 \text{ \AA}$. Для сверхрешёток с $t_{\text{Cr}} = 20, 35 \text{ \AA}$, в данном температурном интервале МС практически не изменяется. Небольшое увеличение толщины буферного слоя хрома (от 15 до 20 \AA) приводит к увеличению термостабильности сверхрешётки, и температурный интервал неизменности МС увеличивается сразу на 100°C .

Отжиг также по-разному влияет на ширину петли гистерезиса сверхрешёток с $t_{\text{Cr}} = 15 \text{ \AA}$ и $t_{\text{Cr}} = 20 \text{ \AA}$. Чтобы получить полную картину изменений магниторезистивных свойств, происходящих при отжиге, построена зависимость $H_{\text{max}}(T_{\text{ан}})$, показанная на рисунке 5.2. В частности, только для образцов с исходно высокой величиной H_{max} ($t_{\text{Cr}}= 20 \text{ \AA}$ и 35 \AA) существуют режимы отжига, при которых уменьшается гистерезис. Для таких образцов отжиг в течение одного часа при температуре $330 - 350^\circ\text{C}$ приводит к уменьшению гистерезиса и увеличению МС, независимо от материала подложки.

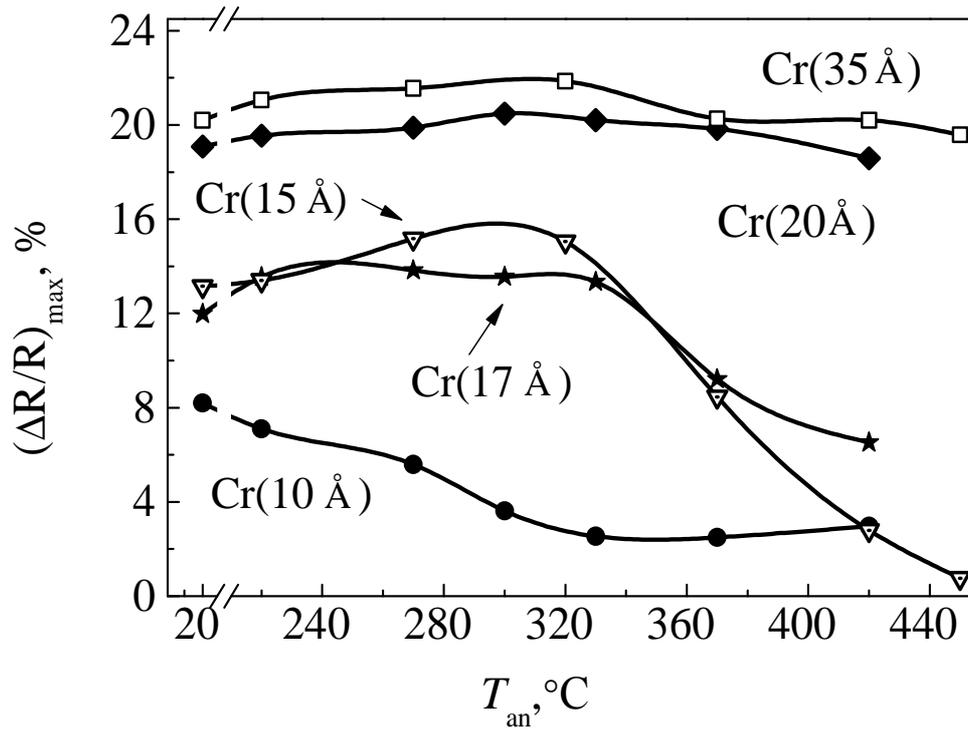


Рисунок 5.1. Зависимости $(\Delta R/R)_{\max}$ от температуры отжига в течение одного цикла для образцов $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe/Cu}]_8$, приготовленных на подложках из стекла (светлые символы) и сапфира (тёмные символы).

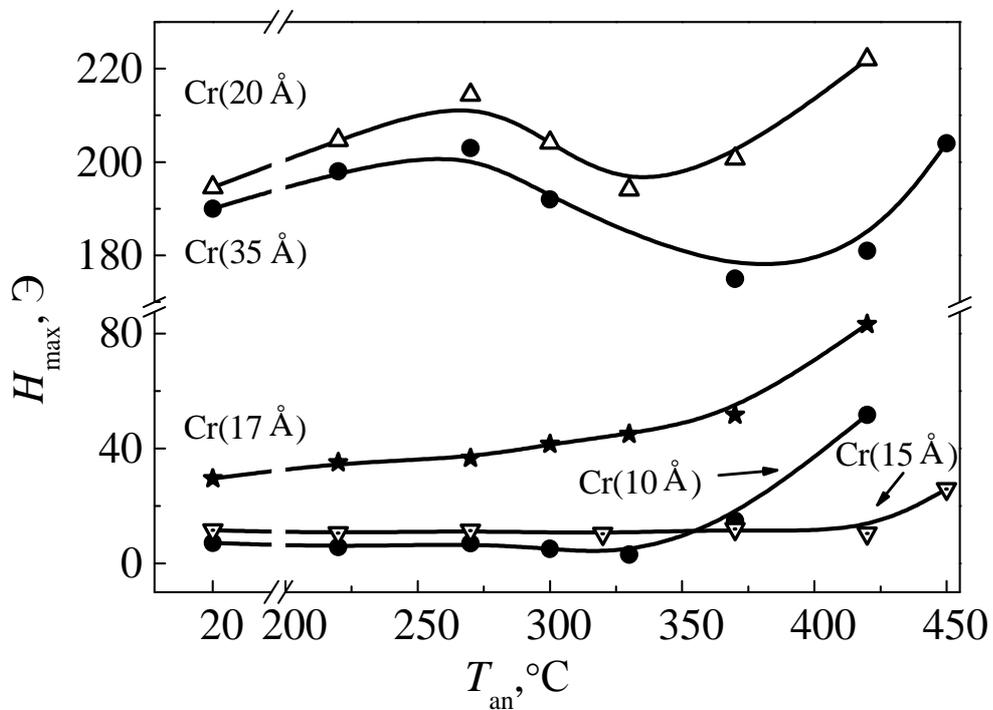


Рисунок 5.2. Зависимости H_{\max} от температуры отжига для $\text{Cr}(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe/Cu}]_8$, приготовленных на подложках из стекла и сапфира (светлые и темные символы, соответственно).

Чтобы сравнить влияние длительности отжига на магнитосопротивление сверхрешёток с буферными слоями $t_{Cr} = 15, 35 \text{ \AA}$ была выбрана температура $T_{an}=280 \text{ }^\circ\text{C}$. Увеличение продолжительности отжига (см. рисунок 5.3) с количеством циклов до 6 приводит к уменьшению $(\Delta R/R)_{max}$. Хотя первоначально отжиг длительностью 1 час позволяет увеличить МС сверхрешёток как с тонким, так и с толстым буферным слоем хрома примерно на 2 %. По-видимому, это происходит за счет релаксации упругих напряжений в плёнке [46, 49]. Из рисунка 5.3 также видно, что величина МС для сверхрешёток с тонким буферным слоем при увеличении количества циклов отжига уменьшается быстрее, чем для сверхрешёток с $t_{Cr} = 35 \text{ \AA}$, и спадает ниже начального значения, что может говорить о быстрой деградации слоистости в образцах с $t_{Cr} = 15 \text{ \AA}$.

Небольшое увеличение толщины буферного слоя хрома (от 15 до 20 \AA) приводит к резкому расширению температурного интервала, где сохраняются высокие значения МС. Возможность уменьшения гистерезиса при помощи отжига существует только для высококоэрцитивных образцов и не дает удовлетворительных результатов. Тип подложки не меняет ход зависимостей на рисунках 5.1 и 5.2.

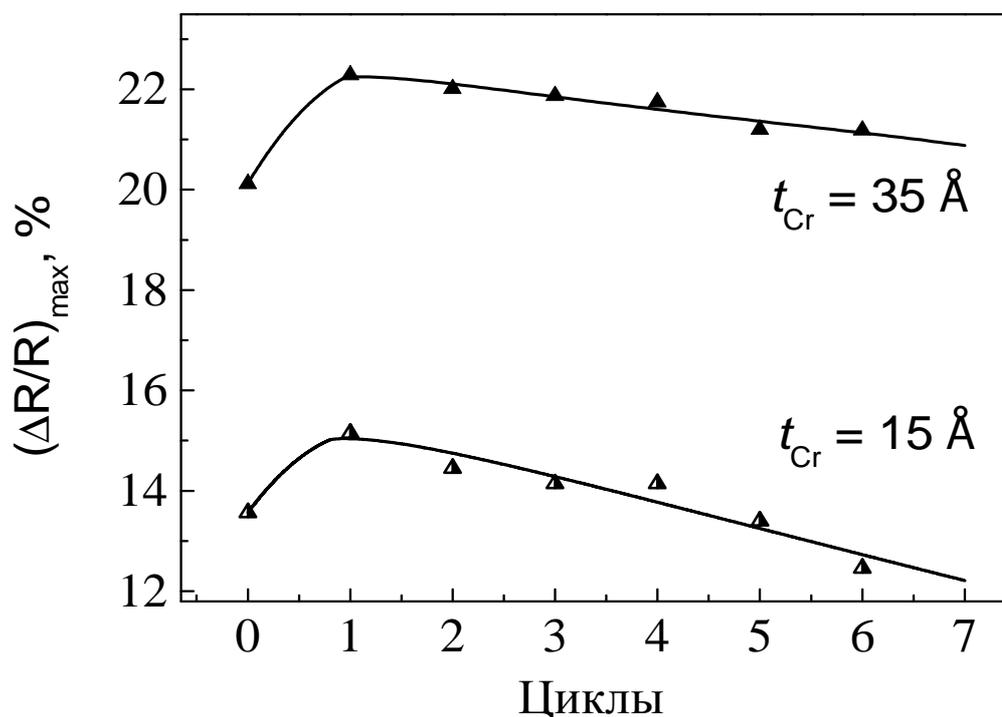


Рисунок 5.3. Зависимости $(\Delta R/R)_{max}$ от количества циклов отжига при температуре 280°C для образцов $\text{Cr}(t_{Cr})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$, $t_{Cr} = 15, 35 \text{ \AA}$.

5.2.2 Буферный слой CoFe

Аналогичные эксперименты по отжигу в течение одного цикла при различных температурах проведены для сверхрешёток с буферным слоем CoFe. На рисунке 5.4 показаны зависимости величины МС от температуры отжига для образцов с различной толщиной буферного слоя. Видно, что для всех образцов с повышением температуры отжига наблюдается увеличение МС, а затем, по достижении некоторой критической температуры, резкое уменьшение. Исключение составляет образец, приготовленный на стекле с толщиной буферного слоя $t_{\text{CoFe}} = 20 \text{ \AA}$, для которого значение критической температуры лежит вне данного температурного интервала. В целом образцы, напыленные на стеклянные подложки, оказались стабильными к воздействию отжига, а критические температуры выше.

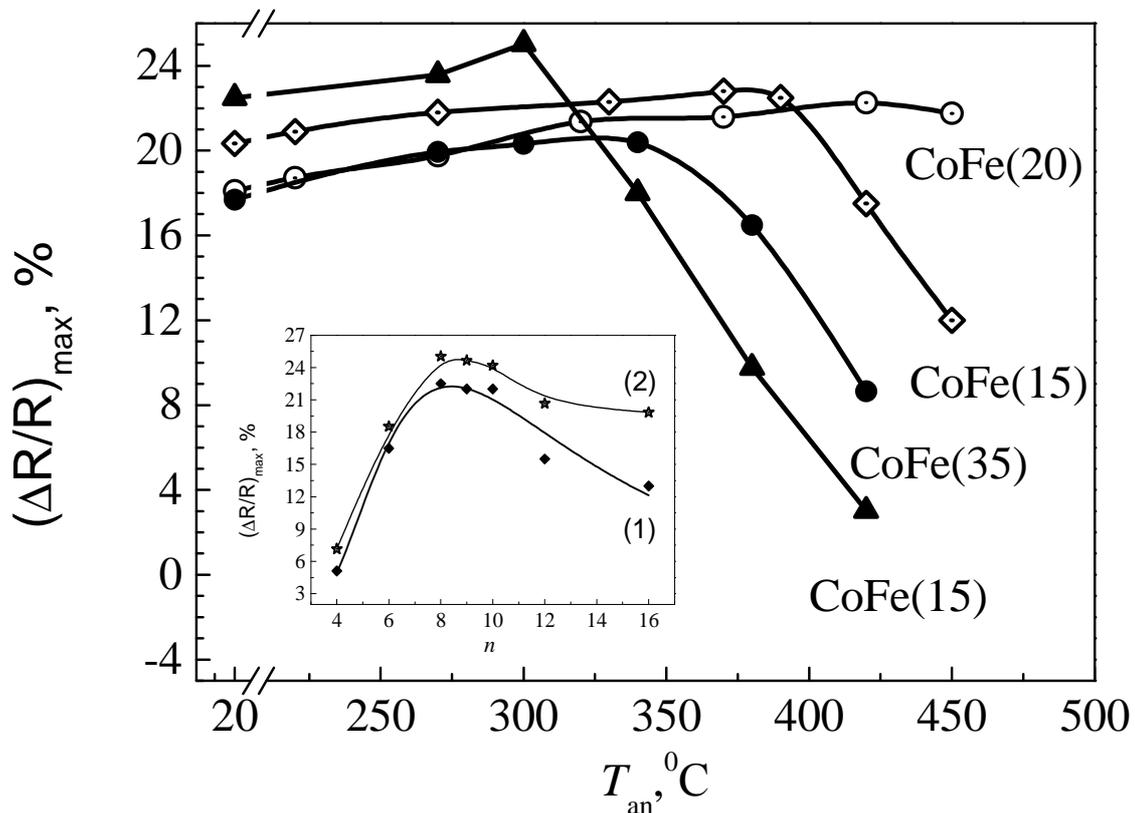


Рисунок 5.4. Зависимости $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ от температуры отжига для образцов $\text{CoFe}(t_{\text{CoFe}})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$, приготовленных на подложках из стекла – светлые символы и сапфира – темные символы. На вставке: зависимости $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ от числа пар слоёв n для сверхрешёток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_n/\text{Ta}(10)$ до отжига – (1) и после двухчасового отжига при 300°C – (2).

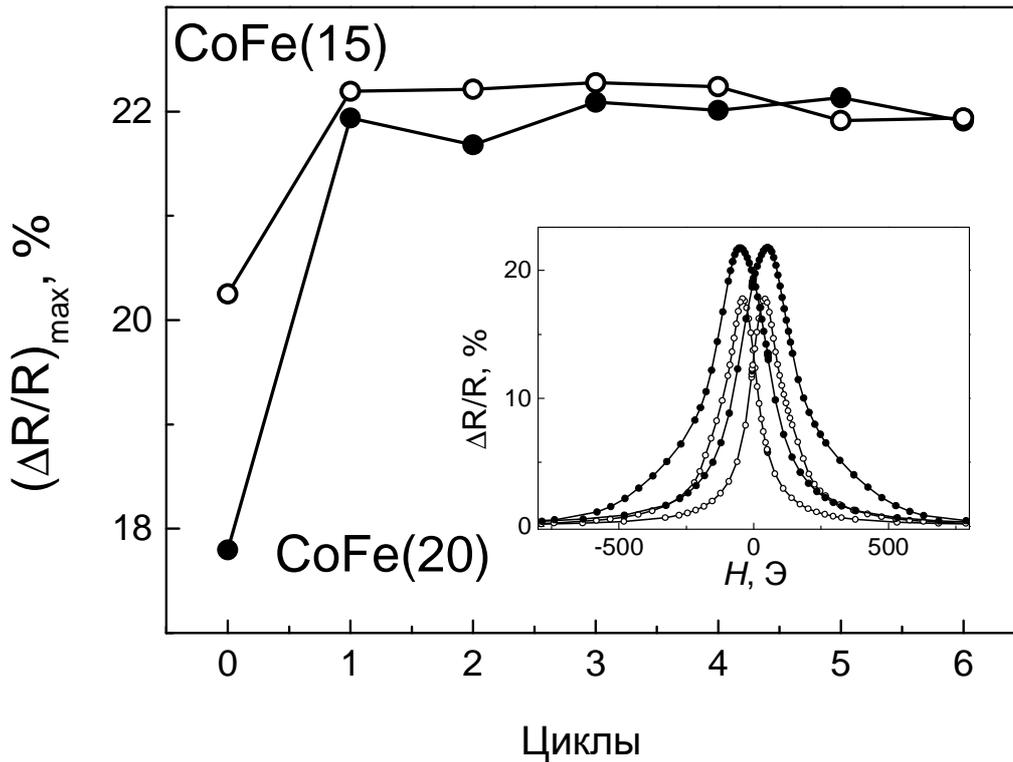


Рисунок 5.5. Зависимости $(\Delta R/R)_{\max}$ от количества циклов отжига при температуре 370°C для образцов стекло//CoFe(t_{CoFe})/[CoFe/Cu] $_8$, толщина буферного слоя $t_{\text{CoFe}} = 15, 20 \text{ \AA}$. На вставке: $\Delta R/R(H)$ до отжига – светлые символы и после отжига при 450°C .

Из данных по зависимостям от температуры отжига найдена максимальная температура отжига $T = 370^\circ\text{C}$, при которой магнитосопротивление сохраняет свою величину. При увеличении времени отжига образцов до шести часов (циклов) при этой температуре величина магнитосопротивления остается такой же, как после отжига в течение одного часа – $(\Delta R/R)_{\max} = 22 \%$. Однако при отжиге при температуре 450°C в одном цикле форма зависимости $\Delta R/R(H)$ изменяется, и увеличиваются поля насыщения, как показано на вставке рисунка 5.5.

Зависимость ширины петли гистерезиса системы от отжига определена из магнитных данных. Петли магнитного гистерезиса для сверхрешёток стекло//CoFe(15)/[CoFe/Cu] $_8$, измеренные до и после отжига длительностью 1 час при температуре 420°C , показаны на рисунке 5.6. Указанные значения намагниченности отнесены к массе ферромагнитного материала. Видно, что после отжига ширина петли увеличилась, а намагниченность насыщения не изменилась. На вставке рисунка показана зависимость коэрцитивной силы (H_C) от температуры отжига. H_C начинает заметно увеличиваться при температурах свыше 370°C , что близко к температуре, при которой M_S начинает уменьшаться, определённой из зависимостей $(\Delta R/R)_{\max}(T_{\text{ан}})$ (рисунок 5.4).

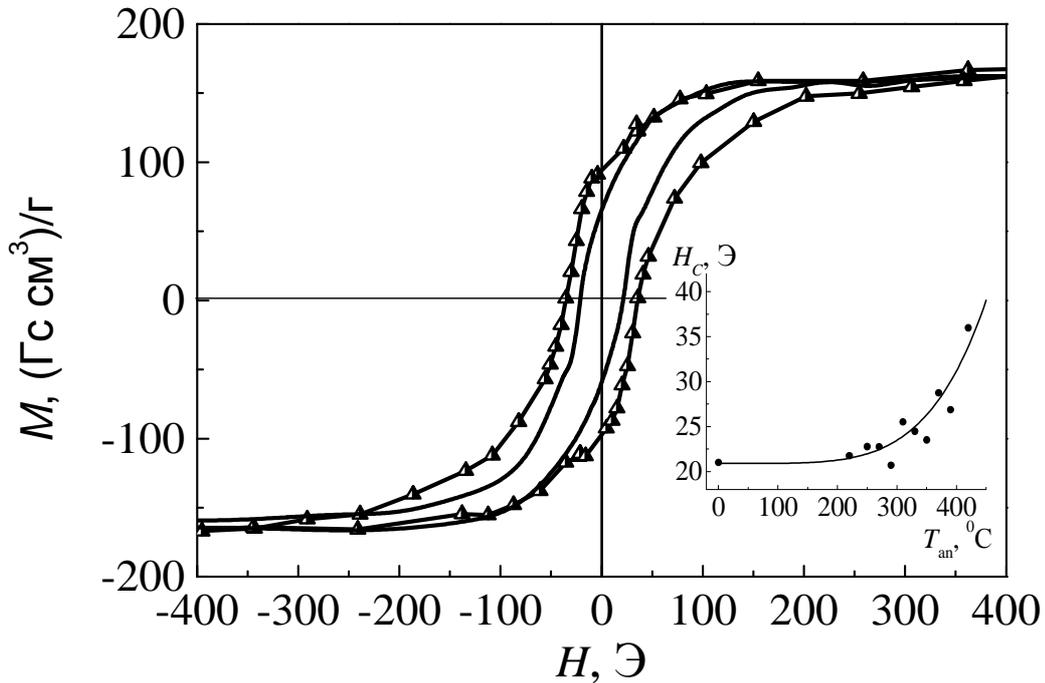


Рисунок 5.6. Петли магнитного гистерезиса для образца: стекло//CoFe(15)/[CoFe/Cu]₈/Ta(10) до отжига (сплошная линия) и после отжига 1 час при 420°C (линия с треугольниками). На вставке – зависимость коэрцитивной силы от температуры отжига.

Исследования изменений микроструктуры слоёв и процессов межслойной диффузии, происходящих при отжиге, были проведены на сверхрешётках с буферным слоем CoFe(15 Å). Вначале процедура отжига продолжительностью 2 часа при 300°C была проведена для серии образцов Al₂O₃//CoFe(15)/[CoFe/Cu]_{*n*}/Ta(10) с разным количеством пар слоёв *n*. На вставке рисунка 5.4 показаны зависимости $(\Delta R/R)_{\max}$ от *n* для сверхрешёток до и после отжига. Для неотожённых образцов видно, что сначала величина МС возрастает с увеличением числа пар слоёв, достигает максимума при *n* = (8–10) и далее уменьшается. Если количество пар слоёв *n* ≥ 10, то после отжига магнитосопротивление увеличивается на (2–2.5) %. Наибольшее изменение $(\Delta R/R)_{\max}$ при отжиге было получено для образца с *n* = 16 с 13 % до 20 %. Поэтому из исходной пластины такой композиции для подробного изучения структурных характеристик сверхрешёток были вырезаны три одинаковых образца.

Первый образец не подвергался термической обработке, второй был отожжен в течение двух часов при 300°C и третий – в течение 1 часа при 420°C. На рисунке 5.7 показаны результаты рентгеновской дифракции, полученные от трех исследованных образцов. На всех дифрактограммах присутствуют два брегговских пика. Самый интенсивный пик относится к

подложке $\text{Al}_2\text{O}_3(10\bar{1}2)$. Менее интенсивный – пик (111) для CoFe и Cu (общий из-за близости параметров ГЦК решётки этих материалов). Отсутствие структурных пиков (200) и (220) для CoFe и Cu, указывает на возможное наличие текстуры $\langle 111 \rangle$.

Для исследования совершенства текстуры был использован метод кривых качания (ω -скан). На вставке рисунка 5.7 показаны кривые качания для CoFe и Cu общего пика (111) от исходной и отожженных сверхрешёток. Ширина на половине высоты кривых качания для не отожженного образца и образцов, отожженных при 300 и 420°C, составляет 14.8°, 14.3° и 11°, соответственно. Уменьшение ширины кривой качания свидетельствует о повышении степени совершенства текстуры $\langle 111 \rangle$ в сверхрешётках под воздействием отжига.

Результаты исследования текстуры и микроструктуры методами просвечивающей электронной микроскопии хорошо согласуются с данными дифрактометрических измерений. На рисунке 5.8 показаны электронограммы, полученные для неотожжённого образца и для образца, отожженного при 300°C (нижняя и верхняя части рисунка, соответственно). В нижней части рисунка присутствуют все разрешенные отражения, и их распределение по интенсивностям соответствует поликристаллической ГЦК структуре с беспорядочно ориентированными кристаллитами. На электронограмме, полученной от отожженного образца (верхняя часть), уменьшение интенсивности кольца (111) и увеличение яркости кольца (220) свидетельствуют о наличии текстуры $\langle 111 \rangle$ с осью, перпендикулярной поверхности подложки. Таким образом, по результатам исследования методами просвечивающей электронной микроскопии, отжиг приводит к повышению степени совершенства текстуры. Важно отметить, что размер кристаллитов при этом не изменяется и составляет 100 – 400 Å.

Структурные исследования показали, что при отжиге повышается степень совершенства текстуры, и, согласно [57], увеличивается шероховатость межслойных границ. Для оценки структурных изменений в следующем пункте проводится определение численных значений эффективных коэффициентов межслойной диффузии, обусловленной термическим отжигом.

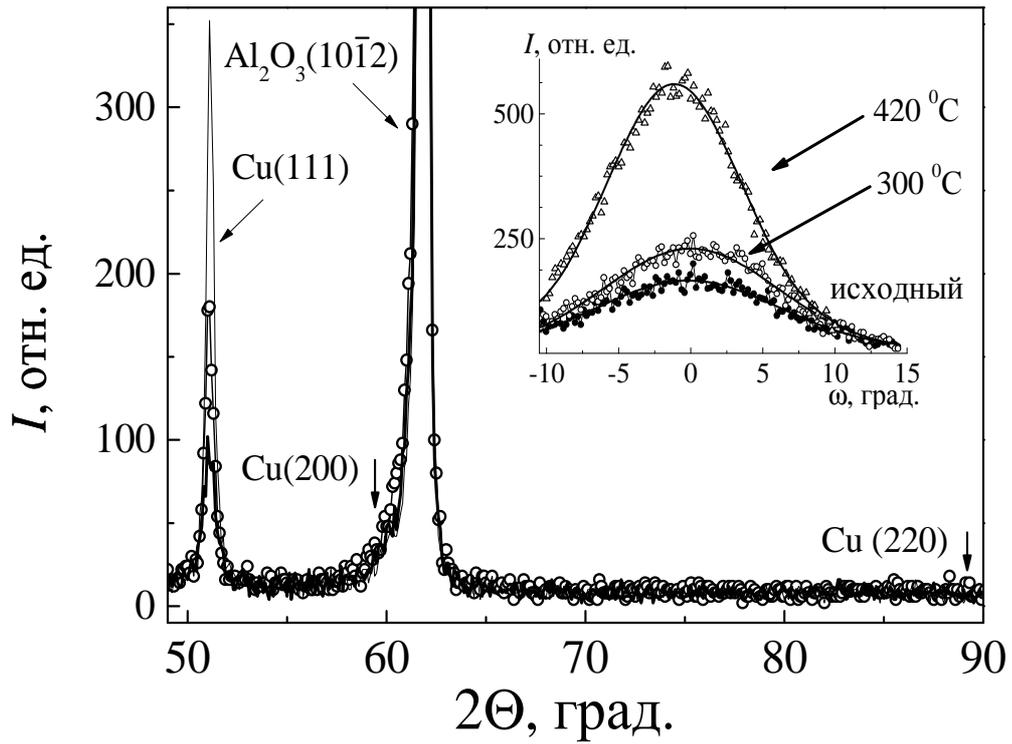


Рисунок 5.7. Результаты рентгеновской дифракции для образцов $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_{16}/\text{Ta}(10)$ до и после отжига в течение 2 часов при 300°C и 1 часа при 420°C . На вставке: соответствующие кривые качания вокруг пика $(111)\text{Cu}$.

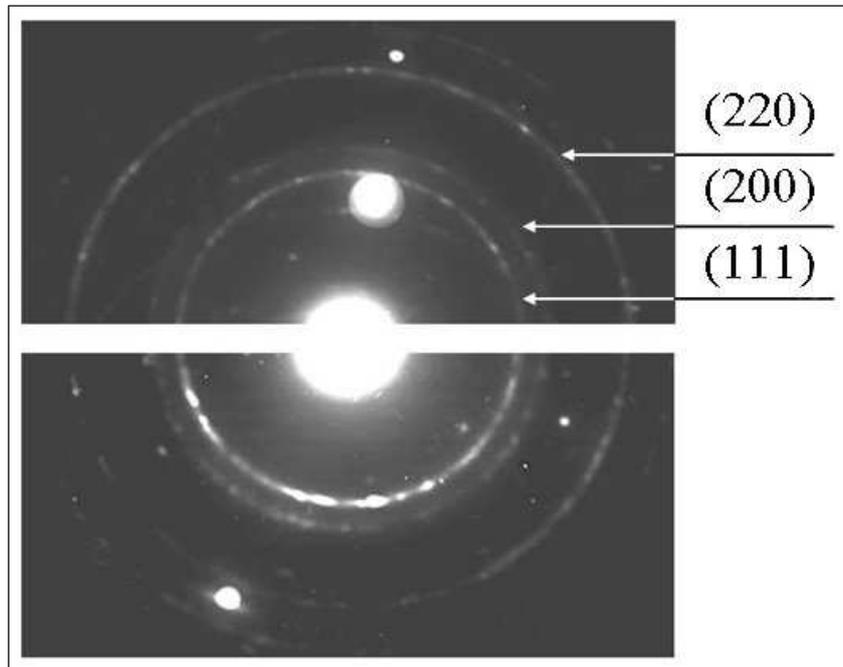


Рисунок 5.8. Электронограммы сверхрешеток $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_{16}/\text{Ta}(10)$ до отжига (нижняя часть) и после отжига 2 часа при 300°C (верхняя часть).

5.3 Межслойная диффузия

Для оценки совершенства межслойных границ и для вычисления коэффициента межслойной диффузии, вызванной отжигом, были проведены рефлектометрические исследования. На рисунке 5.9 показаны результаты для трёх образцов сверхрешётки $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_{16}/\text{Ta}(10)$ без отжига, после отжига в течение 2 часов при 300°C и 1 часа при 420°C . Положение первого брегговского пика не изменяется после отжига, что говорит о сохранении периода сверхструктуры. Используя данные об изменении интенсивности первого брегговского пика в процессе отжига (вставка рисунка 5.9) был вычислен коэффициент межслойной диффузии на основе подхода, разработанного в [72].

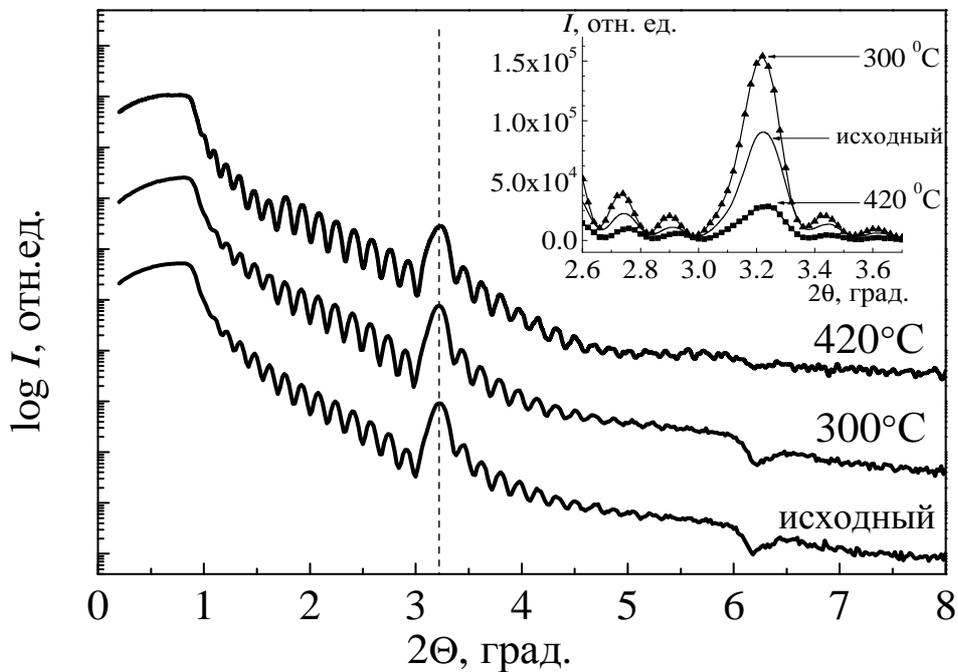


Рисунок 5.9. Рентгеновские рефлектограммы в логарифмической шкале для образцов $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{CoFe}(15)/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_{16}/\text{Ta}(10)$ до и после отжига в течение 2 часов при 300°C и 1 часа при 420°C . На вставке показаны брегговские пики, построенные в линейном представлении интенсивности.

Многослойная система рассматривалась как система с периодически модулированной электронной плотностью. В рамках кинематического приближения было получено выражение для оценки коэффициента межслойной диффузии, обусловленной отжигом:

$$\ln \frac{I}{I_0} = -2Dq^2t$$

здесь $q = 2\pi/\Lambda$, n – целое число, характеризующее порядок брэгговского пика, Λ – длина периода в многослойной системе, D – эффективный коэффициент взаимной диффузии, t – время отжига, I_0 – интенсивность брэгговского пика до отжига, I – интенсивность того же пика после отжига.

Как видно на вставке рисунка 5.9, после отжига сверхрешётки при температуре $T = 300^\circ\text{C}$ интенсивность брэгговского пика на соответствующей рефлектограмме растёт. В результате вычислений получаем $D \approx -1 \cdot 10^{-23} \text{ м}^2/\text{с}$. Отрицательный знак D означает, что границы слоёв становятся более чёткими вследствие расслоения компонентов CoFe и Cu. Эти данные находятся в согласии с небольшим ростом магнитосопротивления, обнаруженным при отжиге образцов (рисунок 5.4). После отжига при температуре $T = 420^\circ\text{C}$ интенсивность брэгговского пика уменьшается. Эффективный коэффициент диффузии увеличивается в несколько раз и становится положительным, равным $5 \cdot 10^{-23} \text{ м}^2/\text{с}$, что говорит о перемешивании компонентов слоёв. Интенсивный диффузионный процесс приводит к резкому уменьшению $(\Delta R/R)_{\text{max}}$. Вычисленные значения D близки к данным работы [71]. Авторы работы указывают на преобладание механизма диффузии по границам зерен CoFe/Cu для температур отжига ниже 540°C .

Выводы по главе 5

Определены интервалы температурной стабильности магниторезистивных характеристик сверхрешёток $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ с использованием отжига длительностью в один час, проведённого при различных температурах. Установлено, что оптимальные параметры отжига (температура и длительность), которые позволяют увеличить магнитосопротивление сверхрешётки, зависят от толщины и материала буферного слоя.

Для сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с тонким буферным слоем Cr ($t_{\text{Cr}} < 15 \text{ \AA}$) использованные режимы отжига приводят к уменьшению магнитосопротивления и увеличению гистерезиса. Для сверхрешёток с толщинами буферного слоя $t_{\text{Cr}} \geq 20 \text{ \AA}$, соответствующими высококоэрцитивному состоянию, отжиг при температурах $330 - 350^\circ\text{C}$ в течение одного часа приводит к уменьшению гистерезиса и увеличению магнитосопротивления.

Наибольшей температурной стабильностью из исследованных серий образцов обладают сверхрешётки с толщинами буферного слоя хрома $t_{\text{Cr}} \geq 20 \text{ \AA}$, для которых уменьшение магнитосопротивления не наблюдается при температурах отжига вплоть до 420°C .

Отжиг сверхрешёток с различными толщинами буферного слоя CoFe позволяет увеличить МС при неизменном гистерезисе. Однако существует критическая температура, при превышении которой результатом отжига будет уменьшение магнитосопротивления и увеличение ширины петли гистерезиса. Величина критической температуры отжига зависит от толщины буферного слоя и материала подложки. При сравнительно низких температурах отжига процессы диффузии приводят к улучшению качества межслойных границ и увеличению магнитосопротивления. Далее при достижении критической температуры отжига, по-видимому, происходит изменение знака коэффициента диффузии. При высоких температурах отжига наблюдается уменьшение МС и увеличение коэрцитивной силы. Целесообразно проводить отжиг в течение одного цикла.

Глава 5 содержит экспериментальные результаты работы [А4].

Глава 6 Сверхрешётки NiFeCo/Cu с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом

Исследуются микроструктура и магниторезистивные характеристики обладающих гигантским магниторезистивным эффектом сверхрешёток $[\text{NiFeCo/Cu}]_8$ в зависимости от толщины используемого буферного слоя. Обсуждаются причины возникновения сильного или слабого гистерезиса в таких наноструктурах. Предлагается метод уменьшения гистерезиса магнитосопротивления для сверхрешёток путем использования составного буферного слоя.

6.1 Постановка задачи и описание объектов исследования

Для повышения магниторезистивной чувствительности и уменьшения гистерезиса в сверхрешётках используют ферромагнитные сплавы NiFeCo, характеризующиеся близкой к нулю магнитострикцией и малой магнитной анизотропией [51, 52].

Как было показано в главе 4, улучшение функциональных характеристик сверхрешётки и формирование более совершенной структуры достигается выбором материала и подбором толщины буферного слоя. При выборе буферного слоя из сплава NiFeCr для сверхрешёток формируется острая аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ и улучшаются магниторезистивные характеристики. Основные литературные данные для сверхрешёток NiFeCo/Cu представлены в главе 1 п. 1.4. При изучении литературных данных выяснилось, что в публикациях отсутствует информация об использовании в качестве буферного слоя сплава NiFeCr для сверхрешёток NiFeCo/Cu.

В данной главе исследована корреляция между микроструктурой и магниторезистивными характеристиками сверхрешёток $[\text{NiFeCo/Cu}]_8$ в зависимости от толщины буферного слоя $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$. Предложен способ значительного ослабления гистерезиса и повышения магниторезистивной чувствительности сверхрешёток посредством использования составного буферного слоя Ta/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$.

Для проведения экспериментов использовались три серии образцов на подложках Si/SiO₂.

1. Сверхрешётки $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}(t_{\text{NiFeCr}})/[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Ta}(50)$ с переменной толщиной буферного слоя $t_{\text{NiFeCr}} = 50 - 100 \text{ \AA}$;
2. Сверхрешётки с составным буферным слоем и переменной толщиной слоя $t_{\text{NiFeCr}} = 70 - 110 \text{ \AA}$ композиции Ta(50)/ $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}(t_{\text{NiFeCr}})/[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Ta}(50)$;
3. Сверхрешётки NiFeCr(70)/ $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Ta}(50)$ и с составным буферным слоем Ta(40)/NiFeCr(70)/ $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Ta}(50)$.

Далее для краткости обозначим функциональную часть сверхрешётки $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8 = [\text{NiFeCo}/\text{Cu}]_8$. Как и в главе 4, буферный слой обозначим $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40} = \text{NiFeCr}$. Толщины слоёв указаны в круглых скобках после символа химического элемента в ангстремах.

6.2 Влияние толщины буферного слоя NiFeCr

6.2.1 Магниторезистивные свойства

Определим для данного типа сверхрешёток исследуемые характеристики. На рисунке 6.1 показана полевая зависимость магнитосопротивления для образца $\text{NiFeCr}(100)/[\text{NiFeCo}/\text{Cu}]_8$ и обозначены функциональные характеристики такие, как максимальное магнитосопротивление $(\Delta R/R)_{max}$ (ГМР-эффект) и величина ΔH , выбранная для описания гистерезиса перемагничивания и равная ширине петли гистерезиса магнитосопротивления на полувысоте (см. рисунок 6.1). Для сверхрешётки с буферным слоем NiFeCr(100) эти величины равны $(\Delta R/R)_{max} = 14.8\%$, $\Delta H = 58$ Э. Если использовать определение для характеристики для гистерезиса магнитосопротивления из глав 4 и 5, то получится величина в 15 Э.

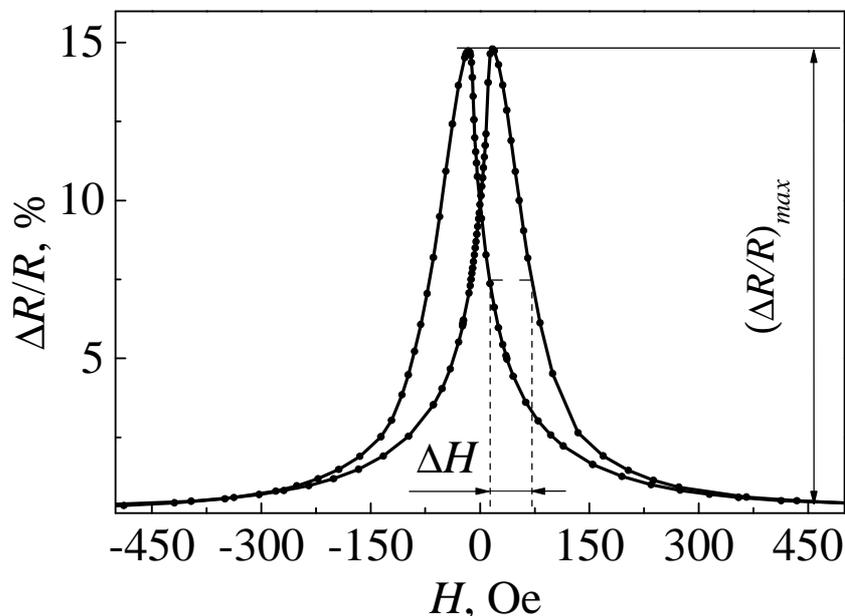


Рисунок 6.1. Полевая зависимость магнитосопротивления для сверхрешётки $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}(100)/[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8/\text{Ta}(50)$.

В микроэлектронике для синтеза магниточувствительных плёночных материалов используются подложки из монокристаллического кремния, покрытые слоем SiO_2 или Si_3N_4

толщиной 0.3–0.6 мкм, которые имеют шероховатость поверхности 6–12 Å. При напылении структуры на кремниевые подложки для получения воспроизводимых результатов применяются толстые буферные слои. Нужная толщина определяется экспериментально.

Из полевых зависимостей $\Delta R/R$, измеренных при комнатной температуре для сверхрешёток Si/SiO₂/NiFeCr(t_{NiFeCr})/[NiFeCo/Cu]₈ с толщинами t_{NiFeCr} из интервала 55–110 Å определены зависимости величин $(\Delta R/R)_{\text{max}}$ и ΔH , показанные на рисунке 6.2.

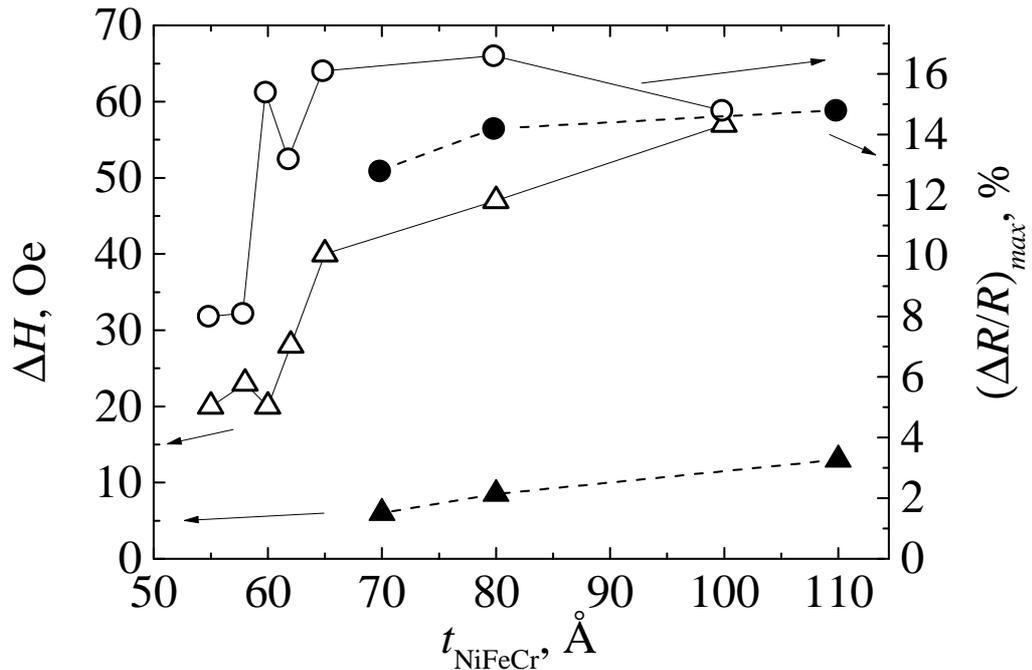


Рисунок 6.2. Зависимость максимального магнитосопротивления (кружки) и ΔH (треугольники) от t_{NiFeCr} в сверхрешётках [Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15)/Cu(23)]₈/Ta(50) с буферным слоем NiFeCr(t_{NiFeCr}) (светлые символы) и Ta(50)/NiFeCr(t_{NiFeCr}) (темные символы).

Воспроизводимые значения максимального магнитосопротивления в 14–16 % получены для структур с буферным слоем толщиной $t_{\text{NiFeCr}} \geq 65$ Å. Использование буферных слоёв NiFeCr с толщинами ниже этого значения приводило к нестабильности величины максимального магнитосопротивления и, при дальнейшем уменьшении толщины NiFeCr, к уменьшению ГМР-эффекта. Данные по рентгеновской рефлектометрии показывают, что уменьшение толщины буферного слоя приводит к снижению качества слоистой структуры из-за сильного влияния шероховатости подложек.

При $t_{\text{NiFeCr}} = 60$ Å реализуется оптимальное для магниточувствительного материала сочетание слабого гистерезиса и высокого ГМР-эффекта. Однако, как видно из рисунка 6.2, отклонение на несколько ангстрем от $t_{\text{NiFeCr}} = 60$ Å в сторону уменьшения толщины приводит к

снижению магнитосопротивления почти в два раза, а в сторону увеличения толщины – к резкому возрастанию ΔH .

При малых толщинах буферного слоя, $t_{\text{NiFeCr}} \leq 60 \text{ \AA}$, формируются сверхрешётки со слабым гистерезисом, а при больших, $t_{\text{NiFeCr}} \geq 65 \text{ \AA}$, – с сильным. Важно отметить, что двукратное увеличение ΔH происходит при малом (на 5 \AA) изменении толщины буферного слоя в сторону увеличения толщины. Далее будем относить область $t_{\text{NiFeCr}} \leq 60 \text{ \AA}$ к «тонким» буферным слоям, а область толщин $t_{\text{NiFeCr}} \geq 65 \text{ \AA}$ – к «толстым».

Обнаружено резкое изменение магниторезистивных свойств и величины ΔH , характеризующей гистерезис магнитосопротивления, сверхрешёток $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ при увеличении толщины буферного слоя NiFeCr. Причины изменения ΔH были выяснены при проведении структурных исследований.

6.2.2 Структурные свойства

Дифрактограмма, типичная для образцов, как с толстым, так и с тонким буферным слоем показана на рисунке 6.3. Помимо дифракционного пика от монокристаллической кремниевой подложки, имеются два структурных пика от плёнки – результат дифракции первого и второго порядка от семейства плоскостей (111) ГЦК структуры. Эти пики являются общими для Cu и NiFeCo из-за близости параметров их кристаллической структуры. Отсутствие остальных структурных пиков ГЦК-решётки может быть следствием того, что в пленках сформировалась текстура $\langle 111 \rangle$. Оценка степени совершенства текстуры проведена по методу кривых качания [63].

На вставке рисунка 6.3 показаны кривые качания (ω -скан) вокруг пика (111) для структур, приготовленных на тонком и толстом буферном слое. В случае сверхрешёток с тонкими буферными слоями, $t_{\text{NiFeCr}} \leq 60 \text{ \AA}$, форма кривой качания соответствует аксиальной текстуре с осью $\langle 111 \rangle$, перпендикулярной плоскости плёнки. Менее совершенная текстура $\langle 111 \rangle$ формируется при напылении сверхрешётки на толстый буферный слой, $t_{\text{NiFeCr}} \geq 65 \text{ \AA}$. Два максимума на кривой качания, предположительно, являются следствием появления конической текстуры, когда направления $\langle 111 \rangle$ в кристаллитах отклонены от нормали к пленке на некоторый угол и суммарно образуют коническую поверхность.

Текстурные исследования позволяют предположить, что ухудшение характеристики гистерезиса сверхрешёток связано со снижением совершенства аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$, которое происходит при увеличении толщины буферного слоя NiFeCr.

Аналогичная корреляция между совершенством текстуры $\langle 111 \rangle$ и гистерезисом магнитосопротивления была выявлена для сверхрешёток NiFeCr/[CoFe/Cu]₈ в главе 4.

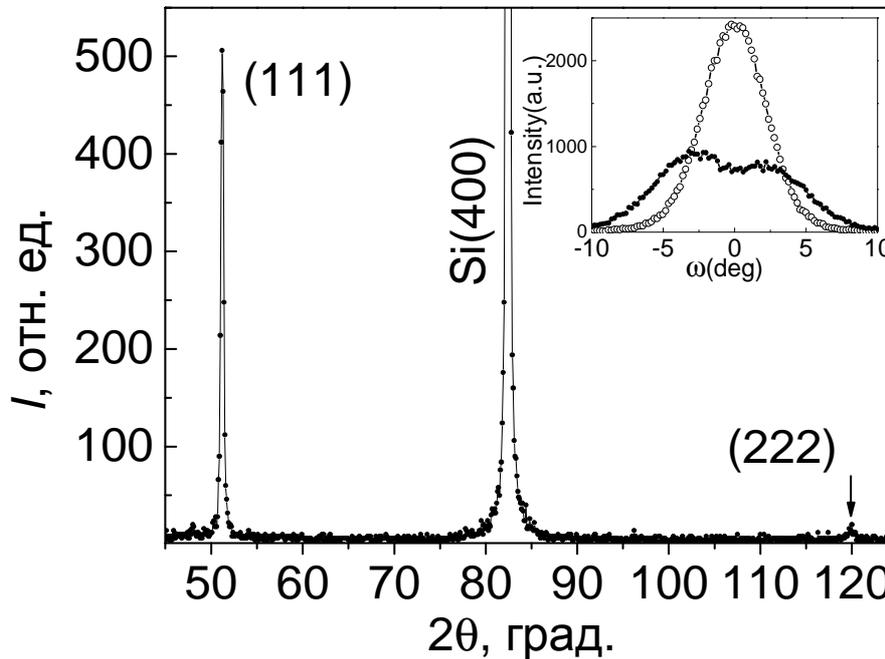


Рисунок 6.3. Дифрактограмма, полученная от сверхрешётки NiFeCr(100)/[Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15)/Cu(23)]₈/Ta(50). На вставке показаны ω -сканы для пика (111), полученные для данного образца (тёмные символы) и для образца с буферным слоем NiFeCr(60) (светлые символы).

Для визуализации изменения свойств текстуры в образцах и определения шероховатости поверхности получены АСМ-изображения сверхрешёток.

На рисунке 6.4 показаны изображения поверхностей сверхрешёток, приготовленных на тонком и толстом буферном слое, и соответствующие кривые качания. В случае тонкого буферного слоя (рисунке 6.4а) поверхность плёнки выглядит так, как будто она образована верхушками столбчатых кристаллитов, перпендикулярных к поверхности подложки. Отметим, что в данном образце была обнаружена аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ с осью, нормальной к поверхности подложки. Тогда, по-видимому, направление столбчатого роста кристаллитов совпадает с направлением $[111]$ и перпендикулярно подложке.

В случае толстого буферного слоя (рисунке 6.4b) поверхность выглядит так, как будто столбчатые кристаллиты отклонены от нормали к подложке, образуя на поверхности гребни и впадины и объединяясь в крупные конгломераты. Обнаруженная в данном образце коническая

текстура $\langle 111 \rangle$ подразумевает, что направление $[111]$ в монокристаллических зернах поликристаллической плёнки отклонено от нормали к поверхности плёнки на некоторый угол.

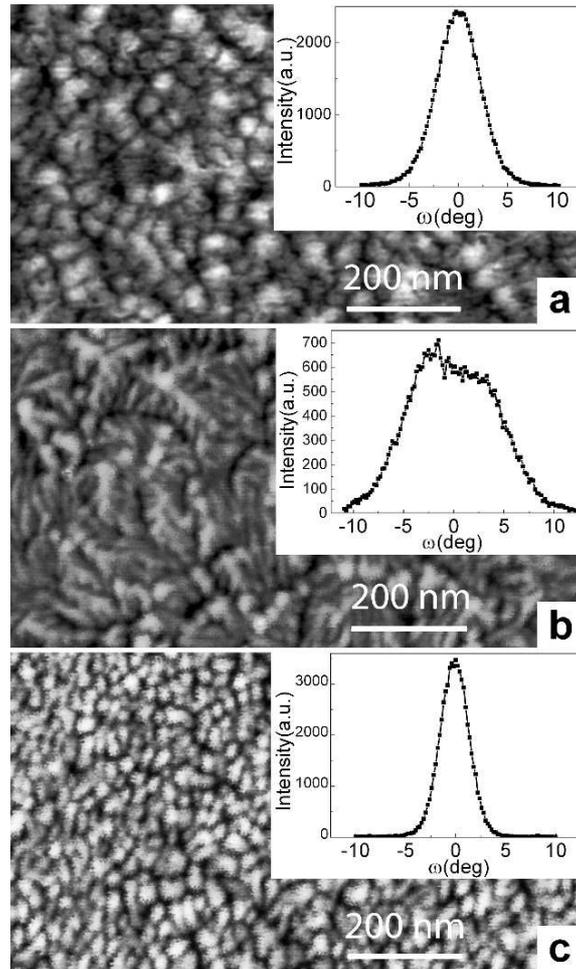


Рисунок 6.4. АСМ-изображения морфологии поверхности сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr(60) – (a); NiFeCr(80) – (b); Ta(50)/NiFeCr(80) – (c). На вставках показаны соответствующие кривые качания (ω -скан) вокруг пика (111).

Можно предположить, что видимая на АСМ-изображениях поверхность образована кристаллитами, направление столбчатого роста в которых совпадает с кристаллографическим направлением $[111]$ и отклонено от нормали к поверхности подложки.

Для образца с составным буферным слоем (рисунок 6.4с), о котором речь пойдет далее, поверхность, образованная кристаллитами, по виду похожа на поверхность, изображенную на рисунке 6.4а для образца с тонким буферным слоем NiFeCr, только размер зерен стал меньше.

Несмотря на описанные изменения морфологии поверхностей для данных образцов (рисунок 6.4а, b, c) шероховатости поверхности, полученные из обработки этих АСМ-изображений, оказались равны $RMS = 5.1 \text{ \AA}$, 4.8 \AA , 4.9 \AA , соответственно.

6.3 Влияние составного буферного слоя

Как показано в работе [73], использование Ta в качестве буферного слоя при магнетронном напылении плёнок $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ приводит к формированию текстуры $\langle 111 \rangle$ и уменьшению гистерезиса. С той же целью при напылении спин-вентильных структур используется буферный слой Ta [74]. В случае сверхрешёток использование буферным слоем только Ta приводит к существенному уменьшению ГМР-эффекта [7]. Исходя из литературных данных, было решено использовать составной буферный слой композиции Ta/NiFeCr.

Как было показано выше, буферный слой NiFeCr, толщиной $t_{\text{NiFeCr}} \geq 65 \text{ \AA}$ приводит к формированию сверхрешёток с высоким ГМР-эффектом и с сильным гистерезисом, обусловленным несовершенством текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки. Отличается и форма полевых зависимостей магнитосопротивления для сверхрешёток, приготовленных на тонком или толстом буферных слоях NiFeCr. На рисунке 6.5 они отмечены светлыми и тёмными символами, соответственно. Видно, что при большой толщине буферного слоя величина магнитосопротивления выше, однако при этом ширина петли гистерезиса существенно возрастает с 20 до 47 Э.

Для повышения степени совершенства текстуры при сохранении большой толщины буферного слоя в его состав был добавлен подслой тантала. На рисунке 6.2 тёмными символами показаны зависимости ГМР-эффекта и величины ΔH от t_{NiFeCr} в составном буферном слое Ta(50)/NiFeCr. Видно, что использование подслоя Ta приводит к уменьшению ширины петли гистерезиса магнитосопротивления больше, чем в 5 раз при незначительном снижении величины ГМР-эффекта.

На рисунке 6.5 линией показана полевая зависимость магнитосопротивления, полученная для сверхрешётки с составным буферным слоем Ta(50)/NiFeCr(80). Поле при измерении направлено вдоль оси лёгкого намагничивания, то есть так же, как было направлено при напылении сверхрешётки поле \mathbf{H}_{sp} . В малых полях (менее 10 Э) обнаружены отклонения от линейного хода зависимости $\Delta R/R_s(H)$. Предположительно, причина появления этих искажений состоит в следующем. При магнетронном напылении обменно-связанных структур в магнитном поле условия формирования наведённой анизотропии в нижнем и в последующих ферромагнитных слоях различаются [75].

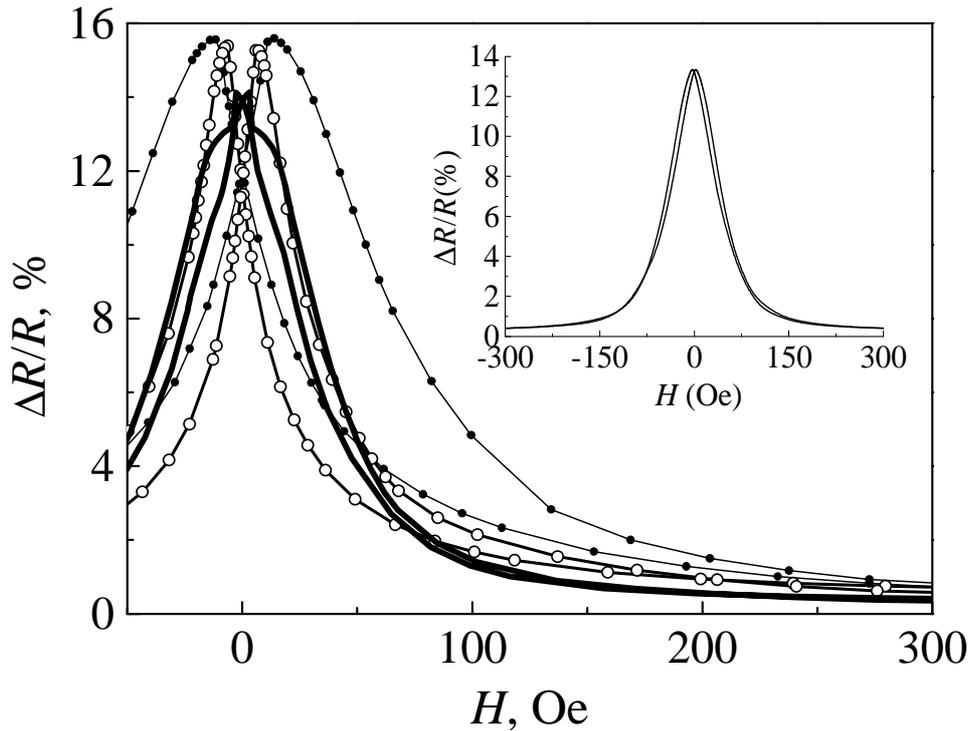


Рисунок 6.5. Полевые зависимости магнитосопротивления для сверхрешёток $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8$, измеренные при приложении магнитного поля вдоль оси легкого намагничивания, с буферным слоем NiFeCr(60) (светлые символы), NiFeCr(80) (тёмные символы) и Ta(50)/NiFeCr(80) (линия). На вставке – полевая зависимость магнитосопротивления для образца с буферным слоем Ta(50)/NiFeCr(80), измеренная в магнитном поле, приложенном вдоль оси трудного намагничивания.

Если предположить, что формирующаяся ось лёгкого намагничивания в напыляемом слое совпадает не с направлением приложенного поля \mathbf{H}_{sp} , а с направлением намагниченности этого слоя в момент его напыления, то во всех слоях, кроме нижнего, направления намагниченности и, следовательно, осей легкого намагничивания могут быть отклонены от \mathbf{H}_{sp} из-за косвенного обменного взаимодействия между ферромагнитными слоями через немагнитную прослойку. Вероятно, такая ориентация осей лёгкого намагничивания отдельных слоёв по отношению к \mathbf{H}_{sp} может формироваться, если величина \mathbf{H}_{sp} меньше, чем поле насыщения для данной структуры. Тогда механизмы перемагничивания отдельных слоёв могут быть разными в зависимости от того, параллельна ось лёгкого намагничивания данного слоя магнитному полю, приложенному при перемагничивании, или отклонена от него. Данное предположение объясняет наблюдаемые в области малых полей особенности на магниторезистивной кривой. Детальное исследование физических механизмов и закономерностей формирования наведенной анизотропии в обменно-

связанных сверхрешётках при магнетронном напылении в магнитном поле требует проведения дополнительных экспериментов.

В нашем случае $H_{sp} = 80$ Э, поле насыщения $H_s > 100$ Э и при малой ширине петли гистерезиса ($\Delta H = 8.5$ Э) искажения формы магниторезистивной кривой в малых полях особенно заметны. Если магнитное поле при измерении направить вдоль оси трудного намагничивания, то есть перпендикулярно \mathbf{H}_{sp} , то особенности на магниторезистивной кривой в малых полях исчезают. На вставке рисунка 6.5 показана зависимость $\Delta R/R(H)$, измеренная при приложении поля вдоль оси трудного намагничивания. Важно отметить, что помимо уменьшения гистерезиса, использование подслоя Ta приводит к уменьшению полей магнитного насыщения и, следовательно, к увеличению магниторезистивной чувствительности, составляющей 0.23 и 0.17 %/Э вдоль осей легкого и трудного намагничивания, соответственно.

Для ответа на вопрос почему добавление подслоя Ta к буферному слою NiFeCr приводит к резкому повышению степени совершенства текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях и существенному улучшению величины, характеризующей гистерезис, была исследована микроструктура сверхрешёток методами просвечивающей электронной микроскопии.

На рисунках 6.6a и 6.6b показаны типичные электронограммы, полученные для сверхрешёток с буферным слоем NiFeCr(65) и Ta(50)/NiFeCr(80), соответственно. Первое кольцо вокруг центрального пятна на обеих электронограммах получено от плоскостей (110) ОЦК решётки Ta, имеющегося в защитном слое у одного образца и в защитном и буферном слое – у другого. На всех электронограммах рефлексы, полученные от слоёв Ta, кольцевые, следовательно, эти слои имеют поликристаллическую структуру с малым размером беспорядочно ориентированных кристаллитов.

По результатам магниторезистивных и дифрактометрических измерений (см. рисунки 6.2, 6.5), образец с буферным слоем NiFeCr(65) обладает большой величиной ΔH и широкой кривой качания с двумя максимумами.

Полученная от данного образца электронограмма с рефлексами в виде пятен, характерна для блочных монокристаллов с угловой разориентацией блоков приблизительно 5° . Более яркие рефлексы, образующие сетку из больших равносторонних треугольников (рисунок 6a), получены от сверхрешётки $[\text{NiFeCo}(15)/\text{Cu}(23)]_8$. На рисунке эти рефлексы выборочно отмечены квадратными рамками. Их расположение на электронограмме совпадает со стандартной сеткой, изображающей обратную решетку ГЦК кристалла, ориентированного так, что направление $[111]$ параллельно электронному лучу. Такая ориентация кристаллитов характерна для текстуры $\langle 111 \rangle$ с осью, перпендикулярной к плоскости плёнки.

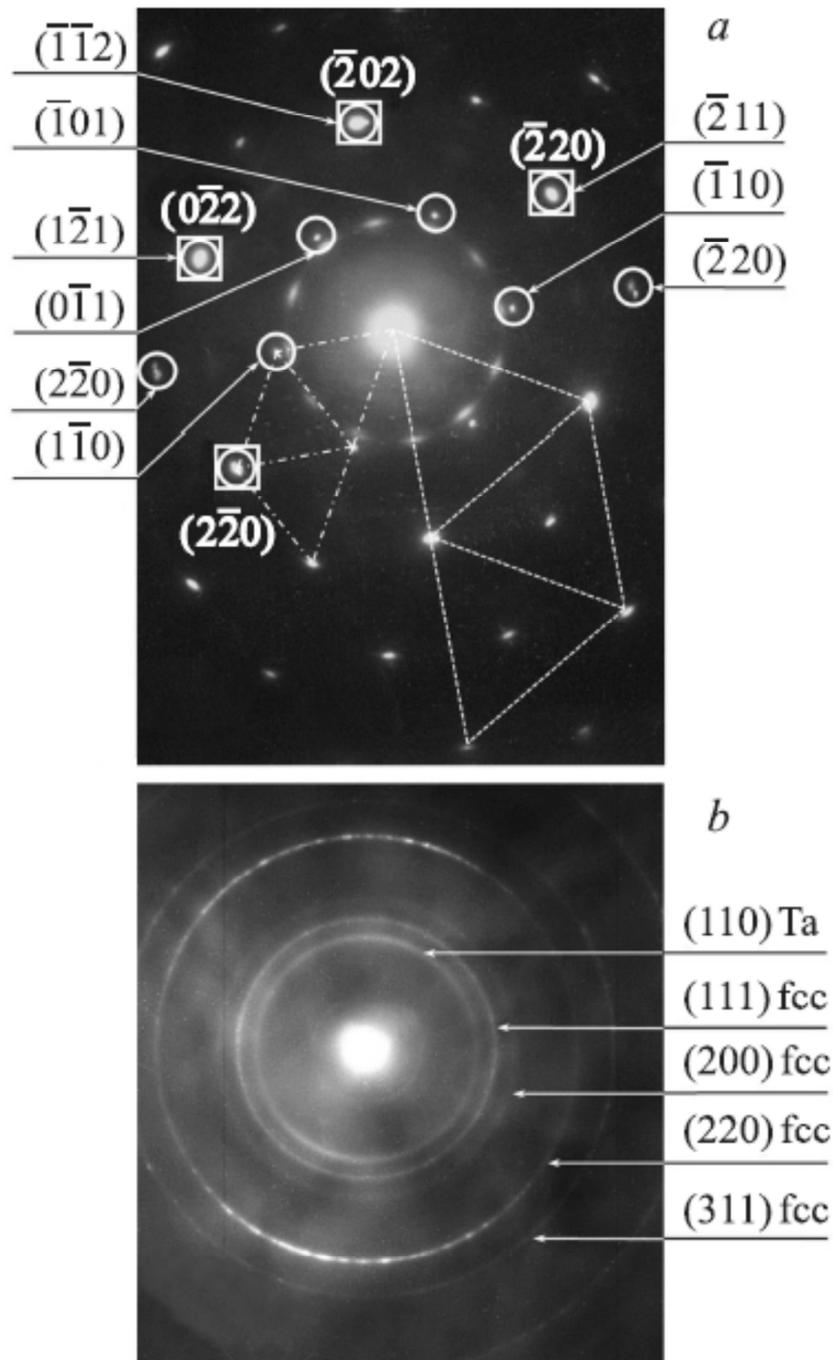


Рисунок 6.6. Электронограммы, полученные для сверхрешёток $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ с буферным слоем NiFeCr(65) – (a) и Ta(50)/NiFeCr(80) – (b).

Яркость рефлексов, полученных от семейства плоскостей (220) не одинакова, в частности, рефлексы $(2\bar{2}0)$ и $(\bar{2}20)$ слабее остальных рефлексов от данного семейства плоскостей. Такое различие в яркости может быть следствием малого отклонения направления $[111]$ в данном кристаллите от нормали к плоскости плёнки, обусловленного выявленной для данного образца конической текстурой $\langle 111 \rangle$. Кроме отражений, полученных от сверхрешётки $[\text{NiFeCo}(15)/\text{Cu}(23)]_8$, на электронограмме имеются более слабые рефлексы, выборочно

отмеченные кружками. Их расположение описывается равносторонними треугольниками меньшего размера и совпадает со стандартной сеткой, соответствующей изображению обратной решётки ОЦК кристалла, в котором направление [111] нормально к плоскости плёнки. Данный набор рефлексов получен от буферного слоя NiFeCr(65), который имеет ОЦК структуру с параметром кристаллической решётки $a = 2.92 \text{ \AA}$. Значение параметра решётки было подтверждено дифрактометрическими измерениями, проведенными на специально напыленной пленке NiFeCr толщиной 1200 \AA . Взаимное расположение рефлексов, полученных от ОЦК и ГЦК структур, позволяет сделать вывод о том, что данные две решётки развернуты друг относительно друга в плоскости плёнки на угол 30° вокруг направления [111].

Для сверхрешётки, приготовленной на составном буферном слое Ta/NiFeCr, были получены электронограммы в виде колец (рисунок 6.6b). Это свидетельствует о меньшем размере кристаллитов, чем для предыдущего образца с NiFeCr(65). На электронограмме имеется полный набор колец, соответствующих ГЦК структуре, и отсутствуют рефлексы (200) и (211), которые относились бы к ОЦК структуре NiFeCr. Эти кольца являются общими для NiFeCr и NiFeCo/Cu, что возможно при одинаковой симметрии и близости параметров решётки данных материалов. Можно предположить, что при использовании подслоя Ta в буферном слое в сплаве NiFeCr формируется не ОЦК, а ГЦК структура с параметром кристаллической решётки $a = 3.58 \text{ \AA}$. Кольцо (220) является самым ярким, что свидетельствует о наличии аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$, ось которой перпендикулярна плоскости плёнки.

На рисунке 6.7 показаны светлопольные изображения микроструктуры образцов, приготовленных на буферных слоях NiFeCr и Ta/NiFeCr. Видно, что добавление подслоя Ta приводит к уменьшению латеральных размеров кристаллитов в образце и единообразию их формы. По проведенным оценкам диаметр зёрен составляет $400\text{--}500 \text{ \AA}$, что совпадает с размером неровностей на АСМ-изображениях морфологии поверхности данного образца (рисунке 6.5c).

Таким образом, повышение совершенства текстуры в сверхрешётках, наблюдаемое при добавлении подслоя Ta к буферному слою, обусловлено тем, что при этом происходит принципиальное изменение микроструктуры в слое NiFeCr. А именно, в нём вместо ОЦК формируется ГЦК структура, которая, по-видимому, способствует формированию совершенной текстуры $\langle 111 \rangle$ в последующих слоях сверхрешётки и росту столбчатых монокристаллических зёрен с малым разбросом размеров и формы.

Во всех сверхрешётках с составным буферным слоем было обнаружено существенное снижение гистерезиса.

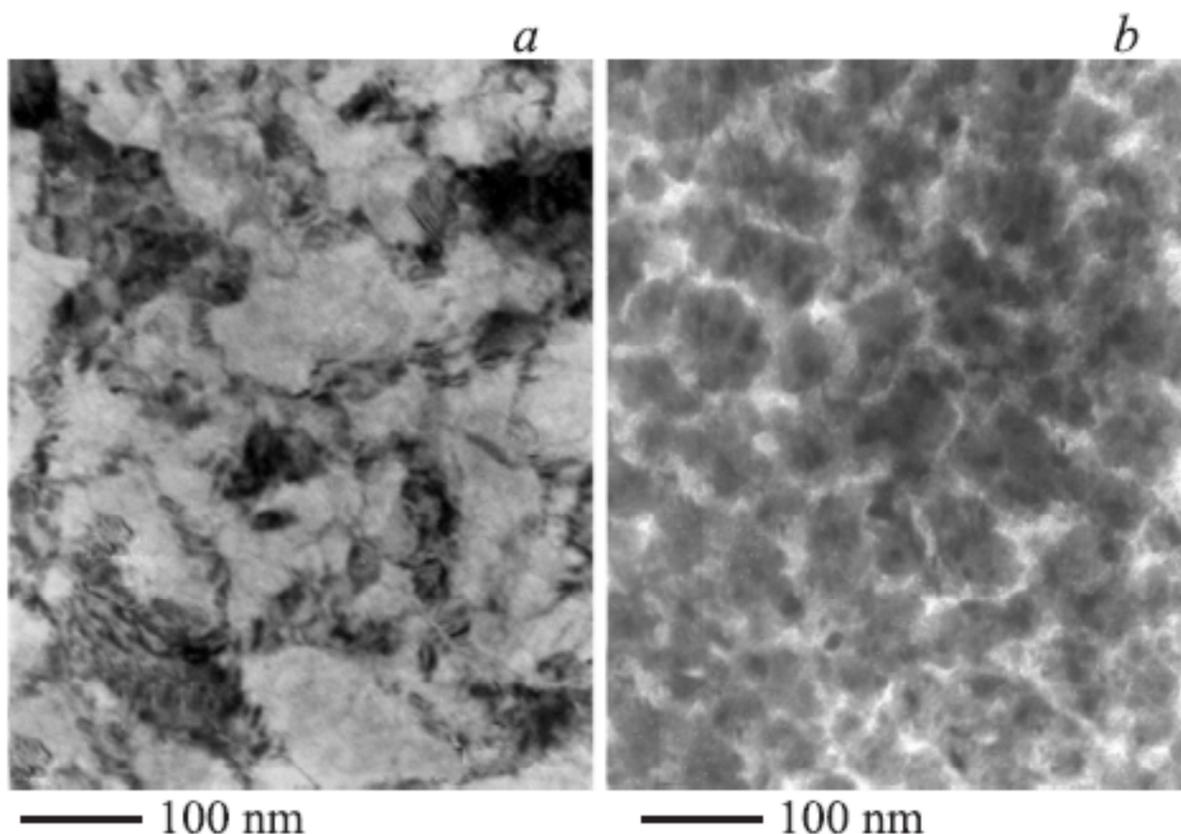


Рисунок 6.7. Светлопольные изображения микроструктуры, полученные для сверхрешёток $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ с буферным слоем $\text{NiFeCr}(65)$ – (слева) и $\text{Ta}(50)/\text{NiFeCr}(80)$ – (справа).

6.4 Магнитосопротивление сверхрешёток $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}$

Как было показано выше, добавление подслоя Ta к буферному слою NiFeCr позволяет улучшить магниторезистивные характеристики напылённой на нём сверхрешётки $[\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}(15)/\text{Cu}(23)]_8$. Для проверки применимости к другим системам аналогичный подход был использован для сверхрешёток на основе сплава $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$ с другим процентным содержанием ферромагнитных металлов.

На рисунке 6.8 показаны полевые зависимости магнитосопротивления для сверхрешёток $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}(15)/\text{Cu}(23)]_8$, приготовленных с использованием буферного слоя $\text{NiFeCr}(70)$ и $\text{Ta}(40)/\text{NiFeCr}(70)$. Видно, что и в этом случае использование подслоя Ta приводит к уменьшению ширины петли гистерезиса магнитосопротивления и снижению полей магнитного насыщения сверхрешётки. Магниторезистивная кривая, полученная для образца с буферным слоем $\text{Ta}(40)/\text{NiFeCr}(70)$, имеет следующие функциональные характеристики: $(\Delta R/R)_{\max} = 12.5\%$, $\Delta H = 9$ Э и максимальную магниторезистивную чувствительность $0.3\%/Э$ в полях до 25 Э.

Такие сверхрешётки, приготовленные на подложках из покрытого оксидным слоем кремния, являются удобным для практических приложений магниточувствительным материалом, сочетающим высокий ГМР-эффект и слабый гистерезис.

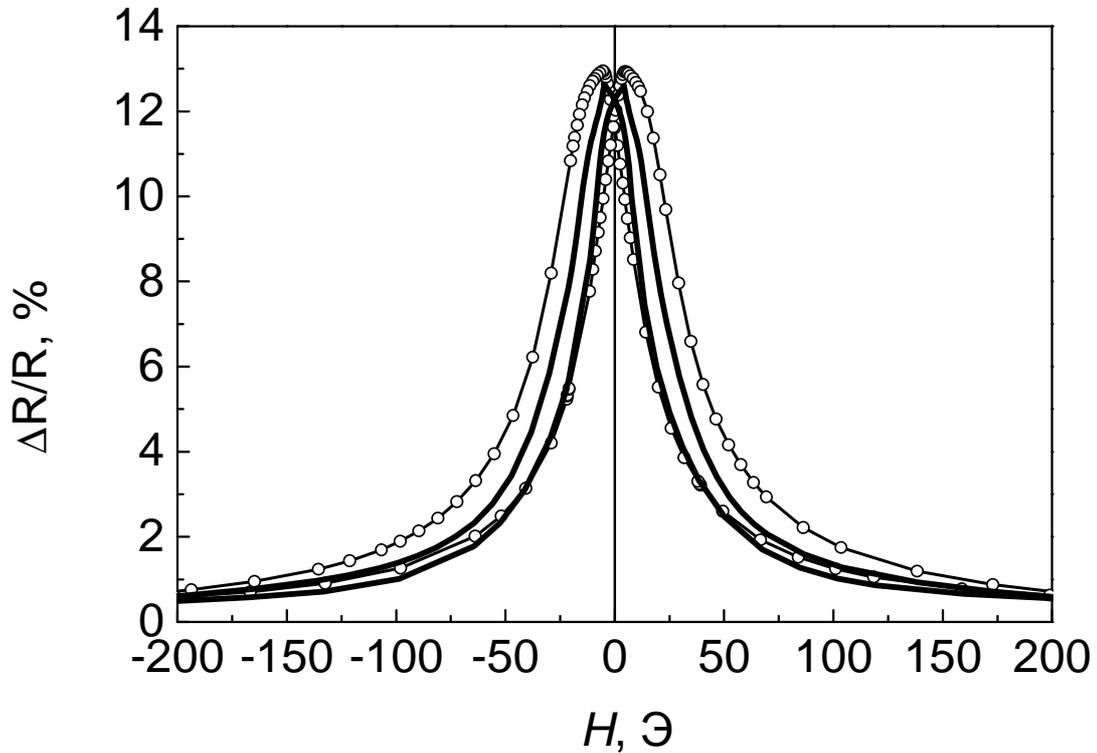


Рисунок 6.8. Полевые зависимости магнитосопротивления, полученные для сверхрешёток $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}(15)/\text{Cu}(23)]_8$ с буферным слоем $\text{NiFeCr}(70)$ – (светлые символы) и $\text{Ta}(40)/\text{NiFeCr}(70)$ – (линия).

Выводы по главе 6

При магнетронном напылении сверхрешёток NiFeCo/Cu на покрытые оксидным слоем кремниевые пластины, используемые в микроэлектронике, увеличение толщины буферного слоя NiFeCr , необходимое для получения стабильно высокого ГМР-эффекта, приводит к ухудшению величины, характеризующей гистерезис, сверхрешёток. Показано, что причиной этого является формирование ОЦК-структуры в буферном слое и деградация текстуры $\langle 111 \rangle$ в последующих слоях сверхрешётки с ГЦК-структурой.

Предложен способ значительного ослабления гистерезиса в приготовленных на толстом буферном слое сверхрешётках. Обнаружено формирование ГЦК-структуры в NiFeCr при добавлении подслоя Ta. Составной буферный слой Ta/NiFeCr способствует появлению в последующих обменно-связанных слоях сверхрешётки NiFeCo/Cu аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ с осью перпендикулярной плоскости подложки. Эти структурные изменения приводят к уменьшению ширины петли гистерезиса магнитосопротивления, полей магнитного насыщения и повышению магниторезистивной чувствительности в двух типах сверхрешёток NiFeCo/Cu с ГМР-эффектом.

Материалы главы 6 изложены в [A5].

Заключение

1. Разработана технология получения многослойных наноструктур на основе меди и сплавов 3-d металлов при использовании метода магнетронного напыления. Приготовлены образцы сверхрешёток Co/Cu и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ с величиной магнитосопротивления до 54 % при комнатной температуре.
2. Для сверхрешёток $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ показано, что малые изменения толщины буферного слоя хрома на 5 Å в интервале толщин (15–20 Å) приводят к увеличению ширины петли гистерезиса более чем на порядок величины и сопровождается исчезновением аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки.
3. Обнаружено, что при термообработке интервал температурной стабильности магниторезистивных характеристик сверхрешёток $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ зависит от толщины и материала буферного слоя. Наибольшей температурной стабильностью обладают сверхрешётки с толщинами буферного слоя хрома более 20 Å.
4. Установлено, что отжиг сверхрешёток $[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ с различными толщинами буферного слоя $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ при температурах ниже 370°C позволяет увеличить магнитосопротивление. При температурах выше 370°C начинается перемешивание слоёв, сопровождаемое уменьшением магнитосопротивления и увеличением коэрцитивной силы в сверхрешётке. При увеличении температур отжига повышается степень совершенства аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$.
5. Установлено, что использование немагнитного буферного слоя $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ приводит к формированию в последующих слоях сверхрешёток $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}$ более совершенной кристаллической структуры по сравнению со сверхрешётками с буферными слоями Cr, Fe или $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$. В сверхрешётках с толстым, более 70 Å, буферным слоем $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ возникает коническая текстура $\langle 111 \rangle$, что сопровождается увеличением ширины петли гистерезиса. В сверхрешётках $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}/[\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}/\text{Cu}]_n$ путём выбора буферного слоя и подбора его толщины получено значение магнитосопротивления 54 % при комнатной температуре.
6. Показано, что для сверхрешёток на основе тройных сплавов $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}/\text{Cu}$ и $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}$ при использовании в качестве буферного слоя немагнитного сплава $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ увеличение толщины буферного слоя сопровождается повышением гистерезиса магнитосопротивления. Причиной такого изменения является формирование ОЦК-структуры в буферном слое $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ и конической текстуры $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки.

7. Предложен способ значительного уменьшения ширины петли гистерезиса сверхрешёток путём использования составного буферного слоя $\text{Ta}/(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$. Данный способ позволяет сформировать острую аксиальную текстуру $\langle 111 \rangle$ в слоях сверхрешётки. Для сверхрешёток $[\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}/\text{Cu}]_n$ получены высокие значения магниторезистивной чувствительности до 0.3%/Э.

Список сокращений и условных обозначений

АМР – анизотропное магнитосопротивление

ГМР-эффект – гигантский магниторезистивный эффект

МЛЭ – молекулярно-лучевая эпитаксия

СIP геометрия – электрический ток протекает в плоскости слоёв

МС – магнитосопротивление

РККИ - взаимодействие – Рудермана - Киттеля - Касуя - Иосиды – косвенное обменное взаимодействие

1 АФМ – первый антиферромагнитный максимум на осцилляциях косвенного межслойного взаимодействия

2 АФМ – второй антиферромагнитный максимум на осцилляциях косвенного межслойного взаимодействия

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

РЭМ – растровый электронный микроскоп

МП – магнитное поле

АФ – антиферромагнетик

ФМ – ферромагнетик

ГЦК – гранецентрированная кубическая

ОЦК – объемно-центрированная кубическая

CoFe – для краткости обозначен сплав $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$

NiFeCr – сплав $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$, «сплав пермаллой-хром»

NiFeCo – используется для сплавов $\text{Ni}_{65}\text{Fe}_{15}\text{Co}_{20}$ или $\text{Ni}_{76}\text{Fe}_{10}\text{Co}_{14}$

Количество пар слоев в сверхрешётках опускается для краткости написания, но всегда подразумевается многослойная система.

Список работ автора

- A1. Миляев, М.А. Гигантские изменения магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешёток CoFe/Cu при субнанометровой вариации толщины буферного слоя хрома [Текст] / М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Т.П. Криницина, А.М. Бурханов, Н.С. Банникова, В.В. Устинов // Физика металлов и металловедение. — 2011. — Т. 112. — С. 146—154.
- A2. Milyaev, M.A. Giant drop of magnetic hysteresis with decreasing thickness of Cr-buffer layer of CoFe/Cu superlattices [Текст] / M.A. Milyaev, L.I. Naumova, V.V. Proglyado, T.P. Krinitsina, N.S. Bannikova, V.V. Ustinov // Sol. Stat. Phenomena. — 2011. — V. 168-169. — P. 303—306.
- A3. Банникова, Н.С. Гигантское магнитосопротивление сверхрешёток CoFe/Cu с буферным слоем $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{60}\text{Cr}_{40}$ [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Т.П. Криницина, И.Ю. Каменский, В.В. Устинов // Физика металлов и металловедение. — 2015. — Т. 116. — С. 1040—1047.
- A4. Банникова, Н.С. Влияние отжига на магнитосопротивление и микроструктуру многослойных систем CoFe/Cu с различным буферным слоем [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Т.П. Криницина, Т.А. Чернышова, В.В. Устинов // Физика металлов и металловедение. — 2015. — Т. 116. — С. 165—170.
- A5. Банникова, Н.С. Сверхрешётки NiFeCo/Cu с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, Т.П. Криницина, Е.И. Патраков, В.В. Проглядо, Т.А. Чернышова, В.В. Устинов // Физика твёрдого тела. — 2016. — Т. 58. — № 10. — С. 1940—1946.
- A6. **M.A. Milyaev.** Giant drop of magnetic Hysteresis under reducing Cr-buffer layer thickness in CoFe/Cu superlattices [Текст] / M.A. Milyaev, L.I. Naumova, V.V. Proglyado, N.S. Bannikova, V.V.Ustinov // IV Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism:Nanospintronics (EASTMAG-2010), Ekaterinburg, 28 июня-2 июля, 2010: Тез.докл.Екатеринбург:ИФМ УрО РАН.- 234 с.
- A7. **М.С. Киселева.** Гигантский магниторезистивный эффект в системах CoFe/Cu [Текст] / М.С.Киселева, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Н.С.Банникова // XI Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния (СПФКС-XI), Екатеринбург, 15-21 ноября, 2010: Тез.докл.Екатеринбург:УрО РАН.- 215 с.

- A8. **М.А. Миляев.** Гигантские изменения магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешёток CoFe/Cu при субнанометровой вариации толщины буферного слоя хрома [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, Т.П.Криницина, Н.С.Банникова, В.В.Проглядо, В.В.Устинов // XV Международный симпозиум «Нанофизика и нанoeлектроника», Нижний Новгород, 14-18 марта, 2011: Труды симп.: Нижний Новгород: Ин-т физики микроструктур РАН. - 171 с.
- A9. **М.А. Milyaev.** High Sensitive and Thermal Stable CoFe/Cu Multilayers [Текст] / М.А. Milyaev, L.I. Naumova, V.V. Proglyado, T.P. Krinitsina, N.S. Bannikova, V.V. Ustinov // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM), Moscow, 21-25 августа, 2011: Тез.докл.: Москва: МАКС Пресс. - 689 с.
- A10. **Т.А. Рябова.** Исследование магниторезистивных свойств и температурной стабильности сверхрешёток CoFe/Cu [Текст] / Т.А.Рябова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Н.С.Банникова // XII Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-12), Екатеринбург, 14-20 ноября, 2011: Тез.докл.: Екатеринбург: ИФМ УрО РАН.- 173 с.
- A11. **Н.С. Банникова.** Сверхрешётки CoFe/Cu и Co/Cu с эффектом гигантского магнитосопротивления [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, И.Ю. Каменский // XII Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-12), Екатеринбург, 14-20 ноября, 2011: Тез.докл.: Екатеринбург: ИФМ УрО РАН.- 164 с.
- A12. **Н.С. Банникова.** Магниторезистивные свойства металлических сверхрешёток на основе меди $[FM/Cu]_n$ с различным материалом ферромагнитных слоёв [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, И.Ю. Каменский // XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13), Екатеринбург, 7-14 ноября, 2012: Тез.докл./Екатеринбург:ИФМ УрО РАН.- 233 с.
- A13. **Н.С. Банникова.** Сверхрешётки Co/Cu с малыми полями магнитного насыщения [Текст] / Н.С. Банникова, М.А. Миляев, Н.О. Лебедев, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Т.А. Чернышова // XIV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-14), Екатеринбург, 20-26 ноября, 2013: Тез. докл.-Екатеринбург: ИФМ УрО РАН.- 217 с.
- A14. **М. Milyaev.** Antiferromagnetic ordering in thin Cr seed layer and giant change of coercivity in Cr/[CoFe/Cu]_n multilayers [Текст] / М. Milyaev, L. Naumova, V. Proglyado, T. Krinitsina, N. Bannikova, T. Ryabova, V. Ustinov // 8-th International Symposium on

Metallic Multilayers (MML 2013), Kyoto, 19-24 мая, 2013: Программа и сб.тез.-Kyoto, Japan.- 456 с.

- A15. **В.В.Устинов.** Разработка высокочувствительных спинтронных наноструктур с гигантским магнитосопротивлением для сенсоров магнитного поля, работоспособных в условиях Арктики [Текст] / В.В.Устинов, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, Л.Н.Ромашев, Т.П.Криницина, И.Д.Лобов, М.М.Кириллова, И.Ю.Каменский, Н.С.Банникова, В.В.Проглядо, Н.Н.Сидун, З.М.Тимофеева // Конкурс проектов ориентированных фундаментальных исследований «АРКТИКА» 2012-2014 гг., Екатеринбург: Сборник научных отчетов по проектам, выполнявшимся в УрО РАН.-Екатеринбург: УрО РАН, 2014. - стр. 32-33
- A16. **Л.Н. Ромашев.** Особенности магнитотранспортных свойств сверхрешёток Fe/Cr, Fe/Cu, Co/Cu с ультратонкими слоями Fe и Co [Текст] / Л.Н. Ромашев, М.А. Миляев, А.В. Королёв, В.В. Проглядо, Н.С. Банникова, В.В. Устинов // XIII Международная конференция Дислокационная структура и механические свойства металлов и сплавов (ДСМСМС-2014), Екатеринбург, 7-11 сентября, 2014: Тез. докл.-Екатеринбург: ФГБУН ИФМ УрО РАН. - 0 с.
- A17. **A. Rinkevich.** Microwave giant magnetoresistive effect in Co/Cu multilayers [Текст] / A. Rinkevich, M. Milyaev, N. Bannikova // International Workshop on Magnonics (Magnonics 2015), Seeon Abbey, 2-6 August, 2015: Тез.докл.-Seeon: Technic. Univ. Karlsruhe. – 84 p.
- A18. **N. Bannikova.** Texture, surface morphology and coercivity of NiFeCo/Cu superlattices with NiFeCr buffer layer [Текст] / M. Milyaev, E. Patrakov, L. Naumova, N. Bannikova, V. Proglyado, T. Krinitsina // VI Euro-Asian Symposium "Trends in MAGnetism" (EASTMAG-2016), Krasnoyarsk, Russia, August 15-19, 2016: Abstracts. – Krasnoyarsk, Kirensky Institute of Physics, Russian Academy of Sciences, Siberian Branch – 113 p.

Благодарности

Выражаю искреннюю благодарность своему научному руководителю Миляеву Михаилу Анатольевичу за постоянное руководство и активное содействие на всех этапах работы.

Отдельное большое спасибо за полезные дискуссии и плодотворное соавторство коллективу коллег: Наумовой Ларисе Ивановне, Проглядо Вячеславу Витальевичу, Чернышовой Татьяне Александровне, Патракову Евгению Ивановичу и Каменскому Ивану Юрьевичу.

Благодарю Криницину Татьяну Павловну за организацию и проведение исследований микроструктуры образцов в центре коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН в отделе электронной микроскопии.

Зайнуллиной Римме Идиятовне большое спасибо за бесценный опыт и навыки работы с экспериментальными установками, переданные мне.

Благодарю Бебенина Николая Георгиевича за веру в успех этого предприятия и стимулирующие беседы.

Спасибо Ромашеву Лазарю Николаевичу за организационные моменты, осуществляемые им в лаборатории электрических явлений ИФМ УрО РАН.

Благодарю дирекцию Института физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН в лице Устинова Владимира Васильевича за возможность выполнить данную работу в стенах Института и всех сотрудников лаборатории электрических явлений за благожелательную атмосферу, готовность обсудить и квалифицированно решить возникшие вопросы.

Список используемой литературы

- [1] Ферт, А., Происхождение, развитие и перспективы спинтроники / А. Ферт // Успехи физических наук – 2008. – Т. 178. – № 12. – С. 1336–1348.
- [2] Касаткин, С. И. Многослойные тонкоплёночные магниторезистивные элементы / С. И. Касаткин, Н. П. Васильева, А. М. Муравьев. – Тула: Институт проблем управления Российской академия, 2001. – 188 с.
- [3] Tumanski, S., Thin Film Magnetoresistive Sensors / S. Tumanski. – Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, 2001. – 441 p.
- [4] Reig, C. Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors From Basis to State-of-the-Art Applications. Smart Sensors, Measurement and Instrumentation. Volume 6. / C. Reig, S. Cardoso de Freitas, S. C. Mukhopadhyay. – Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2013. – 299 p.
- [5] Parkin, S. S. P. Oscillatory magnetic exchange coupling through thin copper layers / S. S. P. Parkin, R. Bhadra, K. P. Roche // Phys. Rev. Lett. – 1991. – V. 66. – P. 2152 - 2155.
- [6] Wetzig, K. Metal Based Thin Films for Electronics / K. Wetzig, C.M. Schneider. – Weinheim: WILEY-VCH, 2003. – 378 p.
- [7] Gangopadhyay, S. Giant magnetoresistance in CoFe/Cu multilayers with different buffer layers and substrates / S. Gangopadhyay, J.X. Shen, M.T. Kief, J.A. Barnard, M.R. Parker // IEEE Trans. on magn. – 1995. – V. 31. – № 6. – P. 3–933–3935.
- [8] Kuch, W. Seeded epitaxy of Co₉₀Fe₁₀/Cu multilayers on MgO(001): Influence of Fe seed layer thickness / W. Kuch, A.C. Marley, S.S.P. Parkin // J. Appl. Phys. – 1998. – V. 83. – № 9. – P. 4709–4713.
- [9] Svedberg, E. B. Diffusion in Co₉₀Fe₁₀/Ru multilayers / E. B. Svedberg, K.J. Howard, M.C. Bønsager, B.B. Pant, A.G. Roy, D.E. Laughlin // J. Appl. Phys. – 2003. – V. 94. – № 2. – P. 1993–1000.
- [10] Jo, S. Magnetostriction and stress of NiFeCr/(Cu/Co₉₀Fe₁₀) × N/NiFeCr multilayer films / S. Jo // J. Korean Magn. Soc. – 2010. – V. 20. – № 1. – P. 8–11.
- [11] Coehoorn, R. Composition dependence of the magnetoresistance and the oscillatory exchange interaction in Fe-Co-Ni/Cu (fcc, 100) multilayers / R. Coehoorn, J.P.W.B. Duchateau // JMMM – 1993. – V. 123. – P. 390–393.
- [12] Kanda, T. Giant magnetoresistance in NiFeCo/Cu multilayers / T. Kanda, M. Jimbo, S. Tsunashima, S. Goto, M. Kumazawa, S. Uchiyama // IEEE Transl. J. Magn. Jpn. – 1994. – V. 9. – № 1. – P. 103–109.

- [13] Diao, Z.T. Role of the buffer layers in determining the antiferromagnetic coupling and magnetoresistance of NiFeCo/Cu superlattices / Z.T. Diao, S. Goto, K. Meguro, S. Tsunashima, M. Jimbo Role of the buffer layers in determining the antiferromagnetic coupling and magnetoresistance of NiFeCo/Cu superlattices // *J. Appl. Phys.* – 1997. – V. 81. – № 5. – P. 2327–2335.
- [14] Nakatani, R. Giant magnetoresistance and low saturation fields in Ni-Fe-Co/Cu multilayers with NiO buffer layers / R. Nakatani, K. Hoshino, H. Hoshiya, Y. Sugita // *Mat. Transac., JIM.* – 1996. – V. 37. – № 11. – P. 1710–1714.
- [15] Tumanski, S. *Handbook of Magnetic Measurements* / S. Tumanski, – Boca Raton, London, New York: CRC Press. Taylor & Francis Group. – 2011. – 382 P.
- [16] Наумова, Л.И. Безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием / Л.И. Наумова, М.А. Миляев, Н.Г. Бебенин, Т.А. Чернышова, В.В. Пролядо, Т.П. Криницина, Н.С. Банникова, В.В. Устинов // *Физика металлов и металловедение.* — 2014. — V. 115. — P. 376—383.
- [17] Устинов, В.В. Высокочувствительный безгистерезисный спиновый клапан с композитным свободным слоем / В.В. Устинов, М.А. Миляев, Л.И. Наумова, В.В. Пролядо, Н.С. Банникова, Т.П. Криницина // *ФММ.* – 2012. – Т. 113. – № 4. – С. 363–371.
- [18] Jiang, L. Large Tunnel Magnetoresistance of 1056% at Room Temperature in MgO Based Double Barrier Magnetic Tunnel Junction / L. Jiang, H. Naganuma, M. Oogane, and Y. Ando // *Appl. Phys. Express* – 2009. – V. 2. – P. 083002.
- [19] Grünberg, P. Layered magnetic structures: evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers / P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, H. Sowers // *Physical Review Letters.* – 1986. – V. 57. – № 19. – P. 2442–2445.
- [20] 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 // *Physical Review Letters.* – 1988. – V. 61. – № 21. – P. 2472–2475.
- [21] Binasch, G. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange / G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, W. Zinn // *Physical Review B.* – 1989. – V. 39. – № 7. – P. 4828–4830.
- [22] Dieny, B. Magnetotransport properties of magnetically soft spin-valve structures / B. Dieny, V.S. Speriosu, S. Metin, S.S.P. Parkin, B.A. Gurney, B. Baumgart, D.R. Wilhoit // *J. Appl. Phys.* – 1991. – V. 69. – № 8. – P. 4774–4779.

- [23] 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. – № 1. – P. 1297–1300.
- [24] Бучин, Э.Ю. Эффект магнитомиграции в гранулированных пленках Co-Cu / Э.Ю. Бучин, Д.А. Коканов // *Журнал технической физики.* – 2015. – Т. 85. – № 5. – С. 43–49.
- [25] Lee, Y. M. Effect of Electrode Composition on the Tunnel Magnetoresistance of Pseudo-Spin-Valve Magnetic Tunnel Junction with a MgO Tunnel Barrier / Y. M. Lee, J. Hayakawa, S. Ikeda, F. Matsukura, H. Ohno // *Appl. Phys. Lett.* – 2007. – V. 90. – P. 212507.
- [26] Ikeda, S. Tunnel Magnetoresistance of 604% at 300 K by Suppression of Ta Diffusion in CoFeB/MgO/CoFeB Pseudo-Spin-Valves Annealed at High Temperature / S. Ikeda, J. Hayakawa, Y. Ashizawa, Y. M. Lee, K. Miura, H. Hasegawa, M. Tsunoda, F. Matsukura, H. Ohno // *Appl. Phys. Lett.* – 2008. – V. 93. – P. 082508 (1–3).
- [27] Elefant, D. Dominant role of the size effect for saturation resistivity and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers / D. Elefant, D. Tietjen, L. van Loyen, I. Moench, C. M. Schneider // *J. of Appl. Phys.* – 2001. – V. 89. – № 11. – P. 7118.
- [28] Ustinov, V.V. Magnetoresistance and magnetization of Fe/Cr(001) superlattices with noncollinear magnetic ordering / V.V. Ustinov, N.G. Bebenin, L.N. Romashev, V.I. Minin, M.A. Milyaev, A.R. Del, A.V. Semerikov // *Phys. Rev. B.* – 1996. – V. 54. – № 22. P. 15958–66.
- [29] Tsymbal, E. Y. Perspectives of giant magnetoresistance / E. Y. Tsymbal, D. G. Pettifor // *Sol. Stat. Phys.* – 2001. – V. 56. – P. 113–237.
- [30] Ustinov, V.V. In-plane magnetization anisotropy of FeCr superlattices with biquadratic exchange coupling / Ustinov V.V., Milyaev M.A., Romashev L.N., Krinitsina T.P., E.A. Kravtsov // *JMMM.* – 2001. – V. 226-230. – P. 1811–1813.
- [31] Ustinov, V.V. Kondo-like effect in the resistivity of superparamagnetic cluster-layered Fe/Cr nanostructures / V.V.Ustinov, L.N.Romashev, M.A.Milyaev, A.V.Korolev, T.P.Krinitsina, A.M.Burkhanov // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2006. – V. 300. № 1. – P. 148–152.
- [32] Ustinov, V.V. Multi-stepwise GMR and layers magnetic reversal in uniaxial Fe/Cr superlattices / V.V. Ustinov, M.A. Milyaev, L.N. Romashev, T.P. Krinitsina, A.M. Burkhanov, V.V. Lauter-Pasyuk, H.J. Lauter // *Physica Status Solidi C.* – 2006. – V. 3. – № 5. – P. 1249–1256.
- [33] Ustinov, V.V. Effect of interface structure on magnetic and magnetoresistive properties of Fe/Cr multilayers / V.V. Ustinov, L.N. Romashev, T.P. Krinitsina, E.A. Kravtsov, M.A. Milyaev, A.V. Semerikov, V.A. Tsurin, N.V. Kourtina // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2002. – V. 240. – P. 511–513.

- [34] Inomata, K. Giant magnetoresistance and low saturation fields in Co-Fe/Cu multilayers / K. Inomata, Y. Saito // *JMMM*. – 1993. – V. 126. – P. 425–429.
- [35] Saito, Y. Giant magnetoresistance in Co/Cu, Co₉Fe/Cu, and Co_{7.5}Fe_{2.5}/Cu multilayers / Y. Saito, S. Hashimoto, K. Inomata // *IEEE Trans. on magn.* – 1992. – V. 28. – № 23. – P. 2751–2753.
- [36] Sahin, T. Properties of electrodeposited CoFe/Cu multilayers: The effect of Cu layer thickness / T. Sahin, H. Kockar, M. Alper // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2015. – V. 373. – P. 128–131.
- [37] Rafaja, D. Formation of microstructural defects in electrodeposited Co/Cu multilayers / D. Rafaja, C. Schimpf, V. Klemm, G. Schreiber, I. Bakonyi, L. Péter // *Acta Materialia*. – 2009. – V. 57. – P. 3211–3222.
- [38] Parkin, S.S.P. Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers / S.S.P. Parkin, Z.G. Li, D.J. Smith // *Appl. Phys. Lett.* – 1991. – V. 58. – № 23. – P. 2710–2712.
- [39] Mosca, D.H. Oscillatory interlayer coupling and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers / D.H. Mosca, F. Petroff, A. Fert, P. Schroeder, W.P. Pratt, R. Loloee // *J. Magn. Magn. Mat.* 1994. – V. 94. – № 1–2. – L1–L5 pp.
- [40] Harfaoui, M. El GMR versus interfacial roughness induced from different buffers in (Co/Cu) ML / M. El Harfaoui, H. L. Gall, J. B. Youssef, S. Pogossian, A. Thiaville, P. Gogol, A. Qachaou, J. M. Desvignes // *JMMM*. – 1999. – V. 198-199. – P.107–109.
- [41] Youssef, J. B. Correlation of GMR with texture and interfacial roughness induced in optimized rf sputtering deposited Co/Cu multilayers / J. B. Youssef, K. Bouziane, O. Koshkina, H. L. Gall, M. El Harfaoui, M. El Yamani, J. M. Desvignes, S. Pogossian, A. Fert // *JMMM*. – 1997. – V. 165. – P. 288–291.
- [42] Grundy, P. J. Giant magnetoresistance in Co/Cu multilayer thin films / P. J. Grundy // *J. Magn. Magn. Mat.* – 1993. – V. 126. – P. 516–518.
- [43] Bruno, P. Oscillatory coupling between ferromagnetic layers separated by a nonmagnetic metal spacer / P. Bruno, C. Chappert // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – V. 67. – P. 1602.
- [44] Egelhoff, W.F. Antiferromagnetic coupling in Fe/Cu/Fe and Co/Cu/Co multilayers on Cu(111) / W.F. Egelhoff, M.T. Kief // *Phys. Rev. B*. – 1992. – V. 45. – P. 7795.
- [45] Parkin, S.S.P. Giant magnetoresistance and enhanced antiferromagnetic coupling in highly oriented Co/Cu (111) superlattices / S.S.P. Parkin, R.F. Marks, R.F.C. Farrow, G.R. Harp, Q.H. Lam, R.J. Savoy // *Phys. Rev. B*. – 1992. – V. 46. – № 14. – P. 9262–9265.
- [46] Hecker, M. Thermally induced modification of GMR in Co/Cu multilayers: correlation among structural, transport, and magnetic properties / M. Hecker, J. Thomas, D. Tietjen, S. Baunack,

- C.M. Schneider, A. Qiu, N. Cramer, R. E. Camley, Z. Celinski // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2003. – V. 36. – P. 564–572.
- [47] Kataoka, N. Magnetoresistance of Co-X/Cu multilayers / N. Kataoka, K. Saito, H. Fujimori // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1993. – V. 121. – P. 383–385.
- [48] Saito, Y. Giant magnetoresistance dependence on Ar acceleration voltage in Co₉Fe/Cu, and Co₃Fe/Cu multilayers / Y. Saito, S. Hashimoto, K. Inomata // *Appl. Phys. Lett.* – 1992. – V. 60. № 19. – P. 2436–2438.
- [49] Wang, D. Thermal stability, low saturation field, low hysteresis, high GMR CoFe/Cu multilayers / Wang D., Anderson J., Daughton J.M. // *IEEE Trans. on magn.* – 1997. – V. 33. – №5. – P. 3520–3522.
- [50] Kano, H. Magnetoresistance of Co-X/Cu (X = Fe, Ni) multilayers / H. Kano, Y. Iwasaki, K. Hayashi, K. Aso // *JMMM.* – 1993. – V. 126. – P. 445–447.
- [51] Kanai, H. Magnetoresistance and structural properties of CoFe/Cu multilayers / H. Kanai, R.L. White // *IEEE Trans. on magn.* – 1993. – V. 29. – № 6. – P. 2729–2731.
- [52] Lee, W.-Y. High magnetoresistance permalloy films deposited on a thin NiFeCr or NiCr underlayer / Lee W.-Y., Toney M. F., Tameerug P., Allen E., Mauri D. // *J. Appl. Phys.* – 2000. – V. 87. – № 9. – P. 6992–6994.
- [53] An, Y. Influence of (Ni₈₁Fe₁₉)_{100-x}Cr_x seed layer on structure and magnetic properties of NiFe/PtMn bilayers / Y. An, J. Liu, Y. Ma // *J. Appl. Phys.* – 2008. – V. 103. – P. 013905(1–5).
- [54] Vas'ko, V. A. Effect of grain size on the properties of the CoFe–NiFe/NiMn top spin valve / V. A. Vas'ko, M. T. Kief // *J. Appl. Phys.* – 2003. – V. 93. – № 10. – P. 8409–8411.
- [55] Sugita, Y. Thermal stability of PtMn based synthetic spin valves using thin oxide layer / Y. Sugita, Y. Kawawake, M. Satomi, H. Sakakima // *J. Appl. Phys.* – 2001. – V. 89. – № 11. – P. 6919–6921.
- [56] An, Y. The interfacial structure and degradation mechanism of the GMR effect in Co₉₀Fe₁₀/Cu and Ni₇₀Co₃₀/Cu magnetic multilayers / Y. An, B. Dai, H. Zhang, Z. Mai, J. Cai, and Z. Wu // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2006. – V. 39. – P. 1711–1717.
- [57] Kanak, J. The influence of the texture on properties of IrMn spin valve magnetic tunnel junctions with MgO barrier and CoFeB electrodes / J. Kanak, T. Stobiecki, V. Drewello, J. Schmalhorst, and G. Reiss // *Phys. Status Solidi A.* – 2007. – V. 204. – P. 3942–3945.
- [58] Rafaja, D. Changes in the real structure and magnetoresistance of Co₉₀Fe₁₀/Cu and Co₉₀Fe₁₀/Cu₈₅Ag₁₀Au₅ multilayers after annealing / D. Rafaja, J. Ebert, G. Mieke, N. Martz, M. Knapp, B. Stahl, M. Ghafari, H. Hahn, H. Fuess, P. Schmollngruber, P. Farber, and H. Siegle // *Thin Solid Films.* – 2004. – V. 460. – P. 256–263.

- [59] Parker, M.R. Low-field giant magnetoresistance in Co/Cu, CoFe/Cu and CoNiFe/Cu multilayer systems / M.R. Parker, S. Hossain, D. Seale, J.A. Barnard, M. Tan, H. Fujiwara // *IEEE Trans. on Magn.* – 1994. – V. 30. – №2. – P. 358–363.
- [60] Yang, X. Microstructure and AMR properties of permalloy films sputtered on (Ni_{0.81}Fe_{0.19})_{0.66}Cr_{0.34} buffer / Yang Xiao-fei, Peng Zi-long, Liao Hong-wei, Li Zuo-yi // *Journal of Wuhan University of Technology - Mater. Sci. Ed.* – 2004. – V. 19. – № 23. № 1. p. 23–25.
- [61] An, Y. Influence of (Ni₈₁Fe₁₉)_{100-x}Cr_x(Ni₈₁Fe₁₉)_{100-x}Cr_x seed layer on structure and magnetic properties of NiFe/PtMn bilayers / Y. An, J. Liu, Y. Ma // *J. Appl. Phys.* – 2008. – V. 103. – P. 013905.
- [62] Childress, J. R. IrMn Spin-Valves for High Density Recording / J. R. Childress, M. J. Carey, R. J. Wilson, N. Smith, C. Tsang, M. K. Ho, K. Carey, S. A. MacDonald, L. M. Ingall, B. A. Gurney // *IEEE Trans. on Magn.* – 2001. – V. 37. – P. 1745.
- [63] Горелик, С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев // М.: МИСИС, 1994. – 328 с.
- [64] Williams, D. B. Transmission Electron Microscopy. A Textbook of Materials Science / D. B. Williams, C. B. Carter. – New York: Springer Science+Business Media, LLC, – 2009. – 760 p.
- [65] Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений / В. Л. Миронов. – Нижний Новгород: РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК, ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР, – 2004. – 110 с.
- [66] Суслов, А. А. Сканирующие зондовые микроскопы (обзор) / А. А. Суслов, С. А. Чижик // *Материалы, технологии, инструменты.* – 1997. – №3. – С. 78–89.
- [67] Chuprakov, S. A. Interface Structure and Magnetoresistance Studies of [Co/Cu]_n Superlattices by Means of NMR and TEM / S. A. Chuprakov, T. P. Krinitsina, N. S. Bannikova, I. V. Blinov, S. V. Verkhovskii, M. A. Milyaev, V. V. Popov, V.V. Ustinov // *Sol. Stat. Phenomena.* – 2014. – V. 215. – P. 358–363.
- [68] Marrows, C. H. Giant magnetoresistance and oscillatory exchange coupling in disordered Co/Cu multilayers / C. H. Marrows, N. Wiser, B. J. Hickey, T. P. A. Hase, B. K. Tanner // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 1999. – V. 11. – P. 81–88.
- [69] Lobov, I. D. Spin-dependent scattering of conduction electrons in Co/Cu multilayers / I. D. Lobov, M. M. Kirillova, A. A. Makhnev, M. A. Milyaev, L. N. Romashev, V.V. Ustinov // *JMMM.* – 2015. – V. 389. – P. 169–175.

- [70] Marrows, C. H. Bilinear and biquadratic interlayer exchange coupling in sputtered Co/Cu multilayers damaged with residual gas impurities / C. H. Marrows, B. J. Hickey // *Phys. Rev. B.* – 1999. – V. 59. – №1. P. 0163–1829.
- [71] Svedberg, E.B. Interdiffusion in CoFe/Cu multilayers and its application to spin-valve structures for data storage / E.B. Svedberg, K.J. Howard, M.C. Bønsagerand, B.B. Pant, A.G. Roy, D.E. Laughlin // *J. Appl. Phys.* – 2003. –V. 94. – № 2. – P. 1001–1006.
- [72] Piecuch, M. Diffusion in multilayers / M. Piecuch // *Revue Phys. Appl.* – 1988. – V. 23. – № 10. – P. 1727–1732.
- [73] Jérôme, R. Correlation Between Magnetic and Structural Properties of Ni₈₀Fe₂₀ Sputtered Thin Films Deposited on Cr and Ta Buffer Layers / R. Jérôme, T. Valet, P. Galtier // *IEEE Trans. on Magn.* – 1994. – V. 30. – № 6. – P. 4878–4880.
- [74] Coehoorn, R. in *Handbook of magnetic materials 15* / R. Coehoorn; ed. by K.H.J. Buschow. – Amsterdam: Elsevier B.V., 2003. – P. 31.
- [75] Чеботкевич, Л.А. Коэрцитивная сила и наведенная анизотропия многослойных пленок / Л.А. Чеботкевич, Ю.П. Иванов, А.В. Огнёв. // *Физика твердого тела.* – 2007. – Т. 49. № 11. – С. 2039–2044.