

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

На правах рукописи

РЯБУХИНА МАРИНА ВИКТОРОВНА

**КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА
СВЕРХРЕШЕТОК Fe/Cr/Gd**

01.04.11 - физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель
кандидат физ.-мат. наук
Кравцов Евгений Алексеевич

Екатеринбург — 2016

Оглавление

Введение.....	4
1. Литературный обзор.....	12
1.1 Эффект магнитной близости	12
1.2 Системы ферромагнитный металл/неферромагнитный металл/ферромагнитный металл.....	16
1.3 Системы редкоземельный металл/переходный металл	18
1.4 Многослойные структуры на основе Gd.....	20
2 Методика эксперимента.....	26
2.1 Синтез сверхрешёток методом высоковакуумного магнетронного распыления.....	26
2.2 Рентгеновские методы исследования структурных свойств сверхрешёток	28
2.2.1 Рентгеновская рефлектометрия	30
2.2.2 Рентгеновская рефлектометрия при наличии диффузного рассеяния.....	32
2.2.3 Рентгеновская дифракция в геометрии скользящего падения	34
2.3 Методы исследования магнитных свойств	35
2.3.1 Измерения намагниченности интегральными методами	35
2.3.2 Рефлектометрия поляризованных нейтронов	36
2.3.3 Рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм.....	43
2.3.4 Рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия	46
3 Структурные свойства.....	48
3.1 Синтез образцов.....	48
3.2 Характеризация образцов методом рентгеновской рефлектометрии.....	49
3.3 Диффузное рассеяние.....	54
3.4 Рентгеновская дифракция в геометрии скользящего падения	57
4. Магнитные свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd.....	63

4.1	Измерения намагниченности.....	63
4.2	Анализ магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd, измеренных методом рентгеновского циркулярного магнитного дихроизма	68
5.	Исследование магнитных свойств сверхрешеток Fe/Cr/Gd с разрешением по глубине	72
5.1	Рефлектометрия поляризованных нейтронов и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия для структур Fe/Cr/Gd с толщиной прослойкой Cr меньше 8 Å.....	72
5.2.	Рефлектометрия поляризованных нейтронов для структур Fe/Cr/Gd с толщиной прослойкой Cr больше 8 Å	87
5.3	Обсуждение полученных результатов.....	91
	Заключение.....	93
	Список сокращений и условных обозначений	95
	Благодарности.....	96
	Список литературы.....	97

Введение

Актуальность темы исследования и степень её разработанности

Большой интерес к изучению многослойных металлических магнитных наноструктур, возникший около 30 лет назад, связан с существенным прогрессом в технологии получения сверхтонких металлических пленок. В этих структурах были обнаружены такие эффекты, как гигантское магнитосопротивление, антипараллельное упорядочение магнитных моментов соседних ферромагнитных слоёв, осциллирующее межслойное обменное взаимодействие, неколлинеарное упорядочение магнитных моментов ферромагнитных слоёв, которые представляют большой интерес, как с фундаментальной, так и с прикладной точки зрения [1]. Особый интерес представляет изучение магнитных явлений в гетероструктурах с редкоземельными металлами (РЗМ), так как РЗМ являются основой для наноструктур, обладающих высоким значением намагниченности насыщения, коэрцитивной силы и магнитострикции. Редкоземельные металлы обладают сложной магнитной структурой и непростыми фазовыми диаграммами. Возможность создания эпитаксиальных плёнок и многослойных структур на основе редкоземельных металлов открыла новую физику магнитных явлений, где «эффекты близости» в наноразмерных системах приводят к появлению новых свойств материалов по сравнению с их объемными аналогами.

В то время как гетероструктуры на основе 3d - переходных металлов (ПМ) и редкоземельных металлов хорошо изучены, смешанные ПМ/РЗМ структуры исследованы недостаточно. Система Fe/Gd интересна из-за высокого значения магнитного момента гадолиния и высокой температуры Кюри железа, что можно использовать в практических целях. Отличительной чертой ферромагнетизма мультислоев Fe/Gd является разнообразие типов температурных зависимостей спонтанной намагниченности $M(T)$. При разной толщине слоёв реализуются как монотонные, так и немонотонные температурные зависимости намагниченности. В сверхрешётках Fe/Gd при комнатной температуре в слоях Gd в интерфейсных областях из-за эффектов близости возникает спонтанный магнитный момент [2, 3]. Величина индуцированного магнитного момента Gd составляет до $7.5 \mu_B/\text{атом}$ и остается неизменной вплоть до комнатной температуры. Толщина возникающего магнитного слоя оценивается в 2 - 4 атомных монослоя Gd. Таким образом, если синтезировать сверхрешетку Fe/Gd с достаточно тонкими слоями Gd, то можно получить систему, в которой как 3d - переходный металл, так и редкоземельный металл будут обладать большими магнитными моментами при комнатной температуре.

В последнее время большой интерес вызывает исследование наногетероструктур Fe/Gd, в которых слои ПМ и РЗМ разделены немагнитной прослойкой [4, 5]. Разное строение электронных оболочек и, как следствие, характер магнетизма 3d - и 4f - элементов могут способствовать появлению новых механизмов межслойного взаимодействия. Предполагается, что изменяя толщину прослойки, можно регулировать интенсивность обменного взаимодействия РЗМ и ПМ. В частности, в работе [4] численным моделированием и экспериментом, проведённым методом рентгеновского магнитного кругового дихроизма, была подтверждена гипотеза об изменении типа межслойного взаимодействия между Fe и Gd в гетероструктурах Fe/Cr/Gd. Однако, только по этим данным нельзя сделать однозначные выводы о характере межслойного обмена. Подобного рода структуры представляют большой фундаментальный интерес, а также прикладной интерес в качестве основы для создания материалов с большим магнитным моментом.

Несмотря на очевидную перспективность, системы Fe/Cr/Gd остаются малоизученными. В частности, остаются неисследованными следующие моменты:

- исследовались отдельные образцы, не производилось систематических исследований структурных и магнитных свойств серий образцов с разными толщинами прослоек Cr;
- в литературе нет исследований корреляции структурных и магнитных свойств;
- до настоящего времени все исследования проводились только на трехслойных структурах Fe/Cr/Gd и Gd/Cr/FeCo и не предпринимались исследования сверхрешёток.

Исходя из вышеизложенного, тема представленной диссертации, посвящённая исследованию структурных и магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd, является актуальной.

Целью данной работы является установление корреляции между структурными и магнитными свойствами металлических наноструктур Fe/Cr/Gd.

Объектами исследования являются сверхрешетки Fe/Cr/Gd с толщиной слоёв Cr от 0 до 60 Å.

Предметом исследования являются их структурные и магнитные свойства.

Для достижения поставленной цели решаются следующие **задачи**:

- определение внутрислойной кристаллической структуры и свойств межслойных границ сверхрешёток Fe/Cr/Gd в зависимости от толщины прослойки Cr;
- определение макроскопических свойств сверхрешёток методами вибрационной – , СКВИД - магнитометрии и рентгеновским магнитным круговым дихроизмом;
- экспериментальное определение магнитного упорядочения в сверхрешётках Fe/Cr/Gd с разрешением по глубине методами рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии;

- анализ результатов исследования магнитной структуры, полученных интегральными методами и обеспечивающих разрешение по глубине;
- установление корреляции между кристаллической решеткой и магнитными свойствами;
- выявление роли эффектов близости в формировании магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd.

Научная новизна

Научную новизну диссертационной работы определяют следующие результаты, полученные лично соискателем:

- впервые проведено систематическое исследование структурных и магнитных свойств серии сверхрешёток Fe/Cr/Gd с разной толщиной слоя хрома: 0 - 60 Å;
- впервые проведено экспериментальное исследование влияния введения прослойки Cr на кристаллическую структуру сверхрешёток Fe/Cr/Gd;
- впервые установлена корреляция структурных и магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd;
- впервые в сверхрешётках Fe/Cr/Gd обнаружен эффект близости, проявляющийся появлением индуцированного магнитного момента в слоях Gd в том числе при температуре, превышающей температуру Кюри объемного Gd.

Теоретическая и практическая значимость работы

Обнаруженные нами новые свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd, в частности, особенности межслойного обменного взаимодействия и распределение магнитных моментов по глубине слоев, могут послужить основой для дальнейшего теоретического исследования таких систем.

Полученные в работе результаты по исследованию наногетероструктур Fe/Cr/Gd могут быть использованы для получения на их основе наноматериалов с большим магнитным моментом, а также для создания новых функциональных материалов спинтроники на основе Gd - содержащих наноструктур.

Методология и методы исследования

Особенностью работы является использование взаимодополняющих методик для изучения магнитной структуры. В работе применяются современные методы для исследования магнитной структуры: СКВИД - магнитометрия, рефлектометрия поляризованных нейтронов (РПН), рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия (РМР) и рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм (XMCD). Отличительной особенностью данных методов состоит в том, что с их помощью можно получать информацию о магнитных свойствах в зависимости от толщины с элементной чувствительностью, и тем самым исследовать каждый из слоёв структуры по отдельности. Это позволяет подойти к исследованию гетероструктур на

качественно новом уровне. Для определения толщины, поверхностной и межслойных шероховатостей применялся метод рентгеновской рефлектометрии. Для определения кристаллической структуры слоёв использовался метод рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения, особенностью которого является высокая поверхностная чувствительность.

Положения, выносимые на защиту

- Средние магнитные моменты слоев Fe и Gd в сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ с толщиной прослойки Cr 6 - 8 Å упорядочиваются ферромагнитно при температурах намного меньше температуры Кюри объемного Gd.
- Введение прослойки Cr между слоями Gd и Fe в сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ приводит к структурным изменениям в слоях Gd: кроме основной гексогональной плотноупакованной кристаллической решетки Gd возникает гранецентрированная кристаллическая решетка Gd, которая равномерно распределена по всей толщине слоя. Формирование ГЦК фазы Gd приводит к уменьшению среднего магнитного момента в слое Gd.
- При температуре, превышающей температуру Кюри объемного Gd, в сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ с толщиной прослойки Cr менее 10 Å вблизи интерфейсов в слоях Gd возникает индуцированный магнитный момент.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность полученных результатов обусловлена использованием аттестованных образцов, проведением измерений на оборудовании лаборатории квантовой наноспинтроники и электрических явлений, центра коллективного пользования ИФМ УрО РАН, а также проведение экспериментальных нейтронно-синхротронных исследований в крупнейших мировых центрах (институт Лауэ - Ланжевена, FRM - II, Европейский центр синхротронного излучения, ИБР-2, Аргоннская национальная лаборатория). Получено хорошее согласие части экспериментальных результатов настоящей работы с литературными данными. Выводы, сделанные в диссертации, логически следуют из результатов модельных и экспериментальных исследований и не противоречат современным научным представлениям.

Изложенные в диссертации результаты соответствуют паспорту специальности 01.04.11 – физика магнитных явлений: пункту 2 «экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий» и пункту 3 «исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств».

По основным результатам диссертации в рецензируемых российских научных журналах опубликовано три статьи, входящие в Перечень ВАК. Результаты работы докладывались на следующих российских и международных конференциях: XIII Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13), (г. Екатеринбург, 2012); VI Всероссийская молодежная научно – техническая конференция «Физические свойства металлов и сплавов», (г. Екатеринбург, 2012); XLVII Школа ФГБУ «ПИЯФ» по физике конденсированного состояния (ФКС-2013), (г. Санкт - Петербург, 2013); Международная молодежная научная школа «Современная нейтронография», (г. Дубна, 2013); Совещание по малоугловому рассеянию нейтронов «МУРомец 2013», (г. Гатчина, 2013); VII Всероссийская молодежная научно – техническая конференция «Физические свойства металлов и сплавов», (г. Екатеринбург, 2013); XLVIII Школа ФГБУ «ПИЯФ» по физике конденсированного состояния (ФКС-2014), (г. Санкт - Петербург, 2014); Международная конференция «Исследование твердого тела на IBR-2», (г. Дубна, 2014); Молодежная конференция по использованию рассеяния нейтронов и синхротронного излучения в конденсированных средах, (г. Санкт-Петербург, 2014); Международная конференция «Исследование твердого тела на IBR-2», (г. Дубна, 2015); XVI Всероссийская молодёжная школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-16), (г. Екатеринбург, 2015).

Публикации. Материалы диссертации опубликованы в 13 печатных работах: в 3 статьях в рецензируемых журналах, входящих в Перечень ВАК:

1. Применение поляризационной нейтронной рефлектометрии для исследования сверхрешёток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, В.В. Устинов, Ю. Хайдуков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2014. - № 10. - с. 26-29.

2. Магнетизм сверхрешёток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, Ю.В. Никитенко, В.В. Проглядо, Ю. Хайдуков // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2015. - № 1. - с. 1-3.

3. Межслойное взаимодействие в многослойных структурах Fe/Cr/Gd / А.Б. Дровосеков, Н. М. Крейнс, А. О. Савицкий, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, М.В. Рябухина, М.А. Миляев, В.В. Устинов, Э.М. Пашаев, И.А. Субботин, Г.В. Пруцков // Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики. – 2015. - Т. 147, № 6.

и в 10 тезисах докладов на всероссийских и международных конференциях:

1. Магнитные свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Л.И. Наумова, Д. В. Благодатков, Е.А. Кравцов // Тезисы докладов XIII Всероссийской молодёжной школы-семинар

по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13) . г. Екатеринбург, 2012

2. Рост и структурные свойства сверхрешеток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Л. И. Наумова, В.В. Проглядо, Е.А. Кравцов // Тезисы докладов VI Всероссийской молодежной научно – технической конференции «Физические свойства металлов и сплавов». г. Екатеринбург, 2012.

3. Комплементарное применение поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии для исследования сверхрешеток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумов, В.В. Проглядо // Тезисы докладов XLVII Школы ФГБУ «ПИЯФ» по физике конденсированного состояния (ФКС-2013). г. Санкт - Петербург, 2013.

4. Применение поляризационной нейтронной рефлектометрии для исследования сверхрешёток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, В.В.Проглядо, Ю.В. Никитенко, Ю. Хайдуков // Тезисы докладов Международной молодежной научной школы «Современная нейтронография». г. Дубна, 2013.

5. Применение поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии для исследования сверхрешеток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Ю.В. Никитенко, Ю. Хайдуков, D. Haskel // Тезисы докладов VII Всероссийской молодежной научно – технической конференции «Физические свойства металлов и сплавов». г. Екатеринбург, 2013.

6. Определение неоднородных профилей намагниченности Fe и Gd в сверхрешётках Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Ю.Н. Хайдуков // Тезисы докладов XLVIII Школы ФГБУ «ПИЯФ» по физике конденсированного состояния (ФКС-2014) . г. Санкт - Петербург, 2014.

7. Исследование магнитной структуры сверхрешёток Fe/Cr/Gd методами поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, Ю.В. Никитенко, Ю. Хайдуков // Тезисы докладов международной конференции «Исследование твердого тела на IBR-2». г.Дубна, 2014.

8. Эффекты близости в сверхрешётках Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, Ю.В. Никитенко, В.В. Проглядо, Ю.Н. Хайдуков // Тезисы докладов молодежной конференции по использованию рассеяния нейтронов и синхротронного излучения в конденсированных средах. г. Санкт-Петербург, 2014.

9. Determination of magnetic order in superlattices Fe/Cr/Gd / M. V. Ryabukhina, E. A. Kravtsov, Yu. V. Nikitenko, V. V. Proglyado// Тезисы докладов международной конференции «Исследование твердого тела на IBR-2». г. Дубна, 2015.

10. Исследование магнитного упорядочения в магнитных слоистых наногетероструктурах Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Ю.В. Никитенко, В.В. Проглядо // Тезисы докладов XVI Всероссийской молодёжной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-16), г. Екатеринбург, 2015.

Личный вклад автора

Постановка задач и обсуждение полученных результатов проводились М. В. Рябухиной совместно с научным руководителем к. ф.-м. н. Е. А. Кравцовым. Образцы были изготовлены методом магнетронного распыления в лаборатории электрических явлений (ИФМ УрО РАН) Проглядо В.В. и к. ф.-м. н. Наумовой Л.И.. Лично М.В. Рябухиной проведены систематические исследования серии образцов с разной толщиной прослоек Cr методами рентгеновской рефлектометрии и рентгеновской дифракции, магнитные измерения при комнатной температуре на вибрационном магнетометре. Эксперименты по низкотемпературной магнетометрии были проведены в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН к. ф.-м. н. А.В. Королевым. Исследование образца $[\text{Fe}/\text{Cr}(4.4 \text{ \AA})/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ методами PMP и XMCD в Аргоннской национальной лаборатории на синхротроне APS был проведен D. Haskel. Автор принимал участие в проведении экспериментов методом рефлектометрии поляризованных нейтронов на инструментах NREX (FRM-II, г. Гархинг), SuperADAM (Институт Лау Ланжевена, г. Гренобль), REMUR (ИБР-2, г. Дубна)) и методами PMP, XMCD на инструменте ID-12 (ESRF, г. Гренобль). Автором проведено исследование корреляции между структурными и магнитными свойствами сверхрешёток Fe/Cr/Gd. Результаты исследований неоднократно докладывались М.В. Рябухиной на всероссийских и международных конференциях. Совместно с руководителем Е.А. Кравцовым автор готовила статьи и тезисы докладов к публикации.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений, условных обозначений и списка литературы. Общий объем диссертации 106 страниц, включая 7 таблиц и 47 рисунок. Список литературы включает 135 наименования.

Во **Введении** дается общая характеристика диссертации, обсуждается актуальность рассматриваемых вопросов, изложена цель работы, обосновывается её новизна и научная ценность. **Первая глава** представляет собой обзор литературы, отражающий современное состояние в области систем ФМ/НМ/ФМ, редкоземельный металл/переходный и многослойных структур на основе Gd, а также в области исследования магнитных эффектов близости. **Во второй** главе описаны методы, используемые в настоящей работе для синтеза образцов и исследования кристаллической структуры и магнитных свойств. **Третья глава** посвящена росту образцов, их рентгеноструктурной аттестации и изучению кристаллической структуры. В

четвертой главе описаны исследования магнитной структуры интегральными методами. В **пятой главе** особенности магнитных свойств гетероструктур, исследованные элементарно-чувствительными методами. Устанавливается зависимость кристаллической структуры и магнитных свойств. В конце каждой из глав диссертационной работы представлены основные результаты выполненного исследования. В заключении сформулированы выводы диссертации. В конце диссертационной работы представлен список использованной литературы.

Работа выполнена в рамках следующих программ и грантов

Грант Минобрнауки № 14 Z 50.31.0025; грант Минобрнауки РФ № 8682; программы Президиума УрО РАН (проекты № 12-П-2-1051); РФФИ (проект № 12-02-12054, № 14-22-01063, 14-02-00013 и 12-02-31563).

1. Литературный обзор

1.1 Эффект магнитной близости

Спинтроника – новая и быстро развивающаяся область современной микроэлектроники, предполагающая использование спина электронов для записи, хранения и передачи информации. Сверхрешётки – многослойные металлические магнитные наноструктуры, образованные чередующимися наноразмерными слоями магнитных и немагнитных металлов - являются объектами металлической спинтроники. Одной из особенностей магнитных сверхрешеток является проявление эффектов близости, когда в формировании магнитных свойств отдельных слоев сказывается влияние соседних слоев.

Понятие «эффект близости» (proximity effects) было впервые введено в 60-х годах прошлого века для описания изменения сверхпроводящих свойств систем сверхпроводник/нормальный металл и сверхпроводник/ ферромагнетик. Исследование сверхпроводящего эффекта близости и сегодня остается одним из магистральных направлений исследований в данной области [6]. В 1980-х годах, в связи с прогрессом в технологии роста тонкопленочных наногетероструктур, важными открытиями в физике магнитных наноструктур (например, эффект гигантского магнитосопротивления) и актуальностью изучения интерфейсных эффектов, влияющих на функционирование устройств спинтроники, стали интенсивно исследовать эффекты близости в других системах, прежде всего, содержащих ферромагнитные материалы. Поэтому понятие магнитного эффекта близости сейчас применяют для описания явлений, возникающих на поверхности и границах раздела различных слоев магнитных слоистых наноструктур [7, 8]. Рост многослойных наноструктур, содержащих тонкие слои различных материалов, позволяет получить структуры, которые обладают новыми, не встречающимися в объемных материалах, свойствами. Например, на границе раздела между слоями диэлектрических и не проявляющих в объеме магнитного упорядочения материалов $\text{LaAlO}_3/\text{SrTiO}_3$ наблюдается сосуществование магнитного упорядочения и сверхпроводимости [9,10, 11]. Эффектами магнитной близости [12, 13], в свою очередь называют явления, связанные с появлением или изменением параметров магнитного упорядочения.

Наиболее распространенным примером эффекта магнитной близости является появление наведенного магнитного момента в слое, находящемся в контакте с ферро- или ферримагнитно упорядоченным слоем. Первые экспериментальные результаты, касающиеся исследования магнитного эффекта близости в металлических системах ферромагнетик/парамагнетик, были

опубликованы в 1969 году [14], когда было продемонстрировано появление наведенной намагниченности в тонких пленках парамагнитных Pd или $\text{Ni}_{0.58}\text{Rh}_{0.42}$, осажденных на стеклянные подложки, и прикрытые сверху слоями магнитных металлов – Fe, Cr или Ni. В 1973 году было теоретически предсказано существование наведенной намагниченности в тонкопленочных системах, образованных слоями слабого зонного ферромагнетика и парамагнитного металла [15], ферромагнетик (ФМ) /антиферромагнетик (АФМ) [16], и в пленке парамагнитного или АФМ металла. В 1978 году Бергман в своей работе [17], посвященной исследованию намагниченности сверхтонких пленок Ni, Co и Fe, осажденных на парамагнитную металлическую подложку (Pb_3Bi), показал, что намагниченность первых слоев ФМ, лежащих на интерфейсе с парамагнитной подложкой, существенно отличалась от объемного значения и была ниже; сами измерения проводились при 10 К. Кроме того, пленки никеля толщиной менее трех монослоев не обладают намагниченностью, в то время как для пленок железа и кобальта намагниченность проявляется с первого монослоя. Работа [18] была одной из первых работ, посвященных исследованию магнитных свойств вещества с понижением размерности, где были обнаружены “магнитомертвые” слои Ni. Исследование наведенной намагниченности было затруднительным в связи с отсутствием в то время прямых методов измерения магнитного момента каждого слоя в отдельности. В дальнейшем экспериментально был исследован эффект магнитной близости в системе Fe/Au [19], при изучении туннелирования спин-поляризованных электронов. Полученные экспериментальные результаты свидетельствовали о том, что электроны проводимости в Au сохраняют свою спиновую поляризацию, на расстоянии до ~ 10 нм в глубину от интерфейса Fe/Au.

Были предложены различные механизмы, которые могут быть ответственны за формирование эффекта магнитной близости:

- 1) обменное взаимодействие в интерфейсной области;
- 2) нарушение трансляционной симметрии по нормали к интерфейсу, вызывающее дополнительные интерфейсные электронные состояния/зоны, не существующие в объемном материале [20,21];
 - изменение магнитокристаллической анизотропии вблизи поверхности или анизотропное обменное взаимодействие на интерфейсе, изменяющее ориентацию и величину спинового и орбитального моментов [22];
 - дополнительное обменное взаимодействие типа взаимодействия Дзялошинского—Мории [23, 24], связанное с нарушением трансляционной симметрии или отсутствием центра симметрии;
- 3) реконструкция атомной поверхности интерфейса, то есть другая геометрия расположения атомов, а значит и другая электронная и магнитная структуры [20];

4) эффекты гибридизации в интерфейсной области между материалами, образующими гетероструктуру [25,26];

5) магнострикционное взаимодействие между двумя материалами возникающее в связи с напряжениями кристаллической решетки [27].

Поскольку эффекты близости, как правило, проявляются в ограниченных областях вблизи межслойных границ, критически важным стало использование неразрушающих методов определения зависимости профилей намагниченности от толщины слоя. Существенного прогресса в изучении эффектов магнитной близости удалось добиться с появлением таких методик как рефлектометрия поляризованных нейтронов, рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия и рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм. Данные методы позволяют исследовать магнитные свойства каждого из слоев в отдельности и тем самым получать информацию об ориентации индуцированного магнитного момента и о том, как он распределен по толщине парамагнитного слоя. Особенно важным в последнее время считается развитие взаимодополняющих методов, сочетающих рентгеновские и нейтронные методики, что позволяет усилить достоинства и сгладить недостатки различных методов.

Наиболее изученной системой оказались гетероструктуры на основе Fe и 3d-переходного парамагнитного металла – ванадия. В ряде работ [28 - 33] было показано, что уже при комнатной температуре (300 К) в V индуцируется магнитный момент, ориентированный антипараллельно намагниченности слоя Fe. В теоретических работах [28, 29], предполагалось, что индуцированный магнитный момент в слое V существует лишь на границе раздела, а его величина должна зависеть от кристаллографической ориентации слоев. В то время как из результатов экспериментальных исследований гетероструктур и сверхрешеток Fe/V [30, 31] следовало, что индуцированный магнитный момент существует на дистанции порядка 5 монослоев (0.8 нм) от границы раздела и не зависит от ростовой ориентации. Дальнейшие исследования [32], выполненные на структурах Fe/V/Fe(110), подтвердили теоретические предсказания о том, что наведенный магнитный момент лежит в пределах первых двух монослоев. Исследования, проведенные в работе [33], показали, что величина индуцированного магнитного момента в V сильно зависит от степени несовершенства интерфейса между слоями V и Fe. В ходе обширного исследования, проведенного с использованием методов рентгеновской резонансной магнитной рефлектометрии, рентгеновского магнитного циркулярного дихроизма и рефлектометрии поляризованных нейтронов, было показано, что индуцированный магнитный момент может быть существенно больше в случае более шероховатого интерфейса, по сравнению с атомно гладким. К подробно изученным системам также относятся гетероструктуры со слоями ферромагнитных металлов группы железа (3d-оболочка) Fe, Co, Ni и парамагнитных металлов группы палладия (4d-оболочка), например, Ru,

Rh, Pd [25, 34 - 37], или группы платины (5d-оболочка), например, Pt, Ir, W или Au [22,25, 38]. В большинстве случаев, в качестве основного экспериментального метода использовался метод рентгеновского магнитного циркулярного дихроизма (XMCD). Эффект магнитной близости также наблюдался в металлических гетероструктурах ферромагнетик/антиферромагнетик на основе переходных 3d - металлов, например Co/Mn [39 - 41].

Большой интерес представляет эффект близости в магнитоупорядоченных гетероструктурах в случае, когда составляющие систему элементы имеют значительное различие в температурах магнитного упорядочения. По утверждению авторов [42], в таких случаях, металл с более высокой температурой упорядочения может повысить температуру магнитного упорядочения другого элемента. Подобные явления наблюдались в ряде экспериментальных исследований систем ферромагнетик/антиферромагнетик. Эффект близости также может проявиться в стабилизации магнитного порядка не по всей толщине слоя, а в интерфейсной области гетероструктуры. Так в тонкопленочной системе Fe/(Ga, Mn)As [43] при температурах около 300 К, сильно превышающих T_C (Ga, Mn)As (~60К), наблюдался ферромагнитный порядок в поверхностной области (Ga,Mn)As на глубине до 2 нм от интерфейса Fe/(Ga, Mn)As, вызванный обменным взаимодействием со слоем ФМ ($T_C \sim 1023$ К). Направление наведенного магнитного момента в слое полупроводника было противоположно намагниченности слоя Fe, а коэрцитивная сила и форма петли для моментов Fe ферромагнитного слоя и моментов Mn в слое полупроводника совпадала.

Подводя итог, можно сказать, что эффект магнитной близости, во многом определяется магнитной структурой границы раздела. Как внутренние причины (структура магнитного упорядочения на интерфейсе, величина магнитной анизотропии ФМ и АФМ), так и внешние причины (атомарная неидеальность границы раздела (шероховатость, разориентация и т.п.), размер и ориентация кристаллографических доменов ФМ и АФМ компонент) существенно влияют на эффект близости, что делает теоретический анализ этого явления довольно сложным. Наиболее удобными и хорошо изученными системами для исследования эффекта близости из-за его интерфейсной природы в силу меньшего числа неоднозначностей, определяющих свойства интерфейса, являются планарные гетероструктуры. На данный момент работ по изучению эффекта близости систем ФМ/АФМ/ФМ не существует, поэтому эта система интересна для дальнейшего исследования.

1.2 Системы ферромагнитный металл/неферромагнитный металл/ферромагнитный металл

Планарные многослойные магнитные наноструктуры состоят из двух или более пленок ферромагнетика, разделенных прослойками неферромагнитного материала (НМ). Слои имеют толщину от десятков до сотен ангстрем. Многослойные структуры, состоящие только из двух ферромагнитных слоев, разделенных одним немагнитным слоем, называют «сэндвичами», а для структур с большим числом пар чередующихся слоев ФМ и НМ используется термин «сверхрешётка».

Из-за косвенного обменного межслойного взаимодействия ферромагнетиков через немагнитную прослойку при изменении толщины прослойки магнитные моменты ферромагнитных слоев могут упорядочиться между собой ферромагнитно, антиферромагнитно или неколлинеарно.

Исследование сверхрешёток имеет ряд преимуществ относительно сэндвичей. Из-за того, что в сверхрешётке каждый слой ферромагнетика взаимодействует одновременно не с одним, а двумя соседями, эффекты межслойного взаимодействия проявляются сильнее. Кроме того, большая суммарная толщина слоев в сверхрешётках делает их более подходящими для нейтронографических, магнитометрических измерений, магнитотранспортных и ряда других исследований. С другой стороны, полученные данные для сверхрешеток сложнее для обработки и интерпретации.

Многослойные магнитные системы представляют огромный интерес для исследования как с точки зрения фундаментальной физики, так и для решения прикладных задач, например, использование спина электронов для записи, хранения и передачи информации. Это чрезвычайно быстро развивающаяся область физики конденсированного состояния.

В этом разделе приведен обзор основных экспериментальных результатов, которые определили развитие данной тематики и имеют наиболее близкое отношение к представленным в диссертационной работе исследованиям.

▪ Fe/Cr/Fe

Актуальность этого направления исследований подтверждается присуждением Нобелевской премии 2007 года А. Ферту и П. Грюнбергу за открытие эффекта гигантского магнетосопротивления в сверхрешётках Fe/Cr. В этих структурах хром используется в качестве

немагнитного слоя. Основной работой, побудившей массовый интерес к проблеме межслойного взаимодействия в системе Fe/Cr/Fe, можно считать статью Грюнберга и соавторов, опубликованной в 1986 году [44]. В работе было показано, что два ферромагнитных слоя, разделенных неферромагнитной прослойкой Cr, в диапазоне толщин от 4 Å до 8 Å ориентируются между собой антиферромагнитно. В 1987 году существование антиферромагнитного упорядочения Fe/Cr/Fe было подтверждено методом дифракции низкоэнергетических спин-поляризованных электронов в работе [45].

Система Fe/Cr/Fe является одной из наиболее изученных обменносвязанных слоистых наноструктур [46 - 56]. Главная особенность этой системы – наличие осцилляций межслойного обменного взаимодействия в зависимости от толщины прослойки хрома. В данной структуре можно наблюдать «длинный» период осцилляций ≈ 18 Å, при этом прослойка Cr толщиной ≈ 9 Å обеспечивает АФМ межслойный обмен, в то время как ≈ 18 Å Cr соответствуют ФМ межслойному взаимодействию. Такие осцилляции связывают с механизмом обмена РККИ посредством электронов проводимости в хrome. Существует не только «длинный» период, в более качественных образцах можно наблюдать «короткий» период осцилляций ≈ 2.8 Å, который обусловлен АФМ структурой хрома [47,53,55]. Наряду с обменным взаимодействием существует вклад от «биквадратичного» взаимодействия слоев Fe через прослойку Cr, которое может приводить к неколлинеарной магнитной структуре [48, 51, 52]. Существование такого вклада связывается с влиянием несовершенства межслойных границ [46,55].

Для объяснения этого эффекта авторы предложили ввести в выражение для энергии взаимодействия ферромагнитных слоев дополнительный член, который пропорционален квадрату скалярного произведения их намагниченностей $(\mathbf{M}_1, \mathbf{M}_2)^2$, помимо обычного члена гейзенберговской формы, пропорционального первой степени $(\mathbf{M}_1, \mathbf{M}_2)$. Таким образом, энергию в расчете на единицу площади можно записать в виде:

$$E = \frac{J_1}{M_S^2} (\mathbf{M}_1, \mathbf{M}_2) + \frac{J_2}{M_S^4} (\mathbf{M}_1, \mathbf{M}_2)^2,$$

M_S - модуль намагниченности в ФМ слоях. Данная модель называется модель биквадратичного обмена, а величины J_1 и J_2 – константы билинейного и биквадратичного обмена. Из формулы видно, что конкуренция первого и второго слагаемого может приводить к произвольному углу между магнитными моментами ФМ слоев.

Впервые упорядочение магнитных моментов под промежуточным углом (отличным от 0° , 90° и 180°), которое называется «скошенное», экспериментально наблюдалось в сверхрешётках $[\text{Fe}(\text{Cr})_N]$ методом рассеяния поляризованных нейтронов [57]. Авторами был зафиксирован угол упорядочения равный 50° .

1.3 Системы редкоземельный металл/переходный металл

Металлические магнитные сверхрешётки, содержащие редкоземельные и 3d- переходные металлы, впервые попали в поле зрения исследователей более 40 лет назад [58]. На их примере было ярко продемонстрировано существование обменного взаимодействия между сопрягающимися поверхностями разнотипных магнетиков и фактически указан способ искусственного формирования сложных магнитных структур. Однако, ограниченные технологические и методические возможности того времени оставили открытыми целый ряд важных вопросов в физике новых магнитных сред. В частности, не была детализирована связь между толщинами, структурой различных слоев и магнитными свойствами многослойных РЗМ/ПМ наноструктур, в том числе при квазистатическом и динамическом перемагничивании, не выделена роль межслойных интерфейсов и немагнитных прослоек, не обозначены сферы применения подобных объектов.

Интерес к РЗМ/ПМ слоистым тонкопленочным наноструктурам вновь возник в середине 80-х годов [59, 60, 61] и остаётся актуальным в наше время [62]. Этому способствовало несколько обстоятельств. Во-первых, в научную и производственную практику вошли магнетронное распыление и молекулярно-лучевая эпитаксия как способы получения тонких пленок с хорошо контролируемыми параметрами [63]. Во-вторых, существенно усовершенствовались техника и методика изучения магнитной структуры планарных объектов. Наряду с нейтронографией и Мессбауэровской спектроскопией для этой цели в последние годы эффективно используются методики, основанные на применении синхротронного рентгеновского излучения [64, 65, 66]. В-третьих, более четко обозначились области практического применения многослойных РЗМ/ПМ пленок. Здесь можно отметить определённые достижения в области разработки многослойных материалов для записи информации [67, 68] или магнитострикционных преобразователей [69]. На данный момент опубликовано более 200 работ, посвященных РЗМ/ПМ наноструктурам. Главное внимание в них сосредоточено на таких проблемах как особенности атомного строения слоев и межслойных интерфейсов, магнитная структура многослойных пленок и ее модификация в магнитном поле и при изменении температуры, механизмы межслойного обменного взаимодействия, перпендикулярная магнитная анизотропия.

Одной из характерных черт наноразмерных объектов, в том числе и РЗМ/ПМ многослойных наноструктур, является сильная зависимость их атомной структуры от условий получения и

геометрических параметров отдельных составляющих. Это обуславливает повышенную изменчивость их магнитных свойств и, в конечном счете, служит основой научного и практического интереса к многослойным пленкам. Однако, большая чувствительность фундаментальных магнитных характеристик (спонтанной намагниченности, температуры Кюри, величины кристаллической магнитной анизотропии) к способу получения и размерному фактору остро ставит проблему воспроизводимости свойств и требует повышенного внимания к технологии получения пленок.

Сверхрешётки РЗМ/ПМ несут в себе уникальное сочетание элементов магнетизма нескольких групп магнитных веществ, которые сами по себе разнотипны. Ферромагнитные переходные 3d- металлы являются зонными магнетиками. Основные носители магнетизма в них – 3d-электроны, которые в значительной степени коллективизированы, а магнитное упорядочение осуществляется за счет прямого обменного взаимодействия и является короткодействующим. Эти металлы, как правило, характеризуются ферромагнитным упорядочением, высокими температурами Кюри и высокими значениями намагниченности.

В редкоземельных металлах магнетизм связан с 4f-электронами, принадлежащих глубинным электронным оболочкам. Это приводит к локализации магнитных моментов на атомах и отсутствию прямого обменного взаимодействия в системе 4f-электронов. Магнитное упорядочение осуществляется благодаря косвенному обмену через электроны проводимости. Такое взаимодействие является осциллирующим и дальнедействующим. Оно обуславливает низкие температуры магнитного упорядочения и способствует образованию сложных магнитных структур.

К третьей группе веществ следует отнести сплавы редкоземельных и 3d-элементов. Они могут возникать за счет межслойного перемешивания при получении, последующем отжиге [70] или ионном облучении [71] пленок. В кристаллическом состоянии РЗ/ПМ сплавы из-за различных ионных радиусов не образуют непрерывных твердых растворов и существуют как стабильные интерметаллические соединения. Отличительными свойствами ряда таких соединений являются высокая магнитная анизотропия и магнитострикция. Реальные РЗМ/ПМ мультислои имеют склонность к аморфизации. В связи с этим можно полагать, что межслойным областям переменного состава, если таковые образуются, также свойственно аморфное состояние. Наиболее изученными являются аморфные пленки Gd–Co, Gd–Fe, Tb–Fe [72], которые и послужили отправной точкой для возникновения интереса к соответствующим многослойным структурам. К существенным особенностям свойств аморфных РЗ/ПМ пленок можно причислить высокую структурную устойчивость, наличие магнитного упорядочения в широкой области температур, монотонное изменение основных магнитных характеристик при вариации состава.

Таким образом, одним из источников формирования магнетизма и сопутствующих ему свойств в таких пленках является суперпозиция свойств самих РЗ/ПМ металлов и их сплавов. Другим не менее (а в ряде случаев и более) важным источником следует считать специфические межслойные взаимодействия. Именно они определяют функциональную целостность многослойных образований.

Исследовательский интерес к многослойным РЗМ/ПМ пленкам имеет существенную практическую подоплеку. Поэтому в подавляющем числе случаев для изучения выбираются слоистые структуры, содержащие сильномагнитные компоненты, т.е. металлы, обладающие высокими температурами магнитного упорядочения. Среди *3d*-металлов это Fe и Co, а из редкоземельных элементов – Gd, Tb, Dy.

1.4 Многослойные структуры на основе Gd

▪ Системы редкоземельный металл/редкоземельный металл

В 1990-е годы, в связи со значительным прогрессом в технологиях роста эпитаксиальных тонкопленочных наноструктур стали интенсивно развиваться исследования редкоземельных сверхрешёток. Предполагалось, что из-за химической схожести тяжелых редкоземельных металлов, структуры (такие как DyGd, и DyTb, DyEr, HoEr и др. [73, 74]) будут иметь параллельное упорядочение всех магнитных моментов РЗМ и высокое значение намагниченности насыщения. Были синтезированы серии сверхрешеток Dy/Y, Dy/Gd и др., определены их фазовые диаграммы в зависимости от толщины слоев, температуры и магнитного поля [73, 74]. Было установлено, что эффекты близости и наличие большого числа пар слоев в сверхрешётках приводят к возникновению новых магнитных свойств, таких как, например, осциллирующее межслойное обменное взаимодействие через немагнитные прослойки, например, в Dy/Y, подавление перехода Dy в ферромагнитную фазу из-за возникновения эпитаксиальных напряжений в сверхрешётках и др.

На Рисунке 1 представлены температурные зависимости намагниченности насыщения для пленок Gd, Dy, Tb и сплавы DyGd, DyTb. Кривые намагниченности насыщения DyGd и DyTb лежат примерно посередине между кривыми для чистых металлов.

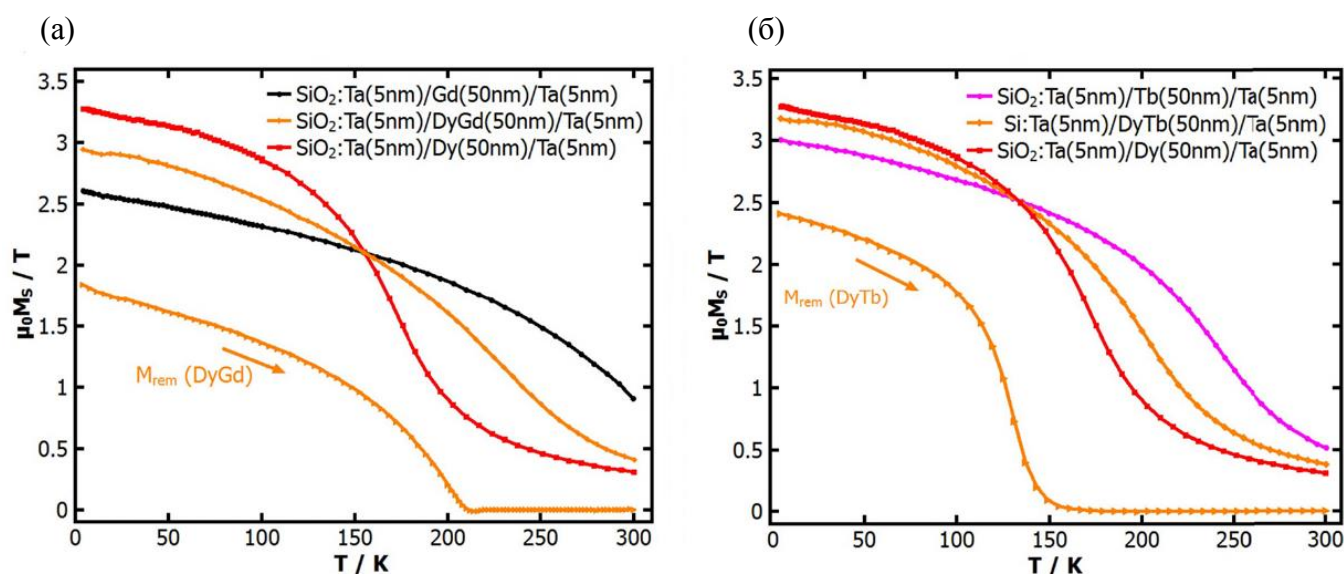


Рисунок 1. Температурные зависимости намагниченности насыщения тонких пленок РЗМ в сравнении со сплавами DyGd (а) и DyTb (б) [73].

Эти измерения показали, что намагниченности соединений РЗМ/РЗМ не превышают значения намагниченности насыщения чистых объемных Gd, Dy и др. [73].

В системе же Gd/Y (итрий рассматривается как аналог тяжелых редкоземельных металлов, имеющий схожую внешнюю электронную конфигурацию $4d^1 5s^2$) установлено [76], что гадолиний в пределах одного слоя упорядочивается ферромагнитно, при этом соседние слои Gd упорядочены ферромагнитно или антиферромагнитно, в зависимости от толщины слоя Y, что также объясняется осциллирующим характером РККИ взаимодействия.

▪ Тонкие пленки Gd

Отдельным пунктом можно выделить тонкие пленки Gd, так как существует ряд структурных особенностей, которые не наблюдаются в других системах.

Все редкоземельные металлы (за исключением европия) при нормальных условиях имеют плотноупакованные структуры. Гадолиний имеет при комнатной температуре гексагональную структуру с плотной упаковкой (ГПУ) типа (A3) с пространственной группой $R6_3/mmc$. Но известно, что физические свойства низкоразмерных систем могут отличаться от объемных. Также на формирование кристаллической структуры влияет условия получения (температура при осаждении, давление, скорость напыления и др.) тонких пленок Gd.

Образование двух фаз ГЦК (гранцентрированная кубическая) и ГПУ Gd в тонких пленках было найдено не так давно [77, 78, 73]. ГЦК фаза Gd в тонких слоях формируется на промежуточном слое Ta в структурах $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Gd}/\text{Ta}$ [77, 73], $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Gd}/\text{Cr}/\text{Fe}_{70}\text{Co}_{30}/\text{Ta}$ [78],

а также Gd(0001), выращенный на Mo(112) [79] и на W (110) [80]. С другой стороны, сообщалось о формировании фазы ОЦК Gd в системах SiO₂/Ta/Gd/Ta [81]. Имеются также публикации, согласно которым в наногетероструктурах Fe/Cr/Gd в слоях Gd формируется исключительно фаза ГПУ Gd [5]. Рассмотрим, к примеру, систему Ta/Gd/Ta, в соответствии с работами [82], металл тонкой пленки начинает формироваться в ГЦК фазу с текстурой (111) на границе раздела с промежуточным слоем, т.е. (111) плоскости. Вероятнее всего, дефекты упаковки происходят из-за решеточного несоответствия [83]. При дальнейшем напылении РЗМ переходит в ГПУ фазу с последующей кристаллизацией. На качество кристаллической структуры влияет не только переходный слой, но и температура напыления Gd. Для образцов, изготовленных при высокой температуре (350°C), ГПУ структура преобладает [77, 84]. Намагниченность ГЦК фазы меньше (~ 175 emu/cm³ при 60 К), чем у ГПУ фазы (~ 640 emu/cm³ при 60 К) [82, 85]. Температура Кюри ГЦК Gd выше 300 К. К сожалению, в настоящее время мало что известно о магнитных свойствах ГЦК Gd, в опубликованных работах приводится противоречивая информация.

▪ Fe/Gd

Сверхрешётки Fe/Gd – это искусственные системы с интересной магнитной структурой, которая зависит от температуры и приложенного внешнего магнитного поля.

Из «тяжелых» редкоземельных элементов Gd имеет наибольшую температуру Кюри T_C (293 К), и только он является коллинеарным ферромагнетиком во всем температурном диапазоне. Сферичность электронной оболочки ионов Gd приводит к низкой кристаллической магнитной анизотропии.

В нормальных условиях магнитные моменты Fe и Gd в наноструктуре Fe/Gd из-за обменного взаимодействия упорядочены антипараллельно и суммарный магнитный момент системы равен разности моментов Fe и Gd.

Отличительной чертой ферромагнетизма мультислоев Fe/Gd является разнообразие типов температурных зависимостей спонтанной намагниченности M(T). При разных толщинах слоев реализуются как монотонные, так и немонотонные температурные зависимости спонтанной намагниченности. Это обусловлено различием в температурном поведении парциальных намагниченностей РЗМ и ПМ слоев и варьированием их вкладов в спонтанную намагниченность.

Из-за низкой температуры Кюри Gd (293 К) по сравнению с T_C Fe (1043 К), в системах Fe/Gd возможно существование температуры компенсации – температуры, при которой магнитные моменты слоев Gd и Fe уравниваются. Ранее наблюдалось, что тонкие слои Gd в контакте с Fe

имеют большой магнитный момент на атом Gd даже при комнатной температуре ($6.8 \mu_B/\text{атом}$) [86]. Камли со своими коллегами рассчитал магнитную фазовую диаграмму (H,T) для Fe/Gd [87], которая предсказывает несколько состояний системы (Рисунок 2): Fe – ориентированная фаза, скрученная (или скошенная) и Gd – ориентированная фаза. Согласно [87, 88, 71] наличие сильного обмена на границе Fe/Gd приводит к неоднородному распределению намагниченности внутри слоев Gd. В Gd – ориентированной фазе магнитные моменты слоев Gd (Fe) направлены вдоль (против) приложенного магнитного поля, данная фаза стабильна при низких температурах, где магнитный момент Gd доминирует. При высоких температурах, где доминирует магнитный момент Fe, Fe – ориентированная фаза с магнитными моментами Fe (Gd), направленными по полю (против). При температурах близких к температуре компенсации наблюдается скрученная фаза, в данном состоянии магнитные моменты слоев повернуты относительно поля на какой-то угол. Авторы не случайно ввели термин «скрученная» фаза, подчеркивая специфику неколлинеарной магнитной структуры в слоистых средах. В результате, образуется пространственная неоднородность неколлинеарной фазы, в которой угол между локальной намагниченностью и внешнем полем уменьшается от границы раздела к центру слоев [3, 89, 90, 91]. На это накладывается еще два фактора: слабое обменное взаимодействие Gd-Gd и неоднородное распределение намагниченности в слоях Gd. Последнее обусловлено обменным подмагничиванием наружных частей Gd со стороны Fe. В итоге скрученная магнитная структура в редкоземельных слоях характеризуется угловой и амплитудной дисперсией намагниченности.

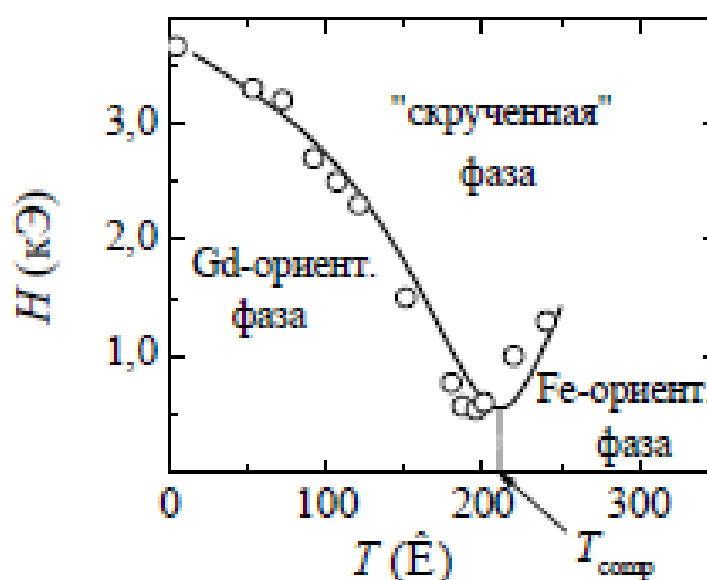


Рисунок 2. Фазовая T-H диаграмма для сверхрешеток Fe/Gd определенная на эксперименте (точки) и рассчитанная теоретически (линия) [87].

С использованием методов рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии было установлено, что эффект близости Fe приводит к возникновению индуцированного магнитного момента в интерфейсной области Gd толщиной около 2-4 атомных монослоя Gd. Величина этого индуцированного момента слабо меняется с температурой и остается неизменной при температуре значительно выше температуры Кюри Gd [2, 95, 96]. Эффект близости в этой системе дополнительно приводит к неоднородному изменению ориентации магнитных моментов внутри слоев Gd при приложении магнитного поля.

Большое внимание сфокусировано на многослойках Fe/Gd с большим числом повторений, в то время как с малым числом повторений исследования проводились редко.

▪ Gd/Cr

Система Gd/Cr также имеет интересные магнитные свойства. Многослойки РЗМ и ПМ, в которых толщина слоя меньше или сравнима с параметром решетки металлов, имеют особый ферромагнетизм. В работе [97] показано, что магнитные моменты слоев Gd и Cr при 12 К параллельно ориентированы и их значения равны 3.3 ± 0.1 и 0.1 ± 0.1 μ_B /атом. Поскольку значение магнитного момента Cr 0.1 μ_B /атом находится за пределом экспериментальной возможности метода РПН, результат данной работы остается сомнительным.

▪ Fe/Cr/Gd

Несмотря на давнее исследование межслойного магнитного взаимодействия в слоистых структурах, до сих пор остается малоизученным взаимодействие между ФМ слоями различного типа – 3d и 4f металлов – через неферромагнитные металлические прослойки. Разное строение электронных оболочек и, как следствие, характер магнетизма 3d и 4f элементов могут способствовать появлению новых механизмов межслойного взаимодействия. Например, результаты работ [98 - 102] показали, что наличие одной и той же прослойки (X) в слоистых структурах 3d/X/4f и 3d/X/3d (X=Pt, Cr) приводит к различному виду зависимости межслойного обмена от толщины слоя X, причины, которых до конца не изучены.

В связи с этой проблемой, становится интересным исследовать влияние металлической немагнитной прослойки Cr на межслойное обменное взаимодействие в системе Fe/Cr/Gd.

Впервые такая магнитная система в связи с возможностью реализации структуры с большим магнитным моментом и высокой температурой ферромагнитного упорядочивания была предложена Sanyal с соавторами [4]. Авторы указанной работы предположили, что можно изменить тип межслойного магнитного упорядочения, если ввести между слоями Fe и Gd

прослойку, состоящую из нечетного числа монослоев Cr. Проведенное численное моделирование подтвердило такую возможность. Результаты эксперимента, проведенного методом рентгеновского кругового дихроизма, показали, что при толщине прослойки Cr в 5 монослоев в структуре Fe/Cr/Gd проекция намагниченности слоев Fe и Gd на направление магнитного поля имеет положительный знак. Это авторы объясняют ферромагнитным межслойным магнитным взаимодействием. Однако, при толщине прослойки хрома в 3 монослоя сохраняется антиферромагнитное упорядочение. Авторы предполагают, что несовершенство интерфейсов между слоями является причиной такого поведения.

Влияние толщины прослойки хрома на межслойное взаимодействие также исследовалось в структурах FeCo/Cr/Gd [78] и Gd/Cr/Co [102], аналогичных системе Fe/Cr/Gd. В работе [102] авторы показали с помощью вибрационной магнитометрии, что в сверхрешетках Gd/Cr/Co и Gd/Pt/Co можно магнитные моменты слоев Gd и Co упорядочить ферромагнитно. Однако при наличии только магнитометрических данных в этих работах нельзя сделать однозначные выводы о характере межслойного обмена.

Таким образом, для понимания физических механизмов, приводящих к вышеуказанным аномалиям в магнитных свойствах Fe/Cr/Gd сверхрешеток, необходимо проведение комплексных структурных и магнитных исследований, в которых будет получена сравнительная информация как о внутрислойной кристаллической структуре, о структуре межслойных границ, так и о магнитных свойствах системы.

Несмотря на очевидную перспективность системы Fe/Cr/Gd остаются малоизученными. В частности, остаются неисследованными следующие моменты:

- не проводились исследования на сверхрешетках;
- нет систематического исследования зависимости магнитного упорядочения от толщины прослойки Cr;
- не была изучена структура интерфейсов.

Можно сделать вывод, что исследование сверхрешеток Fe/Cr/Gd является актуальным.

2. Методика эксперимента

2.1 Синтез сверхрешёток методом высоковакуумного магнетронного распыления

Сверхрешётки были выращены методом высоковакуумного магнетронного распыления на постоянном токе с помощью напылительной магнетронной установки MPS-4000-C6 (Ulvac) в лаборатории электрических явлений (ИФМ УрО РАН) Проглядо В. и Наумовой Л.И.. Общий вид магнетронной установки приведен на Рисунке 3. Установка состоит из трех вакуумных камер: 1) камера загрузки, оснащенная радиочастотным магнетроном для очистки поверхности подложек методом обратного распыления; 2) камера напыления диэлектриков, оснащенная радиочастотным магнетроном; 3) камера напыления металлов, которая содержит шесть магнетронных источников на постоянном токе. Базовое давление остаточных газов в камере напыления металлов составляет 5×10^{-7} Па. Напыление производится в атмосфере особо чистого аргона. Подложка при напылении вращается для обеспечения одинаковой толщины пленки по всей поверхности подложки. Мишени, используемые в камере напыления металлов, представляют собой диски диаметром 50 мм. Толщина мишени зависит от ее материала. Мишени из ферромагнитных материалов (Fe, Gd) имеют толщину не более 1.5 – 2.0 мм. При большей толщине мишеней из магнитного материала конфигурация магнитного поля вблизи мишени изменяется, и возникновение магнетронного разряда происходит нестабильно. Толщина немагнитных мишеней составляет от 2 до 5 мм.

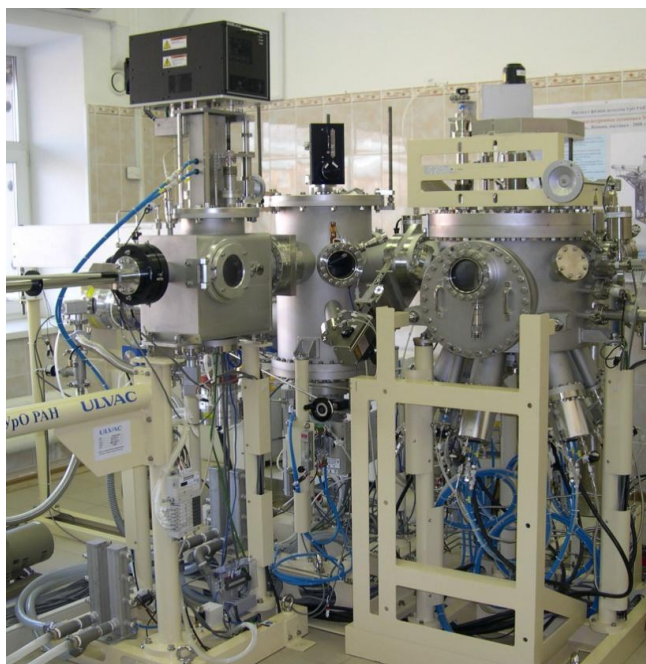


Рисунок 3. Трехкамерная высоковакуумная магнетронная напылительная система MPS-4000 C6.

Держатель с прикрепленной к нему мишенью устанавливается на верхнюю часть магнетрона в камере напыления металлов, как схематически показано на Рисунке 4. При магнетронном напылении используется плазма тлеющего разряда в аргоне при давлении 0.1 Па. В области разряда создано магнитное поле, которое концентрирует плазму на мишени-катоде. Перед началом процесса в камере создается вакуум (давление остаточных газов составляет порядка 10^{-7} Па). Между катодом (мишенью из распыляемого материала) и анодом (большим и малым колпаками над мишенью) прикладывается постоянное напряжение, величина которого превышает потенциал ионизации и напряжения пробоя, поэтому с катода эмитируются электроны. После этого в камеру напускается аргон. Траектории движения электронов располагаются между местами входа и выхода силовых линий магнитного поля. В этих местах и локализуется интенсивное образование плазмы и протекание процессов распыления. Образующиеся ионы аргона бомбардируют мишень и выбивают из нее атомы.

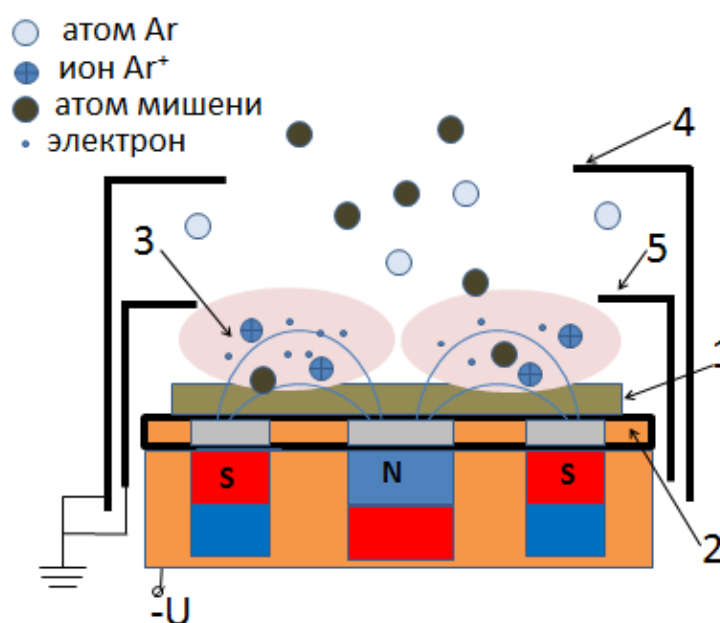


Рисунок 4. Схематическое изображение распыления атомов мишени при магнетронном разряде. 1 – мишень (катод), 2 – держатель мишени (чередующиеся кольцевые полосы из меди и магнитного металла), 3 – плазма магнетронного разряда, 4, 5 – большой и малый колпаки из нержавеющей стали (аноды)

Процесс напыления многослойной наноструктуры контролировался специально составленной программой. Программа задает последовательность напыления слоев, время напыления каждого слоя, время запуска в камеру газообразного аргона, мощность магнетронов, давление аргона, температуру подложки, скорость вращения подложки. Технологические параметры напыления наноструктур:

- мощность магнетронов – 100 Вт;
- давление аргона – 0.1 Па;
- чистота аргона – 99,9998 %;
- частота вращения подложки – 10 об./мин.;
- напряженность магнитного поля приложенного в плоскости подложки – 110 Э;
- температура подложки во время напыления – (300 ± 2) К;
- остаточное давление газов в камере напыления перед запуском аргона – $3 \cdot 10^{-7}$ Па;
- скорость осаждения Fe, Cr ~ 0.5 Å/сек и Gd ~ 1.02 Å/сек.

2.2 Рентгеновские методы исследования структурных свойств сверхрешёток

Ключевым элементом в формировании многих физических, в том числе магнитных, свойств тонких пленок является их структурное состояние. Оно характеризуется наличием определенного порядка (или беспорядка) в расположении атомов на расстояниях, сравнимых с межатомными расстояниями, (атомная структура), а также размерами, формой и расположением образований большего масштаба (микроструктура) (т.е. кристаллиты, межкристаллитные границы, композиционные и другие пространственно оформленные неоднородности). При относительно большой толщине ($D > 10$ нм) структурное состояние пленок, прежде всего, зависит от способа и температурного режима напыления. Наиболее распространенной методикой, используемой для изучения структурных элементов тонких пленок вообще и РЗМ/ПМ пленок в частности, является просвечивающая электронная микроскопия, электронная и рентгеновская дифрактометрия.

В данной работе исследования кристаллической структуры, слоистой структуры и степени совершенства слоев и интерфейсов проводились методами рентгеновской дифракции и рентгеновской рефлектометрии высокого разрешения.

Рентгеноструктурный анализ основан на получении и анализе дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов облучаемого объекта. Если рентгеновские лучи попадают на упорядоченную систему атомов, то волны, рассеянные различными атомами такой системы и распространяющиеся в одном определенном направлении, интерферируют между собой. Каждый кристалл является упорядоченной системой атомов или совокупностью атомных плоскостей. Таким образом, от

кристалла любого вещества может быть получена характерная для него рентгеновская дифракционная картина.

При углах падения, удовлетворяющих условию Вульфа-Брэгга:

$$2d \sin \theta_B = n\lambda \quad (2.1)$$

происходит образование дифракционной волны большой интенсивности. Здесь λ - длина волны излучения, d – межплоскостное расстояние. Согласно условию Вульфа-Брэгга, дифракционные максимумы получаются только при определенных направлениях и межплоскостных расстояниях.

В рентгеновском дифрактометре осуществляется регистрация дифракционной картины при помощи детектора квантов рентгеновского излучения. Зафиксированная таким образом зависимость интенсивности рассеяния от угла дифракции называется дифрактограммой или рентгенограммой. Области применения рентгеновской дифрактометрии: анализ кристаллической структуры и фазовый анализ; анализ нарушений кристаллической структуры; количественный анализ текстуры.

Из кристаллографии известна связь между периодом ячейки и межплоскостным расстоянием. Для кубической ячейки, например, она определяется выражением

$$a^2 = \left(\frac{d}{n}\right)^2 (H^2 + K^2 + L^2),$$

индексы интерференции (HKL) равны произведению индексов семейства плоскостей (hkl), отражение от которых дает данную линию на рентгенограмме, на порядок отражений n :

$$H=nh; K=nk; L=nl.$$

$$\frac{d}{n} = d_{hkl}.$$

Из формулы (2.1), получим выражение

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2}\right)(H^2 + K^2 + L^2).$$

Для гексагональной сингонии

$$\sin^2 \theta = \left(\frac{\lambda^2}{4a^2}\right) \left[\frac{4}{3}(H^2 + K^2 + HK) + L^2 \frac{a^2}{c^2} \right].$$

Таким образом, каждому значению $\sin \theta$, а следовательно, и d_{hkl} соответствуют определенные значения индексов интерференции HKL . В случае сложных решеток с базисом некоторые отражения гасятся закономерно, и линии с соответствующими индексами HKL на рентгенограмме отсутствуют. Закономерности погасания зависят от симметрии решетки и расположения атомов в элементарной ячейке (т.е. от типа решетки), и их определяют из условий равенства нулю структурного фактора интенсивности.

В случае объемноцентрированной решетки гасятся линии, для которых сумма индексов ($H+K+L$) есть число нечетное.

В случае гранецентрированной решетки гасятся линии, для которых индексы H , K , L есть числа разной четности.

В случае гексагональной плотноупакованной решетки гасятся линии, для которых индекс L есть число нечетное, а сумма $H+2K$ кратна трем, а также линии вида $00L$ при нечетном значении L . Систематизация всех возможных погасаний приведена в книге [103].

2.2.1 Рентгеновская рефлектометрия

Рентгеновская рефлектометрия является одним из методов контроля и аттестации тонких пленок, а так же многослойных планарных наноструктур. Метод позволяет получить информацию о толщинах тонких пленок (от 1 до 1000 нм), среднеквадратичной шероховатости поверхности и интерфейсов, а так же о средней плотности вещества исследуемой слоистой структуры. Метод рентгеновской рефлектометрии основан на регистрации и анализе дифракционной картины от рентгеновских лучей, отраженных образцом при малых ($\theta = 0.1 - 5^\circ$) углах падения. При углах падения меньше критического $\theta < \theta_k$ происходит полное отражение падающего пучка поверхностью образца. Величина критического угла для большинства материалов $\theta_k < 0.3^\circ$. По величине критического угла можно оценить среднюю плотность ρ вещества образца $\theta_k \sim \rho^{1/2}$. При углах падения больше критического $\theta > \theta_k$ рентгеновское излучение проникает в образец. Лучи, отраженные разными интерфейсами интерферируют, и в результате на дифрактограмме регистрируются осцилляции интенсивности (кессиговские осцилляции). Период осцилляций $\Delta\theta$ определяется толщиной пленки: $\Delta\theta \approx \lambda/(2d)$, где d – толщина пленки, λ - длина волны рентгеновского излучения. Спадание интенсивности осцилляций связано с шероховатостью слоев. Чем выше совершенство поверхности и интерфейсов, тем в большем интервале углов наблюдаются кессиговские осцилляции [104].

Метод рентгеновской рефлектометрии заключается в измерении коэффициента зеркального отражения рентгеновского излучения как функции переданного импульса фотона q (Рисунок 5). Структуру образца определяют, как правило, путем подгонки (моделирования) экспериментальной кривой модельной, в которую входят параметры, описывающие структуру образца. Таким образом, подгонка экспериментальных кривых позволяет восстановить структурный профиль образца.

Алгоритм численного решения задачи о зеркальном отражении от произвольного потенциала был предложен Парратом [105]. Произвольный потенциал гетероструктуры рассматривается как последовательность прямоугольных потенциалов, т.е. структура рассматривается как N однородных по глубине пленок толщиной z_j с коэффициентом отражения r_j и z -компонентой переданного импульса q_{zj} , шероховатость и неидеальность границ при этом описывается путем введения дополнительных подслоев. Исходя из условия сохранения тангенциальной компоненты волнового вектора на границе раздела Парратом было получено рекуррентное соотношение для коэффициента отражения:

$$R_j = \frac{r_j + R_{j+1} e^{2i\varphi}}{1 + r_j R_{j+1} e^{2i\varphi}} \quad (2.2),$$

где r_j – коэффициент Френелевского отражения на границе между $j-1$ и j слоем, а R_{j+1} – коэффициент отражения от границы между j и $j+1$ слоями. Итерации начинаются с подложки, в сторону уменьшения j , до $j=0$, подложка считается полубесконечной, а значит $R_{j+1}=0$.

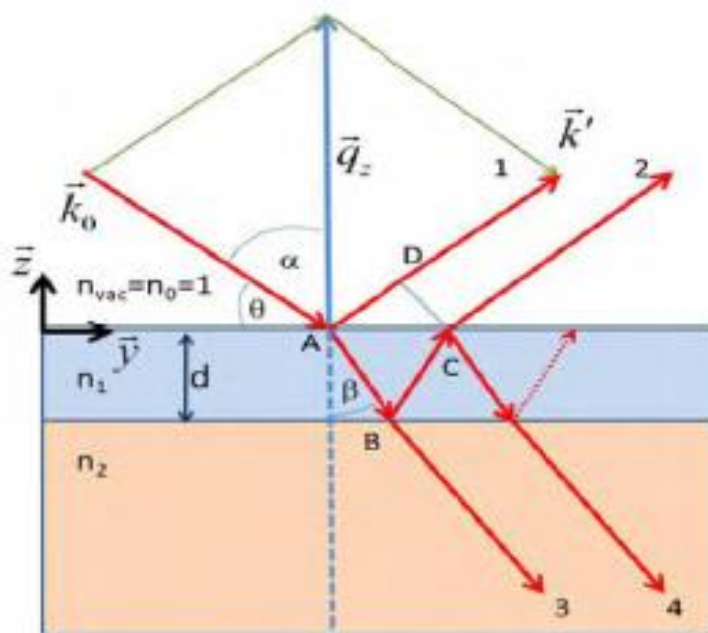


Рисунок 5. Геометрия эксперимента в методе рефлектометрии рентгеновского излучения.

Все рентгеновские измерения приведенные в диссертации выполнялись на лабораторном рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2 (Рисунок 6). Обработка проведена с помощью программы PANalytical X'Pert Reflectivity.

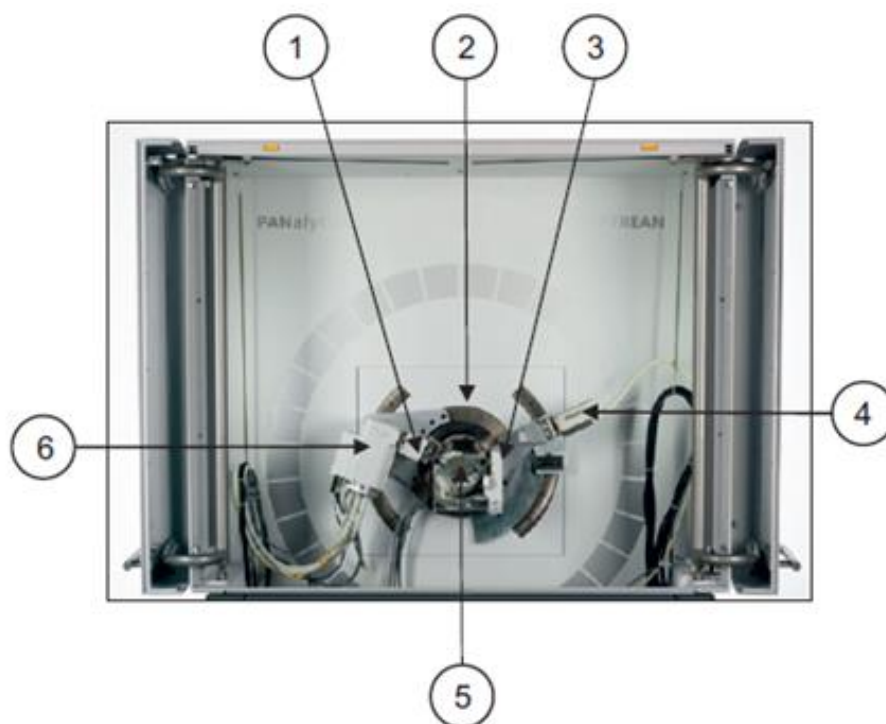


Рисунок 6. Фотография и схема используемого в работе дифрактометра PANalytical Empyrean.

1. Оптический модуль, формирующий падающий пучок;
2. Гониометр;
3. Оптический модуль, принимающий дифрагированный пучок;
4. Детектор;
5. Платформа для образца;
6. Корпус трубки с рентгеновской трубкой.

2.2.2 Рентгеновская рефлектометрия при наличии диффузного рассеяния

Поверхность пленки или поверхность межслойной границы в тонкопленочной гетероструктуре не плоская, а имеет шероховатость. Шероховатостью в данной работе мы называем отклонение реальной поверхности от идеально гладкой поверхности. Её можно описать в виде флуктуации координаты z границы раздела двух сред относительно её среднего положения $\langle z \rangle = \text{const}$, т.е. как функцию латеральных координат x и y , так что $z - \langle z \rangle = \delta z(x, y)$. На Рисунке 7 для $\langle z \rangle = 0$ схематично показан разрез такой поверхности вдоль латеральной координаты x .

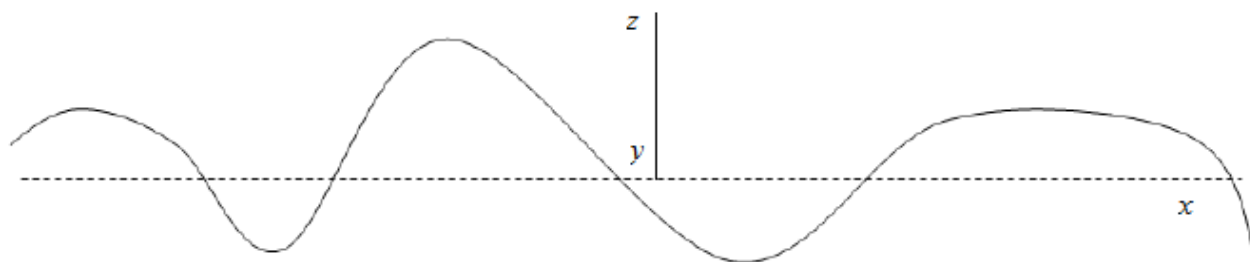


Рисунок 7. Неидеальная поверхность раздела двух сред в разрезе

Шероховатость в реальной многослойной структуре возникает в процессе изготовления образца и может изменяться в зависимости от внешней среды. Важно уметь характеризовать её, чтобы правильно определять свойства тонкопленочных структур и интерпретировать результаты исследований, проводимых на этих структурах.

Для описания неидеальных поверхностей вводится $C(X, Y)$ – корреляционная функция высот неидеальной поверхности. Она полностью характеризует неидеальную гауссову поверхность. В работе [106] она введена в следующем виде:

$$C(X, Y) \equiv \langle z(0, 0)z(X, Y) \rangle = \sigma^2 \exp \left[-\left(\frac{R}{\xi} \right)^{2h} \right], \quad (2.3)$$

где X, Y – относительные координаты неидеальной поверхности и $R = \sqrt{X^2 + Y^2}$, σ – среднеквадратичная шероховатость, определенная по всей поверхности как $\sigma^2 = \langle z(x, y)^2 \rangle$ при $\langle z \rangle = 0$, усреднение проведено по всем точкам поверхности, ξ – корреляционная длина, h – показатель степени шероховатости или параметр Хёрста ($0 < h < 1$). Структура поверхности и шероховатости сильно зависит от параметра Хёрста. Малым h соответствует по виду как бы зазубренная поверхность. При приближении h к 1 поверхность становится более гладкой: появляются «холмы» и «долины».

В 1963 году было установлено, что при падении коллимированного рентгеновского излучения на поверхность исследуемых образцов (кристаллов и тонких пленок) под углом скольжения, близком к критическому углу материала образца, наряду с пиком зеркального отражения, возникает пик аномального отражения. Его положение почти совпадает с критическим углом материала и не изменяется с углом скольжения падающего луча. Таким образом, возникает диффузное рассеяние (незеркальное отражение) падающего рентгеновского излучения на шероховатой поверхности образца. Этот эффект и пик аномального отражения назвали в честь открывшего их И. Ионеды [107].

2.2.3 Рентгеновская дифракция в геометрии скользящего падения

При использовании традиционной рентгеновской дифракции в геометрии $\theta/2\theta$ для исследования "тонких" (1-100 нм) пленок обычно измеряется слабый сигнал от пленки и интенсивный сигнал от подложки. Одним из способов, позволяющих избежать интенсивного сигнала от подложки и получить сильный сигнал от пленки, является выполнение сканирования с фиксированным скользящим углом падения, более известный как GIXRD (Grazing Incidence X-ray Diffraction) [108,109]. В методе рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения [109] (2θ – скан) используется модифицированная геометрия параллельного пучка, чтобы обеспечить «ассиметричную» дифракцию. В данной геометрии возможно получить информацию о структуре в глубине слоя и на интерфейсе, варьируя угол падения. Метод позволяет, используя рентгеновские лучи, характеризовать поверхность, «внедренные» интерфейсы и ультра тонкие пленки. Более того, метод GIXRD позволяет получить структурную информацию с разрешением по глубине. Схема измерения показана на Рисунке 8. Параллельный монохроматический рентгеновский пучок падает на поверхность образца при фиксированном малом угле падения α (α больше критического угла, но обычно меньше 10°).

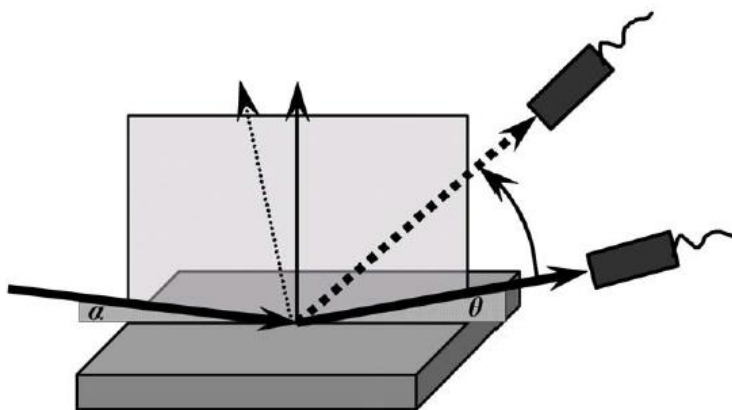


Рисунок 8. Схема эксперимента, выполненного в геометрии скользящего падения.

Глубина проникновения рентгеновских лучей τ соответствует значению $1/\mu$, где μ – коэффициент поглощения рентгеновских лучей. Глубина проникновения для многослойки рассчитывается как

$$\bar{\tau} = \frac{\int_0^t z e^{-\mu z k} dz}{\int_0^t e^{-\mu z k} dz}, \quad (2.4)$$

$$k\text{- фактор конфигурации, } k_\alpha = \frac{1}{\sin \alpha} - \frac{1}{\sin(2\theta - \alpha)}.$$

Подставив выражение для k_α , получили

$$\bar{\tau} = \frac{1}{\mu k_\alpha} + \frac{1}{1 - e^{\mu t k_\alpha}} \quad (2.5).$$

Интеграл в (2.4) берется по всей толщине образца, от поверхности пленки до подложки.

2.3 Методы исследования магнитных свойств

2.3.1 Измерения намагниченности интегральными методами

Отличительной особенностью исследования магнитных характеристик тонких многослойных структур является работа с небольшим количеством магнитного материала в образце, что делает необходимым использовать высокочувствительное измерительное оборудование.

Измерения намагниченности сверхрешёток были выполнены на вибрационном магнетометре и СКВИД - магнетометре. Метод вибрационной магнитометрии основан на измерении амплитуды переменного сигнала с детектирующих катушек, наводимого в них магнитным моментом вибрирующего в магнитном поле образца. При постоянной частоте и амплитуде вибрации образца амплитуда сигнала, идущего от детектирующих катушек, пропорциональна магнитному моменту образца. Для получения магнитных характеристик исследуемых образцов в системных единицах измерения используется эталонный образец с известными магнитными характеристиками. Технические характеристики вибрационного магнетометра АВМ-1:

- диапазон изменения напряженности магнитного поля [0 - 20 кЭ];
- чувствительность 10^{-5} эме;
- масса исследуемого ферромагнитного материала: от $1 \cdot 10^{-6}$ г до 50 мг;
- два диапазона изменения магнитного поля:
 - 1) [0 - 20 кЭ], минимальный шаг 5 Э;
 - 2) [0 - 2 кЭ], минимальный шаг 0.5 Э;
- имеется возможность вращения образца в магнитном поле, направленном в плоскости пленки (данная опция позволяет исследовать анизотропию намагниченности в плоскости пленки);
- измерения выполняются только при комнатной температуре;

- измерения проводятся в автоматическом режиме по программе, включая возможность переключения направления магнитного поля.

Низкотемпературная магнитометрия

В связи с тем, что при комнатной температуре объемный Gd парамагнитен, для исследования магнитной структуры образцов нужны низкотемпературные измерения.

Магнитные измерения при низких температурах проводились на СКВИД магнетометре в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН.

2.3.2 Рефлектометрия поляризованных нейтронов

Рефлектометрия - совокупность методов исследования плоских границ раздела сред путём анализа зеркально отражённых от изучаемой границы пучков молекул, атомов, частиц или электромагнитного излучения. Наиболее разработана нейтронная рефлектометрия, поэтому в узком смысле рефлектометрия - совокупность методов изучения плоских границ раздела сред, в основе которых лежит зеркальное отражение пучка низкоэнергетических нейтронов ($\leq 10^{-1}$ эВ), падающих под малыми углами скольжения ($\sim 10^{-3}$ - 10^{-2} рад.) к плоскости границы.

Рефлектометрию поляризованных нейтронов (РПН) для исследования магнитного состояния вещества начали использовать еще в 80-х годах прошлого века. Первая работа была опубликована в 1981 году [110]. В ней впервые было показано, как, используя отражение поляризованных нейтронов определить намагниченность «вблизи поверхности ферромагнетика».

В первых экспериментах с поляризованными нейтронами изучалось изменение поляризации нейтронов, прошедших через магнитную среду. Из этого эксперимента можно было узнать о среднем размере доменов в размагниченном ферромагнетике. Увеличение интенсивности нейтронного потока позволило от деполяризационных экспериментов перейти к экспериментам в режиме отражения при малых углах. РПН позволяет получать информацию о распределении ядерного и магнитного потенциала вглубь структуры на глубине до 1 микрона. При этом в режиме полного поляризационного анализа можно получить информацию не только о величине локальной намагниченности, но и ее направлении по отношению к внешнему полю. Это

является уникальной возможностью рефлектометрии поляризованных нейтронов. Для получения такой информации необходимо было развить теорию взаимодействия поляризованных нейтронов с магнитно-неколлинеарной средой. Аналитическое выражение для коэффициентов отражения и пропускания от полубесконечной магнитно-неколлинеарной среды было получено в [111]. Аналогичная задача для многослойных сред была решена в работах [111], [112] и [113]. Данные решения являются обобщениями известных в оптике матричных [114] и рекуррентных соотношений [105] на случай частицы со спином $\frac{1}{2}$.

Необходимо отметить, что в вышеописанных работах рассматривали отражение от плоскостных структур, свойства которых меняются только по одной координате (перпендикулярно плоскости образца). Однако у реальных образцов могут существовать локальные отличия свойств вещества в плоскости образца. В качестве примера таких отличий можно привести магнитные домены, шероховатости границ раздела, магнитные частицы в немагнитной матрице, сверхпроводящие вихри и т.д. Данные неоднородности ведут к рассеянию нейтронов в незеркальном направлении. Использование диффузного рассеяния для получения информации о неоднородностях в плоскости образца (латеральные неоднородности) началось в рентгеновской оптике с 60 - х годов [105, 114, 115]. В течение десятилетия, была развита теория диффузного рассеяния рентгеновского и нейтронного излучения на структурных шероховатостях в многослойных немагнитных структурах. Данная теория позволяла рассчитывать интенсивность диффузного рассеяния от рентгеновского излучения и неполяризованных нейтронов, однако, для диффузного рассеяния поляризованных нейтронов от магнитных неколлинеарных структур требовалось учесть процессы возможного переворота спина нейтрона (спин-флип). В рамках борновского приближения искаженных волн (БПИВ) такая теория была развита [113].

Основное физическое явление, которое используется в РПН эксперименте, - это взаимодействие спина нейтрона с магнитной индукцией \mathbf{B} в среде. При углах скольжения (угол между плоскостью образца и направлением волнового вектора нейтрона) в несколько миллирадиан значение переданного момента составляет $10^{-3} \div 10^{-1} \text{ A}^{-1}$, что определяет пространственное разрешение в определении намагниченности $10 \div 1000 \text{ \AA}$.

Метод нейтронной рефлектометрии заключается в измерении коэффициента отражения нейтрона как функции переданного импульса нейтрона. На Рисунке 9 изображен случай зеркального отражения ($|\mathbf{k}_i| = |\mathbf{k}_f|$) и на идеально гладкой поверхности [116]. Пучок нейтронов падает на образец под углом θ и отражается зеркально.

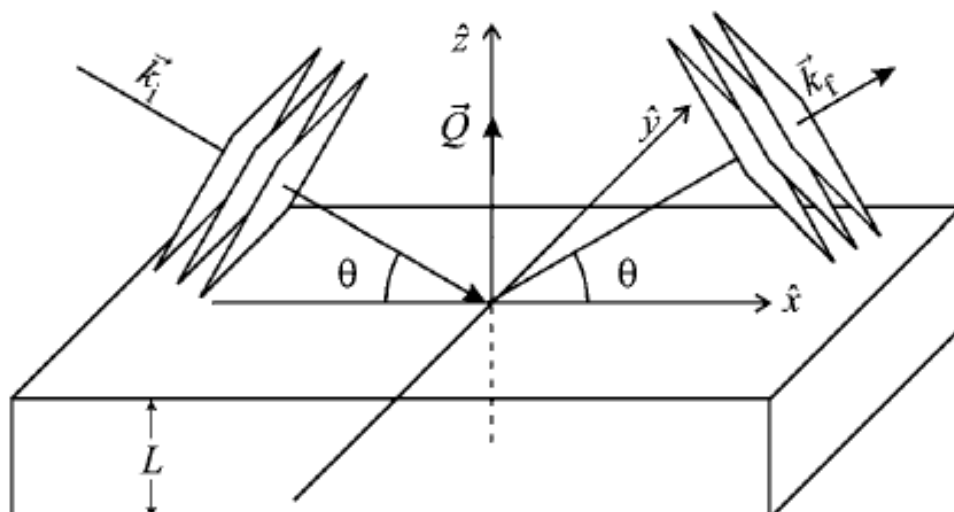


Рисунок 9. Схема эксперимента по нейтронной рефлектометрии.

Структуру образца определяют, как правило, путем подгонки экспериментальной кривой к модельной, которую определяют параметры, описывающие структуру образца. Нейтрон, как и все элементарные частицы, может быть представлен и как частица, и как волна с длиной $\lambda = h/p$ где h — постоянная Планка, p — импульс нейтрона. Для нейтронов $mv = h/\lambda = \hbar k$, где m — масса нейтрона, v — его скорость, $k = 2\pi/\lambda$ — волновой вектор нейтрона. Соответственно, кинетическая энергия нейтрона

$$E = \frac{mv^2}{2} = \hbar^2 k^2 / 2m. \quad (2.6)$$

Для нейтрона, взаимодействующего со средой, можно записать уравнение Шредингера в виде:

$$\left[-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 + V(\mathbf{r}) \right] \Psi = E\Psi, \quad (2.7)$$

$$\text{где } \nabla^2 = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2},$$

$V(\mathbf{r})$ — потенциальная энергия.

$$V = \frac{2\pi\hbar^2}{m} Nb = \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho,$$

где N — плотность (число центров рассеяния, например атомов, на единицу объема), b — длина когерентного рассеяния нейтрона, ρ — плотность длины рассеяния (SLD — scattering length density).

Уравнение Шредингера можно сразу записать в стационарном виде, т.к. потенциальная энергия не зависит от времени. Среду с планарной структурой, отражающей нейтрон, можно описать потенциальной энергией[117]

$$V(z) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} N(z)b(z) - \mu_n \mathbf{B}(z), \quad (2.8)$$

где μ_n – магнитный момент нейтрона, $\mathbf{B}(\mathbf{z})$ - магнитная индукция (ось z направлена по нормали к поверхности среды). Первое слагаемое потенциала является усреднением по объему среды потенциала взаимодействия нейтрона с атомом (псевдопотенциал Ферми)

$$V(r) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} b\delta(\mathbf{r}). \quad (2.9)$$

Поскольку потенциал является функцией только z , задачу можно свести к одномерной задаче об отражении частицы от потенциального барьера [105]. В формуле (2.6) вместо \mathbf{k} введем его нормальную компоненту $q = k \sin \vartheta = 2\pi \sin \frac{\vartheta}{\lambda}$, который равен половине

$Q = 4\pi \sin \frac{\vartheta}{\lambda}$ - изменения волнового вектора нейтрона или переданного импульса (Рисунок 9).

Тогда уравнение Шредингера принимает вид:

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \Psi + [q^2 - V(z)]\Psi = 0 \quad (2.10)$$

(для простоты примем $\frac{\hbar^2}{2m} = 1$). Падающий нейтрон представим как плоскую волну $\Psi(q, z) = e^{iqz}$.

Если нейтрон отражается магнитной средой, то в потенциале $V(z)$ появляется второе слагаемое [117], которое описывает взаимодействие спина нейтрона с магнитным полем в среде \mathbf{B} :

$$V(z) = \frac{2\pi\hbar^2}{m} N(z)b(z) - \mu_n \boldsymbol{\sigma} \mathbf{B}, \quad (2.11)$$

где $\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ 1 & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 0 & -i \\ i & 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix}$ спиновый оператор Паули.

При это плотность длины рассеяния можно записать как

$$\rho(z) = 4\pi N(z)b(z) - \frac{2m}{\hbar^2} \mu_n \boldsymbol{\sigma} \mathbf{B}.$$

С учетом спина волновая функция нейтрона состоит из двух компонент:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \begin{pmatrix} \psi_{\uparrow}(\mathbf{r}) \\ \psi_{\downarrow}(\mathbf{r}) \end{pmatrix} = \psi_{\uparrow}(\mathbf{r}) \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} + \psi_{\downarrow}(\mathbf{r}) \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}. \quad (2.12)$$

Уравнение Шредингера в этом случае примет вид [118]:

$$\nabla^2 \Psi(\mathbf{r}) + \left[q^2 - \frac{2\pi\hbar^2}{m} \rho(z)b(z) + \mu_n (B_x \sigma_x + B_y \sigma_y + B_z \sigma_z) \right] \Psi(\mathbf{r}) = 0. \quad (2.13)$$

Из решения уравнения следует, что возможны следующие случаи отражения:

- 1) отражение нейтрона со спином параллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения обозначим R^{++} ;
- 2) со спином антипараллельным магнитному полю с сохранением спина, коэффициент отражения обозначим R^{-} ;
- 3) со спином параллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения обозначим R^{+-} ;

- 4) со спином антипараллельным магнитному полю с переворотом спина, коэффициент отражения обозначим R^+ .

Если вектор магнитного момента лежит в плоскости, параллельной границе среды, то нормальную компоненту волнового вектора нейтрона можно записать в виде:

$$q = \sqrt{q_0^2 - 16\pi N(b_n \pm b_m)}, \quad b_n, b_m - \text{ядерная и магнитная длина рассеяния.}$$

Возможны следующие случаи отражения нейтрона:

- 1) если магнитный момент параллелен \uparrow (антипараллелен \downarrow) магнитному полю, приложенному к образцу, то переворота спина нейтрона при отражении не происходит, т.е. $R^+ = R^- = 0$, а коэффициент отражения равен

$$R^{++} = \left| \frac{q_0 - q_{\uparrow}}{q_0 + q_{\uparrow}} \right|^2, \quad R^{--} = \left| \frac{q_0 - q_{\downarrow}}{q_0 + q_{\downarrow}} \right|^2 \quad (2.14)$$

По аналогии с оптикой можно ввести коэффициент преломления n , где $n^2 = 1 - \frac{Nb}{2\pi \sin \theta} \lambda^2$

Коэффициент преломления примет вид: $n_{\uparrow\downarrow} = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} N \pm \frac{m\lambda^2}{h^2} \mu B$.

- 2) Если магнитный момент перпендикулярен магнитному полю, приложенному к образцу, существует вероятность отражения нейтрона с переворотом спина

$$r = \frac{(q_0 - q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow}) + (q_0 - q_{\downarrow})(q_0 + q_{\uparrow})}{2(q_0 + q_{\uparrow})(q_0 + q_{\downarrow})} = \frac{1}{2}(r_{\uparrow\uparrow} + r_{\downarrow\downarrow}) \quad (2.15)$$

$$R^{++} = R^{--} = |r|^2 = \frac{1}{4}|r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4}|r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2}Re(r_{\uparrow\uparrow} \times r_{\downarrow\downarrow}) \quad (2.16).$$

Последнее слагаемое – интерференционный член, убывает при $q_0 < q_c$.

- 3) Если же вектор магнитного момента составляет угол $0 < \varphi < 90^\circ, 90^\circ < \varphi < 180^\circ$ с магнитным полем, выражение (2.16) примет вид [118]:

$$R^{++} = R^{--} = |r|^2 = \frac{1}{4} \cos^4 \frac{\varphi}{2} |r_{\uparrow\uparrow}|^2 + \frac{1}{4} \sin^4 \frac{\varphi}{2} |r_{\downarrow\downarrow}|^2 + \frac{1}{2} \sin^2 \varphi Re(r_{\uparrow\uparrow} \times r_{\downarrow\downarrow}) \quad (2.17).$$

Приближение можно записать [119]:

$$R^{++} - R^{--} \sim \cos \varphi (1 - \cos(Qd))$$

$$R^{+-} = R^{-+} \sim \sin^2 \varphi (1 - \cos(Qd)).$$

Таким образом, разложив коэффициент отражения нейтрона на компоненты, можно в дополнении к ядерному профилю получить также зависимость вектора магнитного момента в среде от глубины.

Нормальная к поверхности среды компонента вектора магнитной индукции не влияет на коэффициент отражения нейтронов, т.к. она остается неизменной при пересечении границы сред [117].

Метод РПН за последние 30 лет получил широкое распространение. В настоящее время можно насчитать уже около трех десятков нейтронных рефлектометров, установленных на различных источниках непрерывного (HFR-ILL, Гренобль; FRM-II, Мюнхен и др.) и

импульсного (ИБР-2) [120] действия. Главное отличие импульсного реактора от непрерывного, это то, что импульсный реактор периодического действия – это реактор на быстрых нейтронах, работающий в режиме периодических и часто повторяющихся импульсов мощности. □

Метод продолжает интенсивно развиваться как за счет развития методик так и создания более эффективной нейтронной техники.

Нейтронные эксперименты, которые будут описаны в этой диссертационной работе, проводились на трех установках: REMUR (IBR-2, г.Дубна, Россия), NREX (FRM-II, г. Гархинг, Германия) и SUPERADAM (ILL, г.Гренобль, Франция).

Большинство экспериментов было проведено на рефлектометре поляризованных нейтронов NREX в FRM – II. Функциональная схема рефлектометра NREX показана на Рисунке 10.

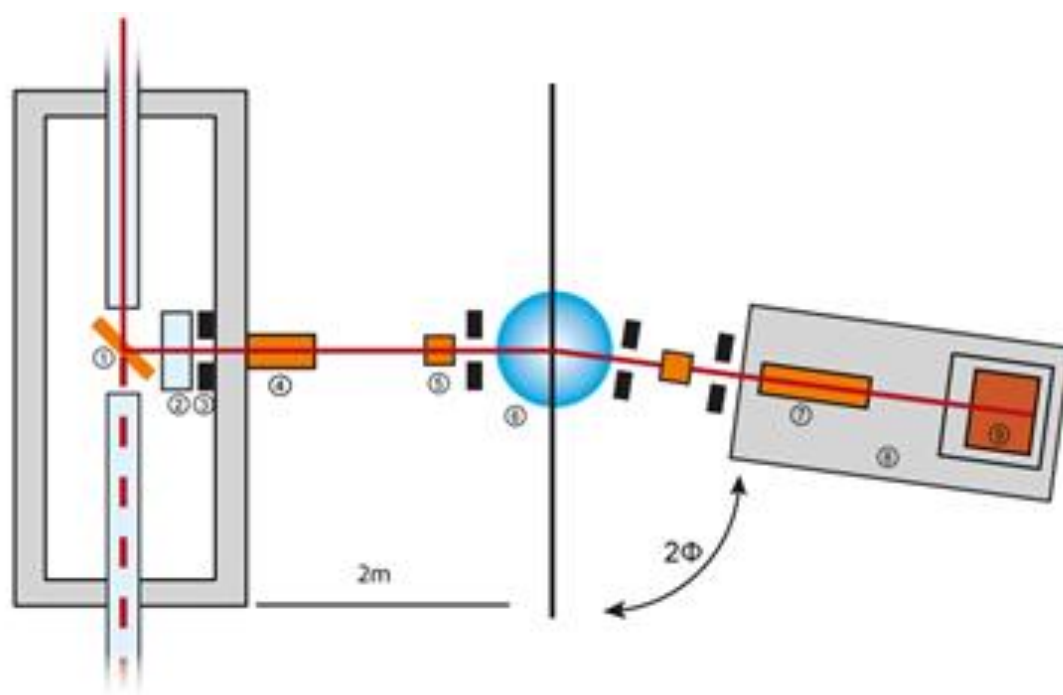


Рисунок 10. Схема эксперимента по рефлектометрии нейтронов на установке NREX (FRM-II).

1. монохроматор
2. бериллиевый фильтр
3. щели
4. поляризатор
5. спин-флиппер
6. держатель для образца
7. анализатор
8. защитный экран
9. детектор

Источник нейтронов находится в магнитном поле Земли, то есть в практически нулевом магнитном поле. В этом случае поляризация нейтронов равна нулю или другими словами, число нейтронов с положительной проекцией на выделенное направление равно числу нейтронов с отрицательной проекцией. После источника нейтроны попадают на монохроматор. Фокусирующий кристаллический монохроматор – монокристалл графита, вырезанный вдоль определенной кристаллографической плоскости - отражает нейтроны с заданной длиной волны $\lambda=4.28 \text{ \AA}$. Бериллиевый фильтр нейтронов, установленный после монохроматора, играет роль элемента «включающего» работу рефлектометра. Если фильтр находится на оси нейтронного пучка, все нейтроны поглощаются и проведение измерений невозможно. Коллимация задается двумя регулируемые щелевыми системами, позволяющими формировать пучок шириной от десятых долей миллиметра до 10 мм и уменьшающими расходимость нейтронного пучка до $\Delta\lambda/\lambda \approx 1 \%$. Высота пучка определяется высотой окна из зоны реактора и обычно составляет величину порядка 10 мм. В качестве поляризатора нейтронов используется суперзеркало, помещенное во внешнее магнитное поле и пропускающее сквозь себя нейтроны с поляризацией спина вдоль магнитного поля, соответственно, отражающее нейтроны с поляризацией спина против направления магнитного поля. Поляризацию нейтронов (как падающего, так и отраженного пучков) можно изменить на противоположную при помощи спин-флиппера – катушки с переменным магнитным полем. Узел образца оснащен электромагнитом, создающим внешнее магнитное поле на образце, и криостатом, позволяющим проводить эксперимент от 3.5 К. Образец устанавливается на экспериментальный столик, который вращается на угол 2θ , и тем самым достигается изменение величины переданного импульса нейтрона Q при упругом зеркальном отражении пучка нейтронов от образца. После рассеяния на образце пучок нейтронов попадает в анализатор - суперзеркало, для анализа поляризации отраженного пучка. Эффективность поляризации $P=99 \%$. Регистрация интенсивности отраженного нейтронного пучка может осуществляться детекторами двух типов: монодетектором - для измерений кривых зеркального отражения в случае исследования образцов, не требующих полного поляризационного анализа, или двухкоординатным позиционно-чувствительным детектором, состоящим из 200×200 активных элементов с разрешением 3 мм и применяемым для одновременной регистрации как зеркального отражения, так и диффузного фона.

Описанная выше схема носит название полного поляризационного анализа и позволяет определить пространственное распределение вектора магнитной индукции $\mathbf{B}(z)$ и величину намагниченности образца.

2.3.3 Рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм

Использование рентгеновских лучей для исследования магнитных свойств вещества началось около 50 лет назад. Первые данные по рентгеновской магнитной дифракции были опубликованы в 1972 г. [121], а первые эксперименты по магнитному круговому дихроизму появились в конце 80-х гг. Развитие этого направления обусловлено применением синхротронного излучения как источника фотонов с высокой интенсивностью и превосходными поляризационными характеристиками.

Измерения магнитных вкладов в дифракционные пики со стандартными рентгеновскими трубками, как это делалось первоначально, является очень трудным экспериментом из-за того, что магнитное рентгеновское рассеяние очень мало по сравнению с зарядовым. Два фактора синхротронного рассеяния способствовало тому, что это слабое рассеяние превращается в мощный и информативный инструмент исследования магнитных структур. Первый фактор: благодаря высокой интенсивности синхротронного излучения слабый магнитный сигнал (он примерно 10^{-4} - 10^{-7} слабее зарядового), может быть успешно детектирован. Дополнительным преимуществом синхротронного излучения является высокая степень поляризации: в наше время степень линейной поляризации синхротронного излучения достигает до 99% . Вращение плоскости поляризации падающих фотонов на $\pi/2$ часто используется для выделения магнитного рассеяния. Второй фактор - это открытие резонансного рентгеновского рассеяния [122,123]: вблизи определенных значений энергии внутриатомного поглощения рентгеновское сечение рассеяния очень чувствительно к величине энергии, что приводит к значительному усилению магнитного сигнала ($\sim 10^2$ для лантанидов и 10^6 для актинидов). Рентгеновское резонансное магнитное рассеяние (РРМР) обусловлено электрическими мультипольными эффектами и чувствительно к электронным спинам. Резонансные эффекты обнаружены также в рентгеновском поглощении: магнитный круговой дихроизм и спин-зависящее поглощение СИ с круговой поляризацией могут быть использованы для исследования магнетизма.

В течение последних десятилетий разработаны разнообразные методы – от нерезонансной магнитной дифракции (позволяющей разделить орбитальную и спиновую часть магнитного формфактора) до резонансного рассеяния (дающего элементарно-чувствительную информацию, в том числе от поверхностных и ультратонких слоев) и магнитного кругового дихроизма, позволяющего построить пространственно – временные изображения магнитных неоднородностей. Проводятся эксперименты, как по рассеянию, так и по поглощению, с линейной и круговой поляризацией. Исследование магнитной структуры методами рассеяния

линейно-поляризованного синхротронного излучения обеспечивает высокое разрешение в k – пространстве и применяется для антиферромагнетиков, сверхрешёток и тонких ферромагнитных слоев [124]. Для поляризованных по кругу фотонов существует интерференция зарядового и магнитного упругого рассеяния, обнаруженная экспериментально в работе [30]. Рассеяние синхротронного излучения с линейной и круговой (циркулярной) поляризацией может быть использовано для разделения орбитальных и спиновых вкладов в магнитный момент. В экспериментах по поглощению линейно-поляризованного излучения [125] была обнаружена сильная поляризационная зависимость 3d-спектров поглощения редкоземельных металлов. Спин-зависящая часть в поглощении поляризованного по кругу излучения была впервые обнаружена для ферромагнитного железа [126].

В резонансном режиме рентгеновского рассеяния энергия падающих фотонов варьируется в окрестности края поглощения. В методе рентгеновского кругового магнитного дихроизма (XMCD - X-ray magnetic circular dichroism) исследуются глубоколежащие переходы, как правило, соответствующие К, L- или М-краю поглощения, благодаря чему достигается элементная чувствительность, и измеряется разность поглощения рентгеновского излучения в зависимости от направления циркулярной поляризации падающего излучения и намагниченности образца. Спектр XMCD представляет собой разность спектров поглощения для двух направлений момента фотона, параллельного и антипараллельного спину электрона. Вместо изменения направления поляризации более удобным на практике оказался способ перемагничивания образца за счет инверсии направления магнитного поля. Метод позволяет определить величину и направление магнитного момента обусловленного отдельным химическим элементом, входящим в состав структуры и установить величины спинового и орбитальных моментов. Анализируя форму спектров дихроизма, а также форму спектров поглощения (XAS - X - Ray Absorbption Spectroscopy) можно судить о структурных изменениях в веществе или наличии химической реакции на интерфейсе.

Например, намагниченность соединений переходных элементов определяется нескомпенсированным электронным спином и орбитальным моментом 3d-электронов, поэтому, измерив разницу в количестве незаполненных 3d-состояний с противоположными знаками суммарного магнитного момента можно определить его величину. При переходах из состояния $2p^6 3d^N$ в состояние $2p^5 3d^{N+1}$, соответствующих так называемому L - краю поглощения, в силу спин-орбитального взаимодействия 2p уровень расщепляется на два подуровня $l-s - 2p^{1/2}$ и $l+s - 2p^{3/2}$ (Рисунок 11 (а)). В спектрах поглощения переходы из $2p^{1/2}$ и $2p^{3/2}$ подуровней в 3d состояние наблюдаются как резонансные пики поглощения (L_2 и L_3) с шириной соответствующей ширине d - подзоны. Спектры поглощения при этом содержат вклад как от 2p-3d, так и от 2p-4s переходов (Рисунок 11 (б)), однако на практике первый тип переходов

доминирует более чем в 20 раз. Сумма интенсивностей L_3 и L_2 пиков при этом прямо пропорциональна количеству незаполненных $3d$ - состояний.

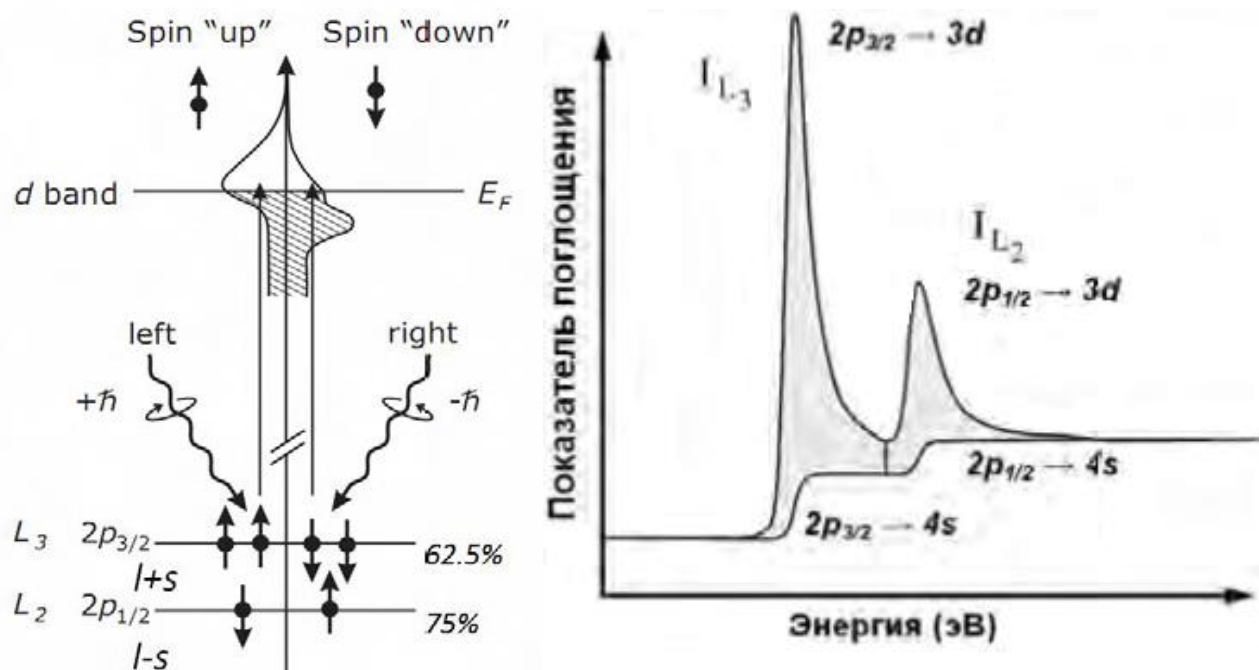


Рисунок 11. (а) Схема перехода на L - крае поглощения и (б) Спектр L - края поглощения и вклады соответствующих переходов.

Коэффициент поглощения мягкого рентгеновского излучения в случае зонных конечных состояний описывается «золотым» правилом Ферми: $\mu_l(E) \sim |M(E)|^2 \rho_l(E)$, где $M(E)$ – матричный элемент дипольного перехода, а $\rho_l(E)$ – плотность свободных состояний с проекцией углового момента l в окрестностях уровня Ферми. Если в образце существует макроскопическая намагниченность, то конечные $3d$ состояния будут обменно расщеплены и плотность состояний для спина вверх (+) и спина вниз (-) будут различны $\rho_+(E) \neq \rho_-(E)$, следовательно, коэффициент поглощения циркулярно-поляризованного рентгеновского излучения, будет зависеть от проекции направления поляризации на направление намагниченности образца. Разность в коэффициентах поглощения право - и лево - поляризованного излучения:

$$\mu_{\text{XMCD}} = \frac{\mu_+ - \mu_-}{2} \sim |M(E)|^2 (\rho_+(E) - \rho_-(E)), \quad (2.18)$$

μ_{XMCD} - сигнал дихроизма. Эта величина пропорциональна намагниченности, обусловленной магнитными моментами соответствующего химического элемента. Изменение поляризации фотонов аналогично развороту на 180° магнитных моментов в исследуемом образце позволяет проводить измерения при фиксированной поляризации просто перемагничивая образец, если считать, что состояния с противоположной намагниченностью эквивалентны.

2.3.4 Рентгеновская резонансная магнитная рефлектометрия

Логичным развитием метода XMCD является исследование спектрально-полевых зависимостей кривых отражения – так называемый метод рентгеновской резонансной магнитной рефлектометрии (PPMR) (X-ray Resonant Magnetic Reflection, XRMR) [126,127]. Также как и XMCD метод PPMR является элементарно-чувствительным и заключается в измерении разности коэффициентов отражения фотонов разных поляризаций в области края поглощения соответствующего химического элемента в зависимости от угла падения и приложенного магнитного поля. В резонансном режиме рентгеновского рассеяния энергия падающих фотонов варьируется в окрестности края поглощения. Наибольшие эффекты резонансного усиления сечения рассеяния достигаются вблизи L - и M - краев. Для редкоземельных металлов L - край поглощения легко доступен в окрестности энергий 6 - 10 keV. В области поглощения дисперсионные свойства среды обнаруживают сильные отклонения от своих нормальных значений, в связи с этим можно ожидать существенное изменение интенсивности отраженного излучения. Так как показатель преломления для рентгеновского излучения для большинства сред меньше единицы, его принято записывать как $n=1-\delta+i\beta$, где β – показатель поглощения. Показатель поглощения можно определить, снимая спектры рентгеновского поглощения XAS, и нормируя их на абсолютные значения до и после L-края поглощения согласно табличным данным [128]. Вещественная часть показателя преломления связана с комплексной через преобразования Крамерса - Кронига, таким образом зная β , можно определить и $n=1-\delta$.

Также как и в методе рентгеновской рефлектометрии, за счет интерференционных явлений, в PPMR можно получить разрешение по глубине. Проводя анализ и моделирование кривых отражения, можно получить как элементарно-селективный структурный профиль, так и элементарно-селективный профиль распределения намагниченности по глубине. Особенностью метода является отсутствие инструментального влияния магнитного поля на детектируемый сигнал, таким образом, метод позволяет измерять магнитный сигнал в отражении с хорошим соотношением сигнал/шум и в больших магнитных полях. Метод обладает чувствительностью, позволяющей детектировать магнитные моменты монослоя, не зависимо от того находится ли он в глубине гетероструктуры или нет.

На Рисунке 12 приведена схема экспериментальной установки ID-12 в ESRF. В качестве источника излучения на станции ID-12 используется ондулятор - излучение чуть выше или чуть ниже плоскости орбиты электронов имеет практически полную циркулярную поляризацию, что

не позволяет производить быстрое переключение направления циркулярной поляризации. В работе снимался набор кривых отражения при различных фиксированных энергиях в области L_3 и L_2 края поглощения Gd и K-края Fe для двух противоположных направлений намагниченности образца.

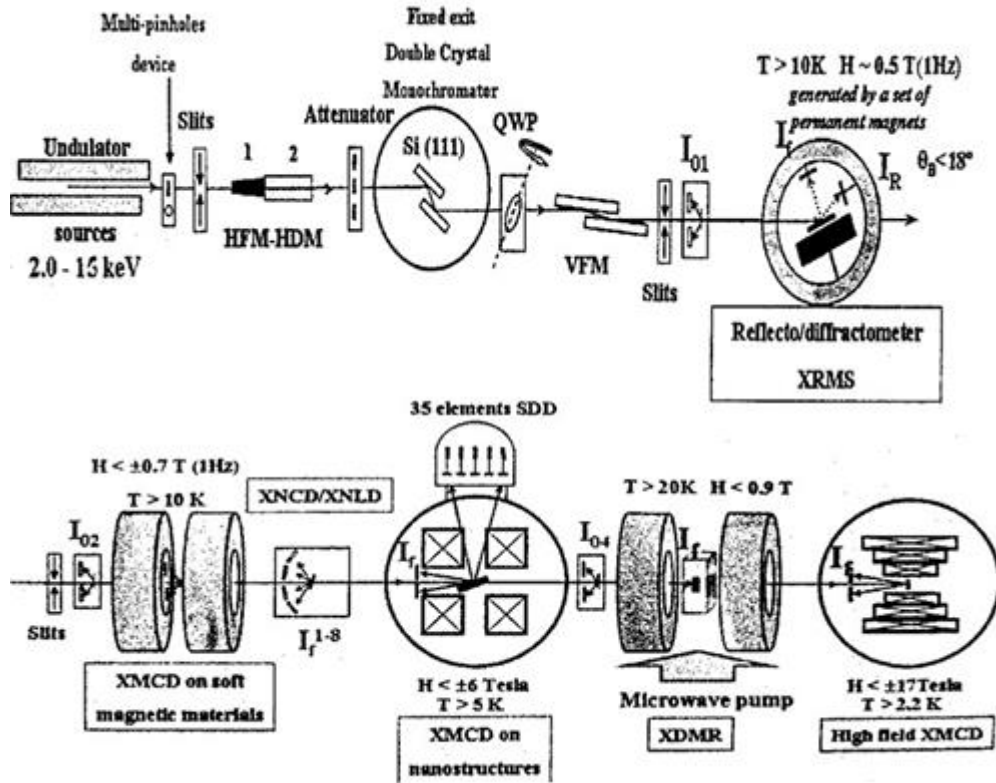


Рисунок 12. Схема эксперимента по PMP и XMCD на установке ID-12 (ESRF)

3. Структурные свойства

3.1 Синтез образцов

Сверхрешётки являются искусственным, синтезируемым материалом, и поэтому тщательная отработка методики приготовления экспериментальных образцов является необходимым условием для проведения дальнейших исследований физических свойств. Особенность изготовления наноструктур состоит в том, что характеристики материала задаются не только структурной формулой, но также определяются технологическими особенностями используемой напылительной системы. Однако, количественные значения характеристик образца могут быть существенно улучшены выбором оптимальных именно для данной напылительной системы условий приготовления (давления рабочего газа, температуры и шероховатости подложки, мощности магнетронного разряда, режима ионной очистки поверхности, предваряющей процесс напыления и т. д.). Для дальнейшей оптимизации характеристик сверхрешётки необходимо проанализировать зависимости от толщины слоев для того, чтобы выбрать определенное сочетание толщин магнитных и немагнитных слоев и оптимальные для данной напылительной системы режимы приготовления наноструктуры. В результате исследования различных режимов напыления были выбраны следующие условия изготовления образцов: продолжительность ионной очистки поверхности подложки перед напылением – 10 мин. при мощности магнетрона переменного тока – 100 W; мощность магнетронов постоянного тока при напылении – 100 W; рабочее давление аргона – 0.1 Па при скорости натекания 22 мл/мин.; температура подложки – (298-300) K; частота вращения подложки – 10 об./мин.

Номинальные толщины определялись путем калибровки скорости напыления с помощью оптического профилометра-интерферометра белого света Zygo NewView 7300. После изготовления образцов толщины были уточнены при помощи рентгеновских методов.

Серия сверхрешёток: $\text{Cr}(50 \text{ \AA})/[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Cr}(t, \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})/\text{Cr}(t, \text{ \AA})]_{12}/\text{Cr}(30 \text{ \AA})$, $t = 0 - 60 \text{ \AA}$ (Таблица 1) была выращена на подложках Si с кристаллической ориентацией (001). Буферный слой Cr был напылен для “сглаживания” разницы в постоянных решетках между подложкой и основной пленкой Fe/Cr/Gd. Данный слой оказался достаточным как для релаксации напряжений, вызванных различием в постоянных решетки, так и для сглаживания шероховатости подложки, которая, согласно данным производителя, составляла несколько ангстрем. Образцы пронумерованы и расположены в Таблице 1 в порядке увеличения толщины прослойки Cr.

Таблица 1.Список исследованных образцов.

№	Формула сверхрешётки
1	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Gd(50 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
2	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(4.4 Å)/Gd(50 Å)/Cr(4.4 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
3	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(5.8 Å)/Gd(50 Å)/Cr(5.8 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
4	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(7.2 Å)/Gd(50 Å)/Cr(7.2 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
5	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(8.6 Å)/Gd(50 Å)/Cr(8.6 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
6	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(10 Å)/Gd(50 Å)/Cr(10 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
7	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(11.7 Å)/Gd(50 Å)/Cr(11.7 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
8	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(15 Å)/Gd(50 Å)/Cr(15 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
9	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(20 Å)/Gd(50 Å)/Cr(20 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
10	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(43 Å)/Gd(50 Å)/Cr(46 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)
11	Cr(50 Å)/[Fe(35 Å)/Cr(60 Å)/Gd(50 Å)/Cr(60 Å)] ₁₂ /Cr(30 Å)

3.2 Характеризация образцов методом рентгеновской рефлектометрии

Рентгеноструктурный анализ проводился с использованием лабораторного дифрактометра Panalytical Empyrean Series 2. Эксперименты проводились в излучении от медной и хромовой рентгеновских трубок. Для формирования параллельного пучка на первичном пучке использовался гибридный монохроматор, состоящий из параболического зеркала на основе сверхрешетки W/Si и двухкристального (220)Ge монохроматора. Высота пучка, ограниченного щелью, составляла 0.08 мм. На вторичном пучке использовался плоскопараллельный коллиматор с плоским графитовым монохроматором и коллимирующей щелью с экваториальной апертурой 0.1 мм.

Качество межслойных границ приготовленных наноструктур оценивалось при помощи рентгеновской рефлектометрии. На Рисунках 13 - 16 представлены экспериментальные данные четырех образцов. Все рефлектограммы были обработаны в коммерческой программе X-Pert Reflectivity, которая была предоставлена фирмой-производителем прибора. В Таблицах 2-4 приведены параметры, полученные при подгонке кривых рентгеновской рефлектометрии для пяти образцов.

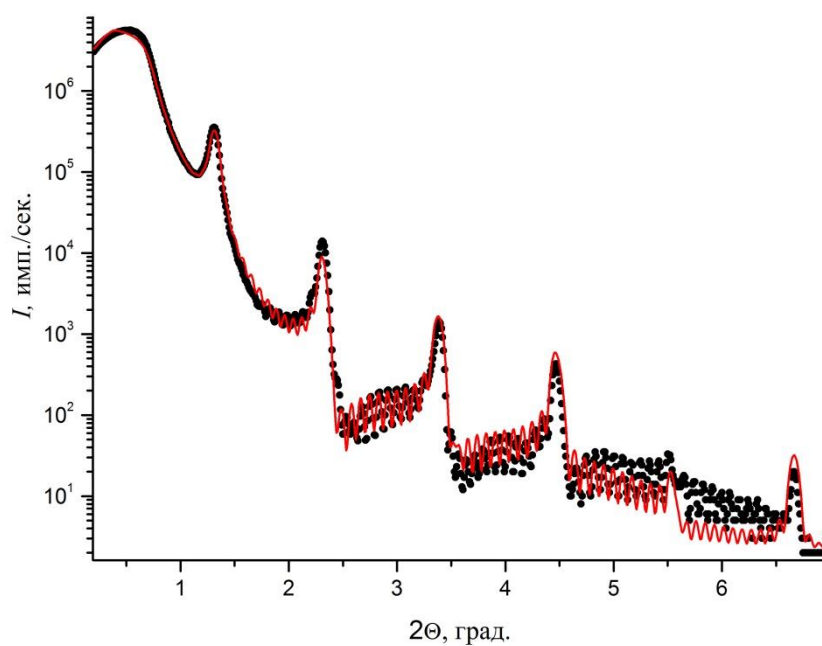


Рисунок 13. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки Fe/Gd (образец №1).

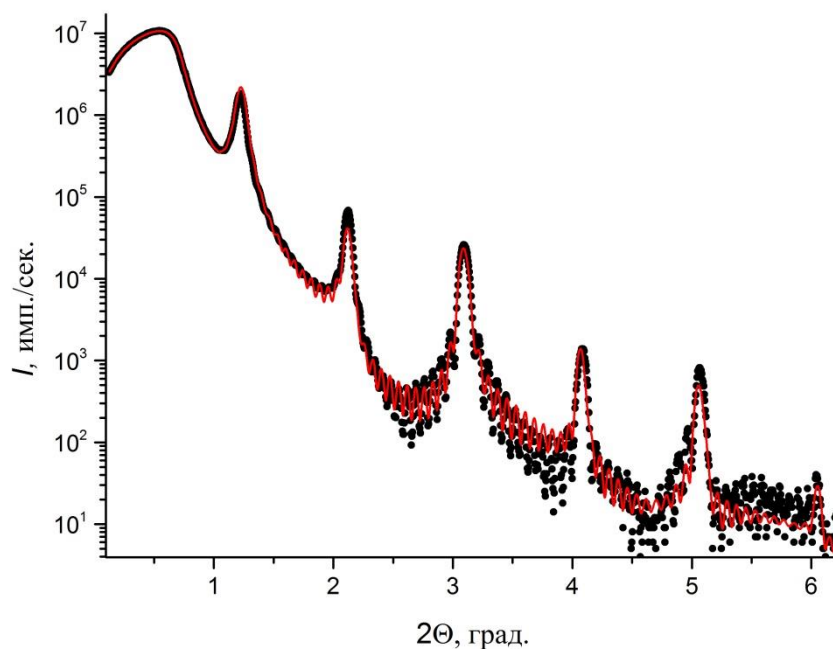


Рисунок 14. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки Fe/Cr(5.8 Å)/Gd (образец №3).

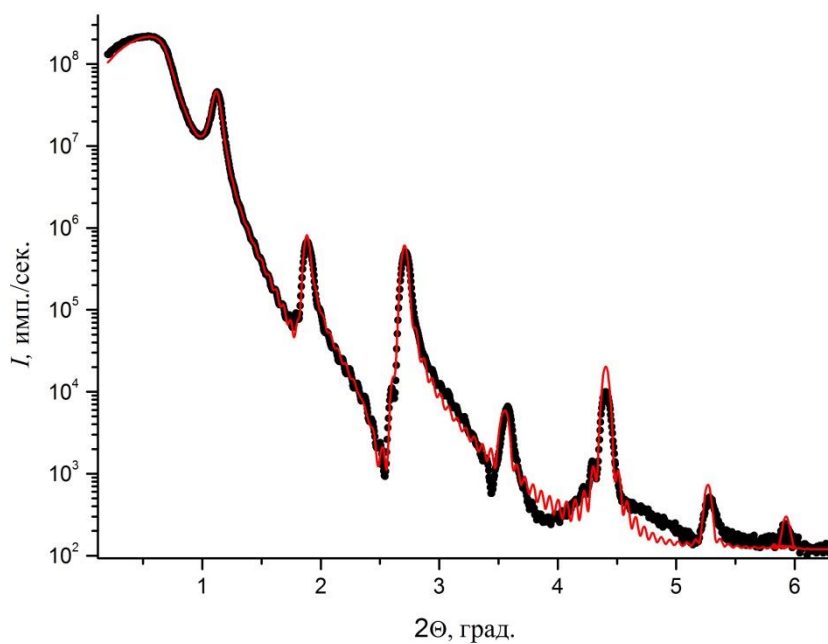


Рисунок 15. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки Fe/Cr(10 Å)/Gd (образец № 6).

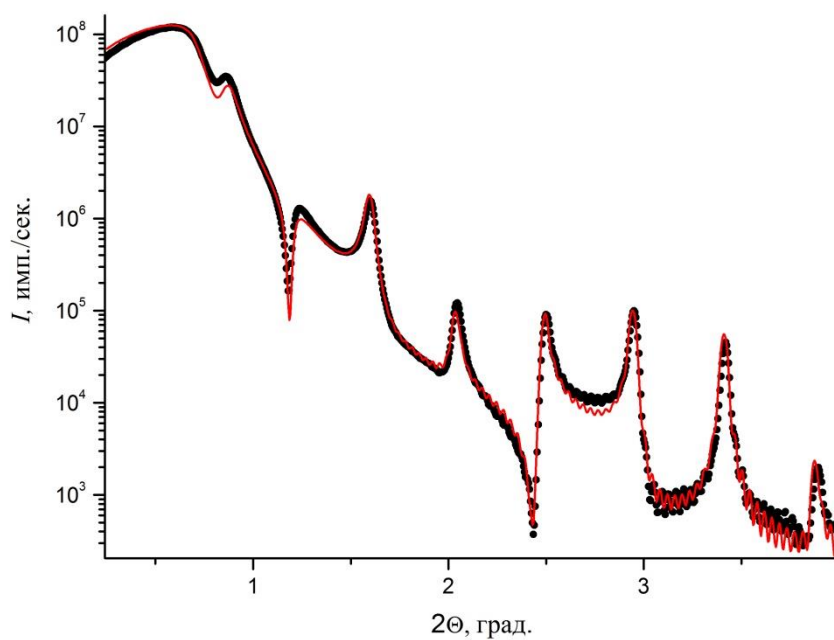


Рисунок 16. Экспериментальные данные (символы) и результат обработки (линия) рентгеновской рефлектометрии для сверхрешётки Fe/Cr(60 Å)/Gd (образец № 11).

Наличие выраженных кессиговских осцилляций свидетельствует о малой шероховатости интерфейсов слоистой структуры. При обработке предполагалось, что верхний слой Cr после извлечения образца из ростовой камеры на воздух до постановки его в дифрактометр, частично окисляется, образуя оксидную пленку Cr_2O_3 , толщина которой составляет от 10 до 19 Å (7 колонка 2-й таблицы). В таблице 2 представлены значения реальных толщин каждого слоя серии сверхрешеток Fe/Cr/Gd.

Таблица 2. Значения реальных толщин каждого слоя для всех образцов таблицы 1

№ образца	$t(\text{Cr}^{\text{буфер}})$, Å	$t(\text{Fe})$, Å	$t(\text{Cr})$, Å	$t(\text{Gd})$, Å	$t(\text{Cr})$, Å	$t(\text{Cr}_2\text{O}_3)$, Å
1	48.6	31.9	-	47.9	20.6	17.3
2	45.0	33.1	3.6	46.2	18.7	16.6
3	54.2	31.9	5	47.9	16.7	16.4
4	46.3	33.8	5.9	46.1	22.7	11.9
5	5.3	34	7.8	48.6	11.1	20.4
6	44.6	34.1	9.6	47.4	22.4	10.9
7	45.2	33.1	10.1	47.0	15.0	16.0
8	47.8	33.4	13.4	46.9	16.8	19.2
9	48.3	33.7	17.9	47.6	18.1	18.6
10	46.5	33.4	41.8	48.5	12.9	17.8
11	48.1	31.8	54.8	45.0	18.2	10.1

Прежде всего, отметим некоторый разброс по толщине слоёв у разных образцов. Различия толщин слоев Fe и Gd исследованных сверхрешёток большей частью находятся в пределах 7 %, носят случайный характер, и, по-видимому, являются следствием неизбежных отклонений условий роста различных образцов серии. Также стоит отметить, что фактическая толщина слоёв Cr отличалась от номинальной толщины на 4 - 12 %, чем тоньше слой, тем отличие больше. Причиной отличия номинальной толщины от реальной также может являться систематическая ошибка при калибровке на профилометре.

В таблице 3 представлены значения среднеквадратичной шероховатости интерфейсов серии сверхрешеток Fe/Cr/Gd. Согласно результатам обработки, среднеквадратичная шероховатость подложки составляет 5 - 10 Å. Из приведенной таблицы видно, что характеристики интерфейсов Fe/Cr, Cr/Fe и Gd/Cr, Cr/Gd отличаются, причем во всех случаях межслойные шероховатости на границе Cr/Fe и Cr/Gd больше, т.е. $\sigma(\text{Cr/Fe}) > \sigma(\text{Fe/Cr})$ и $\sigma(\text{Cr/Gd}) > \sigma(\text{Gd/Cr})$. Возможно, шероховатость межслойных границ Cr/Fe и Cr/Gd обусловлена несовершенством

поверхности слоя Cr. Скорее всего, после формирования на поверхности слоя Fe (Gd) первого слоя Cr последующий рост Cr происходит в виде островков, и как следствие этого, возможны значительные флуктуации толщин слоев Cr. Самое большее значение среднеквадратичной шероховатости на образовавшемся оксиде хрома 7.4 - 16.2 Å. Так как межслойная шероховатость на границах Fe/Cr, Cr/Fe и Gd/Cr, Cr/Gd составляет 3.1 – 6.7 Å, то можно предположить, что слой хрома неоднороден, и возможны прорастания через прослойку, т.е. Fe и Gd имеет прямое обменное взаимодействие. В нашей серии образцов только у Fe/Cr(4.4 Å)/Gd слой Cr не сплошной. Данная структура является кластерно-слоистой.

Можно утверждать, что у всех сверхрешёток (кроме образца с толщиной прослойкой Cr 4.4 Å) сформированы сплошные слои.

Таблица 3. Среднеквадратичная шероховатость каждого слоя для всех образцов таблицы 1

№ образца	$\sigma(\text{Si})$, Å	$\sigma(\text{Cr}^{\text{буфер}})$, Å	$\sigma(\text{Fe})$, Å	$\sigma(\text{Cr})$, Å	$\sigma(\text{Gd})$, Å	$\sigma(\text{Cr})$, Å	$\sigma(\text{Cr}^{\text{крышка}})$, Å	$\sigma(\text{Cr}_2\text{O}_3)$, Å
1	9.3	6.5	4.9	-	4.7	6.4	6.4	8.4
2	6.4	6.8	3.8	3.1	6.7	4.9	5.4	8.7
3	7.7	9.9	5.5	5.2	5.8	4.8	6.1	9.2
4	5.2	6.6	4.6	5.7	4.9	4.0	6.8	8.1
5	9.5	7.1	4.7.0	5.2	5.8	4.1	14.6	9.1
6	9.9	10.9	4.0	4.5	5.3	4.6	7.2	16.2
7	7.5	10.1	4.2	3.2	6.1	5.7	7.1	10.4
8	8.1	6.2	4.6	3.8	5.1	5.3	8.1	9.4
9	7.3	7.5	4.4	4.2	5.3	5.7	6.9	8.1
10	4.8	5.8	4.2	4.1	5.1	4.6	15.0	7.4
11	9.1	6.8	6.7	4.0	5.1	4.1	7.9	9.8

В таблице 4 представлены значения плотности отдельных слоев сверхрешеток серии Fe/Cr/Gd, определенных из анализа рефлектограмм.

Атомные плотности в слоях приблизительно равны плотностям объемных материалов (Таблица 4). Так, для элементов изменение плотности составило 2 - 9.5%, в то время как для Cr₂O₃ - 19%.

Таблица 4. Плотность каждого слоя для всех образцов таблицы 1

№ образца	$\rho(\text{Si})$, г/см ³	ρ (Cr ^{буфер}), г/см ³	ρ (Fe), г/см ³	ρ (Cr), г/см ³	ρ (Gd), г/см ³	ρ (Cr), г/см ³	ρ (Cr ₂ O ₃), г/см ³
1	2.6	7.2	8.0	-	7.7	6.9	4.4
2	2.8	5.9	7.9	7.2	8.1	6.4	4.1
3	2.6	6.5	8.1	7.3	7.5	6.9	5.1
4	2.8	6.7	7.9	6.5	7.3	6.5	3.9
5	3.1	7.5	7.2	6.6	7.8	6.4	3.8
6	2.6	6.5	8.4	7.1	7.5	6.9	4.3
7	2.8	6.1	7.2	6.3	7.3	6.4	5.4
8	2.4	6.9	7.9	6.5	7.8	6.5	4.8
9	2.6	7.2	7.8	7.2	7.4	6.8	4.6
10	2.8	6.5	7.8	7.3	7.6	6.7	4.7
11	2.8	7.9	7.8	7.0	7.3	6.9	3.9
объемный материал	2.3	7.2	7.9	7.2	7.9	7.2	5.2

Таким образом, согласно структурной аттестации, образцы имеют слоистую структуру со строго определённой периодичностью, резкие межслойные границы со среднеквадратичной амплитудой шероховатостей $\sigma = 4 - 9 \text{ \AA}$. Наибольшее значение σ соответствует границам раздела из слоя хрома в слой железа и гадолиния по сравнению с границами раздела из слоёв железа и гадолиния в слой хрома.

3.3 Диффузное рассеяние

Для изучения диффузного рассеяния был использован позиционно - чувствительный детектор Pixel, который позволил увидеть сразу всю картину (2θ –скан) рассеянного на образце пучка при данном входном угле скольжения ω .

На Рисунке 17 приведена карта диффузного рассеяния, измеренная для образца № 3 (Fe/Cr(5.8 Å)/Gd). Были получены сканы по 2θ при разных углах падения ω , где ω изменяется в

интервале от 0.05 до 2.19 градуса с шагом 0.005 градуса. По оси ординат отложен угол между поверхностью образца и падающим пучком (ω – скан), по оси абсцисс – угол между поверхностью и отраженным пучком (2θ – скан).

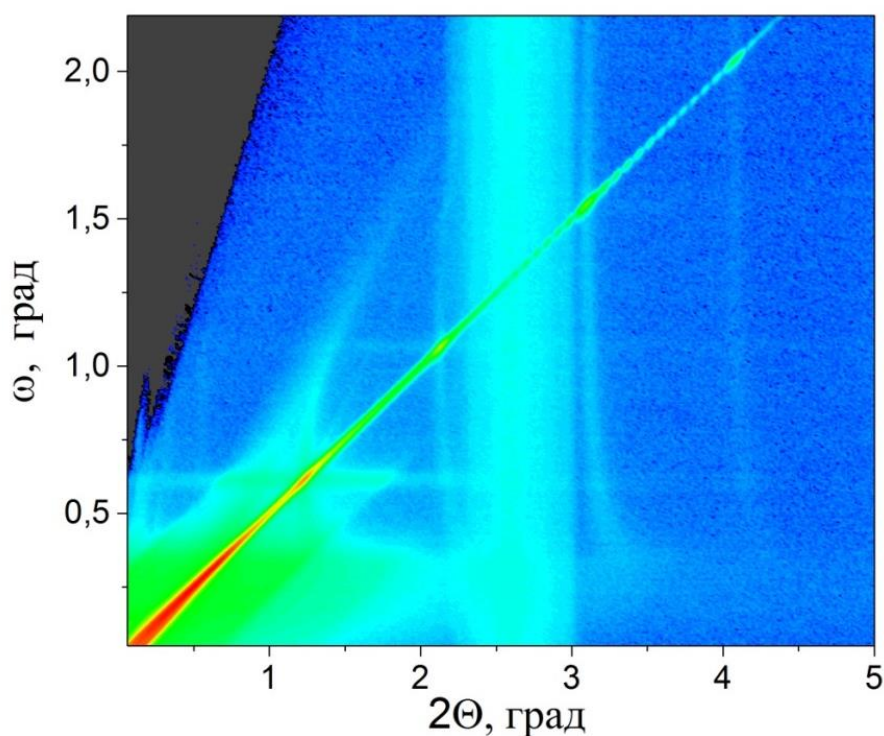


Рисунок 17. Карта диффузного рассеяния рентгеновского излучения, измеренного от образца №3 (Fe/Cr(5.8 Å)/Gd).

Качественный анализ приведенного графика позволяет нам сделать следующие выводы. Зеркальный канал рентгеновского отражения на приведенном графике представлен линией, удовлетворяющей соотношению $\omega = \theta$. Эти данные уже приведены нами на Рисунках 13 - 16, а результаты анализа – в таблицах 2 - 4. Все рассеянное излучение, зарегистрированное вне зеркального канала, представляет собой диффузное рассеяние, вызванное инструментальными эффектами и различного типа несовершенствами образца. Наблюдаемая на графике широкая полоса при значениях 2θ около 2.5 – 3 градусов – инструментальный эффект, возникающий из-за расходимости и недостаточной степени монохроматизации рентгеновского пучка.

На карте в зеркальном канале видно полное отражение при $2\theta=0.54^\circ$ и четыре брэгговских пика при $2\theta = 1.21^\circ, 2.13^\circ, 3.08^\circ, 4.08^\circ$, соответственно. Вблизи критического угла полного внешнего отражения (около значения $2\theta \sim 0.54^\circ$) на графике наблюдаются характерные параллельные и перпендикулярные полосы, вызванные рассеянием на шероховатой поверхности образца. Эти полосы соответствуют супер-Ионеда рассеянию [129], которое по природе отличается от классического эффекта Ионеда на одиночной неидеальной поверхности [107]. В литературе такие особенности рассеяния от сверхрешёток называют «крылья супер-

ионеда», их происхождение принято связывать с наличием нескоррелированной шероховатости межслойных границ сверхрешетки.

Для численной оценки статистических свойств поверхностей и межслойных границ с помощью программы PANalytical X'Pert Reflectivity были обработаны кривые качания (ω – сканы), измеренные при фиксированных значениях угла 2θ вблизи полного отражения $2\theta = 0.81^\circ$ и в положении, соответствующему первому брегговскому пику сверхрешетки $2\theta = 1.24^\circ$.

На Рисунках 18, 19 приведены экспериментальные данные кривых качания для сверхрешётки Fe/Cr(5.8 Å)/Gd (образец №3) и результаты моделирования в двух положениях: при $2\theta = 0.81^\circ$ вблизи полного отражения и при $2\theta = 1.24^\circ$ в положении первого брегговского пика.

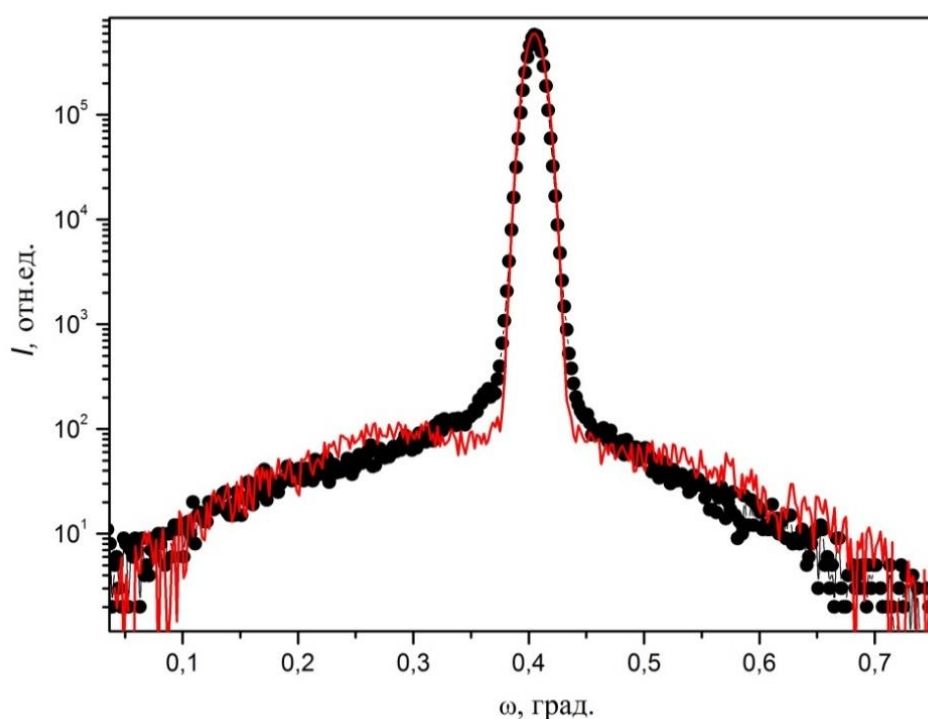
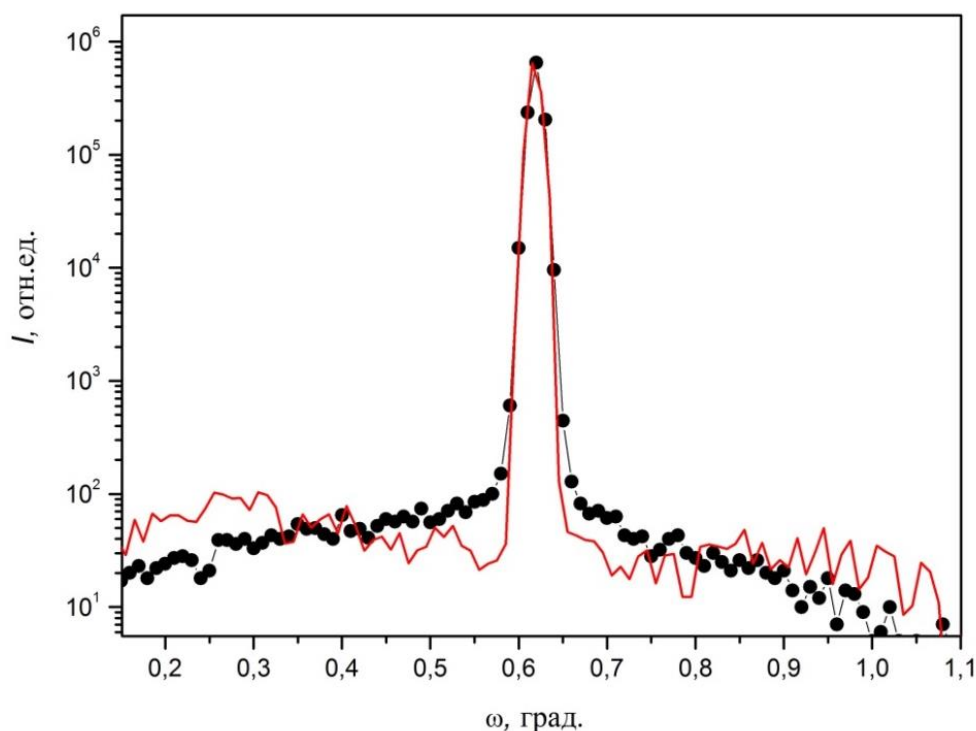


Рисунок 18. Экспериментальные кривые диффузного рассеяния для сверхрешётки Fe/Cr(5.8 Å)/Gd (образец №3) вблизи полного отражения при $2\theta = 0.81^\circ$.



Рисунки 19. Экспериментальные кривые диффузного рассеяния для сверхрешётки Fe/Cr(5.8)/Gd (образец №3) в окрестности первого брэгговского пика $2\theta = 1.24^\circ$.

При подгонке первой кривой для $2\theta = 0.81^\circ$ были рассчитаны следующие параметры: параметр Хёрста $h=0.8$ и латеральная корреляционная длина $L= 50$ nm. Для второй кривой при $2\theta = 1.24^\circ$ показатель степени шероховатости h равен 0.5, латеральная корреляционная длина $L=3$ nm. Легко увидеть, что, латеральная корреляционная длина изменяется с изменением угла 2θ , так как первый график описывает свойства поверхности, а второй межслойные границы. Можно утверждать, что корреляционная длина на поверхности больше, чем внутри образца.

3.4 Рентгеновская дифракция в геометрии скользящего падения

При исследовании сверхрешеток Fe/Cr/Gd в геометрии скользящего падения использовалась следующая конфигурация на падающем пучке: параболическое зеркало, щели соллера 0.04 радиан, щели расходимости $1/4^\circ$; на отраженном пучке: щели соллера 0.04 радиан, большой Ni фильтр для поглощения K_β – излучения и детектор PIXcel^{3D} (позиционно - чувствительный детектор).

На Рисунке 20 представлены дифрактограммы от трех образцов Fe/Cr/Gd, а также для сверхрешетки Fe/Gd, снятые при фиксированном угле скольжения $\omega = 3^\circ$. В отличие от традиционной дифракции, в геометрии параллельного пучка, в использованной экспериментальной схеме мы регистрировали только сигнал от многослойной структуры, не искаженный вкладом от подложки Si. Индексация брегговских пиков на Рисунке 20 проведена нами аналогично выполненному в работах [73, 77, 82].

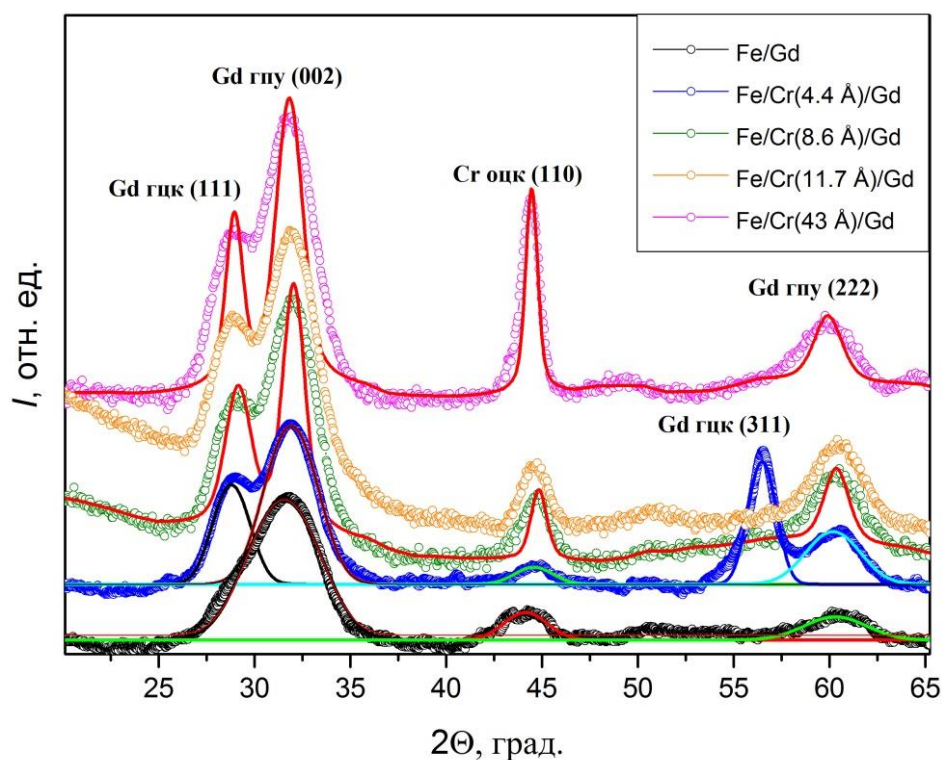


Рисунок 20. Спектры рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения от сверхрешеток Fe/Gd (образец №1), Fe/Cr(4.4 Å)/Gd (образец №1), Fe/Cr (8.6 Å)/Gd (образец №5), Fe/Cr (11.7 Å)/Gd (образец №7) и Fe/Cr (43 Å)/Gd (образец №10), измеренные при фиксированном угле падения $\omega = 3^\circ$.

Из анализа данных Рисунка 20 можно сделать следующие выводы о структурных свойствах исследуемых образцов:

- во всех образцах в слоях Gd преобладает фаза ГПУ Gd;
- в сверхрешетках Fe/Gd без прослойки Cr эта фаза является единственной, а введение прослойки Cr приводит к появлению дополнительной ГЦК фазы Gd.

Брегговские пики были описаны гауссианом, и можно заметить, что ГЦК фаза (111) сильно текстурирована во всех образцах Fe/Cr/Gd. Для качественной оценки относительного соотношения ГПУ и ГЦК фаз в слоях Gd, нами было оценено соотношение интегральных интенсивностей ГПУ (0002) и ГЦК (111) пиков $A_{ГЦК}(\%)/A_{ГПУ}(\%)$ в зависимости от толщины

прослойки Cr. В той же таблице приведены данные для пленки Gd(600 Å), которая будет описана ниже.

Для образцов, приведенных на Рисунке 20, были рассчитаны параметры решеток Gd по положениям брэгговских пиков ГПУ (0002) и ГЦК (111) (Таблица 5). Значения параметров решеток находятся в хорошем согласии с результатами других авторов [73]. Из Таблицы 5 следует, что параметр c для ГПУ Gd в сверхрешётках отличается от объемного Gd на 4.3 – 6 %. Это свидетельствует о том, что нет систематической зависимости параметра решетки c от толщины слоя Cr. Погрешность значений параметров решетки оценивается около 0.01 Å.

Важным представляется, что не наблюдается систематической зависимости соотношения двух фаз ($A_{ГЦК}(\%)/A_{ГПУ}(\%)$) Gd Fe/Cr/Gd от толщины прослойки Cr. Параметр c ГПУ фазы значительно уменьшен по сравнению с объемным значением и слабо растет по мере роста толщины прослойки.

Используя формулу Шеррера (3.1), мы оценили средний размер зерен ГПУ Gd. Средний размер зерна составляет 20 Å, что согласуется с данными [5], где авторы привели свою оценку в 16.5 Å.

$$\varepsilon = \frac{K \times \lambda}{\beta \times \cos \theta}, \quad (3.1)$$

$K=0.75$ – безразмерный коэффициент формы частиц (постоянная Шеррера);

β - ширина рефлекса на полувысоте (в радианах).

Таблица 5. Параметры решетки [ГЦК ($a_{ГЦК}$) и ГПУ ($c_{ГПУ}$)] и отношение между площадями под главными пиками каждой фазы $A_{ГЦК}(\%)/A_{ГПУ}(\%)$ Gd.

образец	$A_{ГЦК}(\%)/A_{ГПУ}(\%)$	$c_{ГПУ}, \text{Å}$	Отличие параметра c от объемного Gd, %	$a_{ГЦК}, \text{Å}$
объемный Gd	00 : 100	5.9	-	-
Fe/Gd	00 : 100	5.6	4.4 %	-
Fe/Cr(4 Å)/Gd	28 % : 72 %	5.6	4.9 %	5.3
Fe/Cr(8.6 Å)/Gd	30 % : 70%	5.6	4.9 %	5.3
Fe/Cr(11.7Å)/Gd	23 % : 73 %	5.6	4.8 %	5.3
Fe/Cr(43 Å)/Gd	25 % : 75 %	5.6	4.3 %	5.4
Gd(600 Å)	30 % : 70%	5.5	5.9 %	5.4

Для того, чтобы объяснить влияние ГЦК фазы на магнитные свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd важно выяснить, каким образом ГЦК и ГПУ фазы распределены в слоях Gd в зависимости от глубины. Особенно, интересно выяснить какая фаза формируется вблизи межслойных границ Cr/Gd. Для выяснения данного вопроса нами был исследован дополнительный модельный образец Si//Cr(100 Å)/Gd(600 Å)/Nb (300 Å), выращенный при тех же условиях, что и сверхрешетки Fe/Cr/Gd. Достаточно толстый слой Gd был выращен на буферном слое Cr и закрыт защитным слоем Nb. Такая структура образца позволяет нам, регулировать глубину проникновения пучка в образец и получать структурную информацию с разрешением по глубине, устанавливая угол падения рентгеновского пучка на образец. При малых углах падения рентгеновского пучка сначала будет получена информация о структуре Gd вблизи границы с Nb и далее, по мере увеличения угла, информация о структуре в глубине слоя и на интерфейсе с Cr. В частности, если на дифрактограмме будут зафиксированы рефлексы от Cr, можно утверждать, что рентгеновский луч прошел через весь слой Gd.

На Рисунках 21 (а) и (б) представлены сканы рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения от трехслойной структуры Si//Cr (100 Å)/Gd (600 Å)/Nb (300 Å) в интервале углов падения ω от 0.2° до 5° , а также проиндексированы наблюдаемые рефлексы.

По данной дифрактограмме можно проследить за структурой внутри образца, изменяя глубину проникновения рентгеновского луча $\tau(\text{Gd})$.

$$\omega = 0.4^\circ, \tau(\text{Gd}) \approx 190 \text{ \AA},$$

$$\omega = 0.8^\circ, \tau(\text{Gd}) \approx 400 \text{ \AA},$$

$$\omega = 1^\circ, \tau(\text{Gd}) \approx 480 \text{ \AA},$$

$$\omega = 2^\circ, \tau(\text{Gd}) \approx 1000 \text{ \AA}.$$

При малых $\omega=0.2\div 0.5^\circ$ падающий пучок проходит только через верхний слой Nb₂O₃ и Nb. Чем больше угол между падающим пучком и поверхностью образца, тем больше глубина проникновения. При $\omega=0.5^\circ$ наблюдается небольшой пик от ГПУ (0002) Gd и пик ГЦК (111) Gd. Таким образом, можно оценить толщину слоя Gd, где сформирована ГЦК фаза. При угле падения 0.7° луч проходит через весь слой Gd и наблюдается пик Cr. Так как пики ГЦК (111) и ГПУ (002) появляются при одном угле падения, можно сделать вывод, что ГЦК и ГПУ фазы Gd формируются одновременно и распределены по всему объёму слоя.

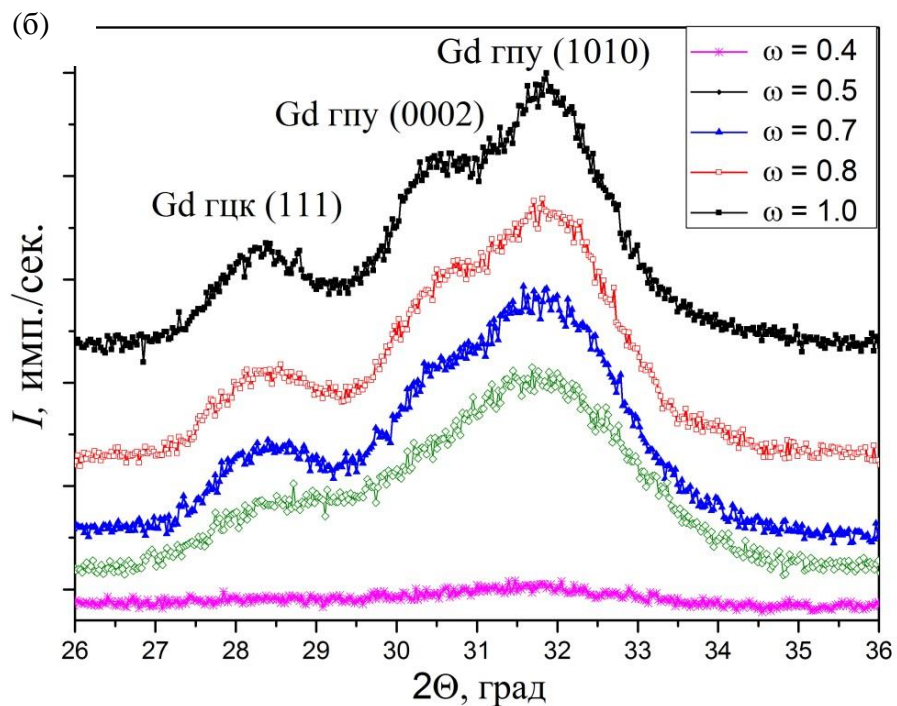
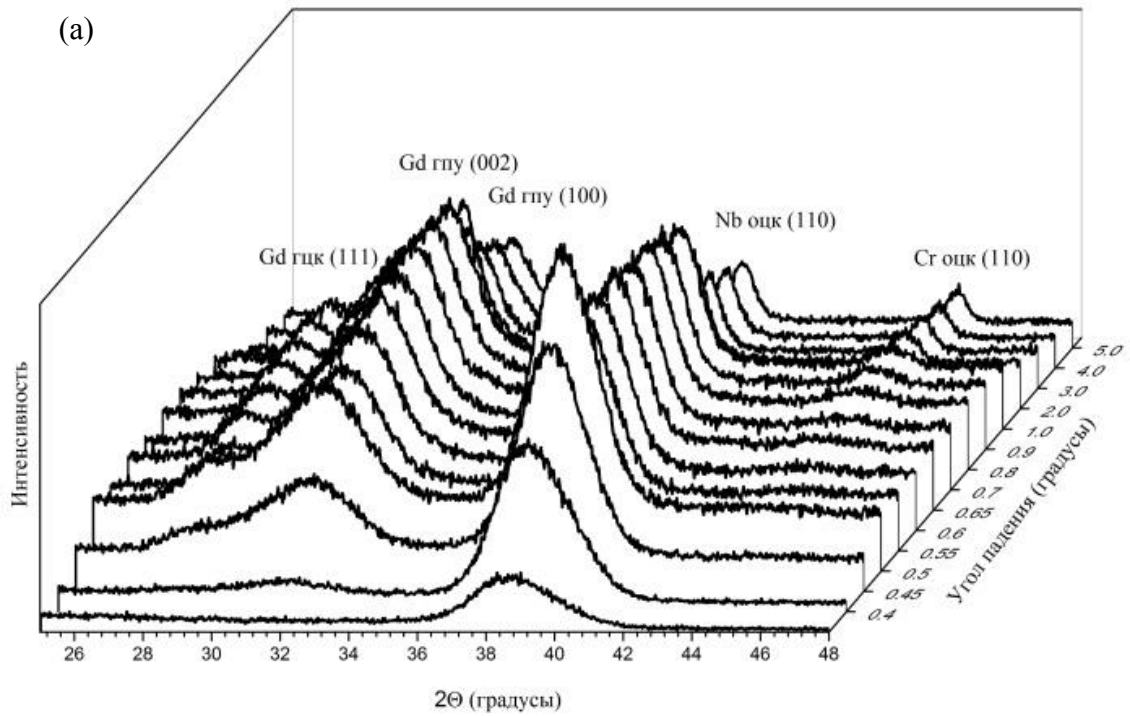


Рисунок 21. Спектры рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения от пленки Si//Cr (100 Å)/Gd (600 Å)/Nb (300 Å) при разных углах падения: (а) двумерные сканы в координатах $2\theta - \omega$ и (б) в увеличенном масштабе графики в интервале по 2θ где возникают пики от ГПУ и ГЦК фаз Gd.

Выводы по главе 3

В данном исследовании была определена внутрислойная кристаллическая структура и свойства межслойных границ сверхрешёток Fe/Cr/Gd в зависимости от толщины прослойки хрома различными рентгеновскими методами. Структурная аттестация образцов была проведена методом рентгеновской рефлектометрии. Согласно результатам исследований все слои сверхрешёток представлены сплошными слоями (кроме образца Fe/Cr(4.4 Å)/Gd). Образцы имеют слоистую периодическую структуру, резкие межслойные границы со среднеквадратичной амплитудой шероховатостей $\sigma = 4 - 9 \text{ \AA}$; границы раздела из одного слоя во второй и из второго в первый оказались разными. Для изучения межслойной шероховатости были сняты карты диффузного рассеяния и ω - сканы. Шероховатости на межслойных границах сверхрешетки нескоррелированы, корреляционная длина межслойных границ составляет 3 нм.

Для определения фазового состава сверхрешёток Fe/Cr/Gd была использована методика рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения. Установлено, что при введении тонкой прослойки Cr между слоями Gd и Fe в слое Gd помимо основной ГПУ фазы формируется ГЦК фаза. Обе кристаллические фазы равномерно распределены по объёму слоя Gd.

В данном исследовании впервые проведено экспериментальное исследование влияния толщины прослойки хрома на кристаллическую структуру.

4. Магнитные свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd

4.1 Измерения намагниченности

В 4 главе описаны исследования макроскопических свойств сверхрешёток методами вибрационной – , СКВИД - магнитометрии и рентгеновским магнитным круговым дихроизмом.

Магнитные измерения проводились при комнатной температуре на лабораторном вибрационном магнитометре АВМ-1. Магнитное поле прикладывалось в плоскости образца. На Рисунке 22 (а), (б) представлены зависимости магнитного момента на единицу площади от приложенного магнитного поля. Из анализа петель гистерезиса, измеренных при комнатной температуре (Рисунок 22 а, б), следует, что суммарная намагниченность образцов меньше намагниченности объемного Fe данной толщины ($M=5.98 \cdot 10^{-4}$ ему/см²). Из этого следует, что либо магнитный момент Fe уменьшается, либо Gd при $T=300$ К (выше $T_C=293$ К объемного Gd) имеет небольшую намагниченность, которая противоположно направлена намагниченности слоя железа.

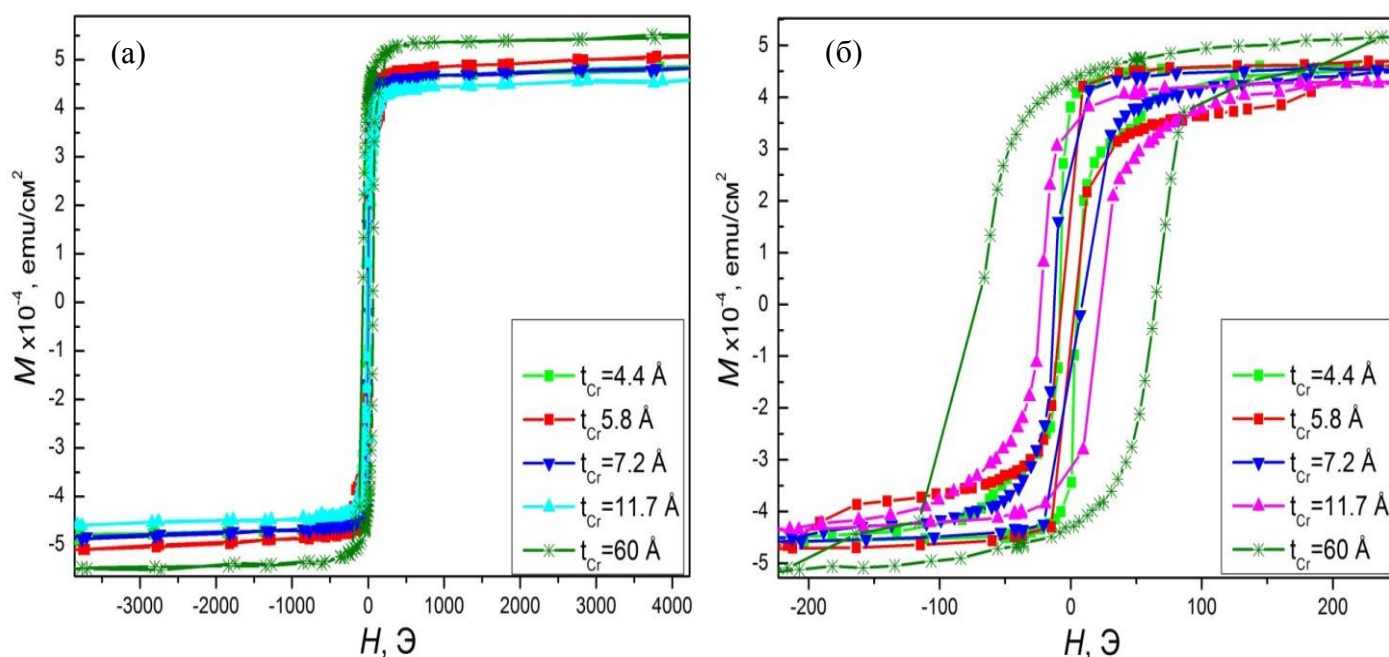


Рисунок 22. Кривые намагничивания, $M(H)$, для образцов №2, №3, №4, №7, №11, измеренные при $T=295$ К (а) в интервале $H=-4000$ Э до $H=4000$ Э; (б) от $H=-200$ Э до $H=250$ Э.

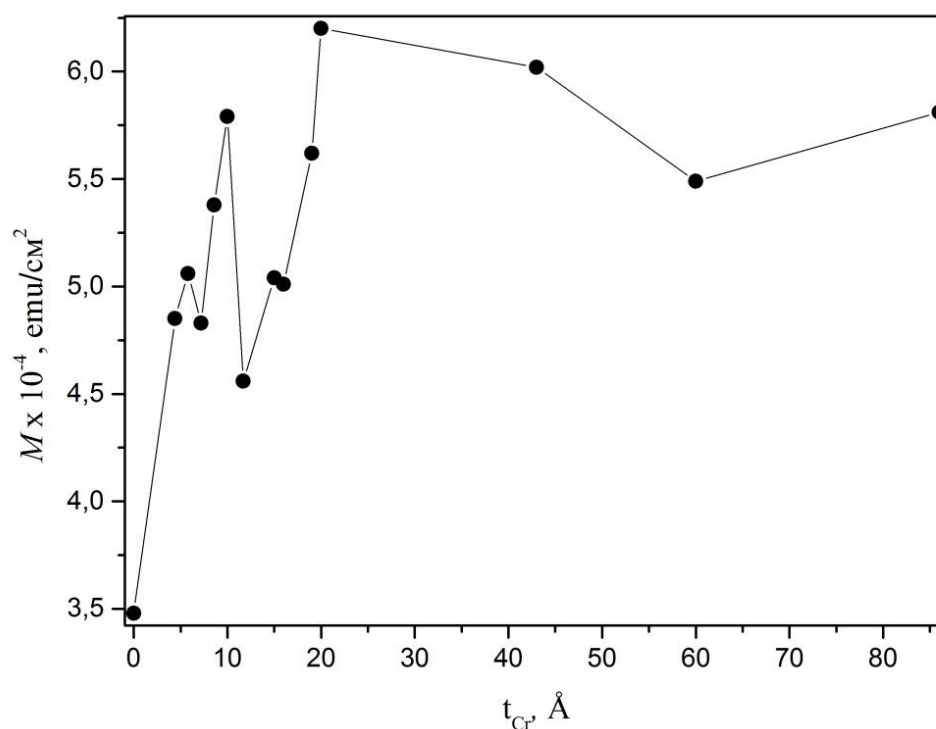


Рисунок 23. Зависимость намагниченности сверхрешеток Fe/Cr/Gd от толщины прослойки Cr, измеренная при $H=4000$ Э, $T=295$ К.

На Рисунке 23 представлена зависимость намагниченности сверхрешеток Fe/Cr/Gd от толщины прослойки Cr. Измерения проведены при комнатной температуре в магнитном поле $H=4$ кЭ. Отметим, что величина намагниченности растет по мере увеличения толщины прослойки Cr и выходит на постоянную величину при $t_{Cr} > 20$ Å. В интервале толщин от 0 до 20 Å наблюдаются осцилляции намагниченности, что возможно, связано с осцилляциями обменного взаимодействия Fe и Gd через прослойку Cr.

Низкотемпературные измерения проводились на СКВИД – магнетометре в магнитном поле 500 Э. Отличительной чертой температурной зависимости намагниченности сверхрешёток Fe/Cr/Gd является разнообразие типов поведения кривых. Всю серию образцов можно разделить на две группы. Первая группа, которая характеризуется немонотонной зависимостью намагниченности от температуры, включает образцы с прослойкой хрома $t_{Cr} = 0 - 7.2$ Å, см Рисунок 24, где представлены температурные зависимости намагниченности для образцов №1 - 4. Образцы второй группы (с прослойкой хрома $t_{Cr} = 8.6 - 60$ Å) характеризуются монотонно убывающей температурной зависимостью намагниченности. На Рисунке 25 представлены температурные зависимости намагниченности для образцов № 5 - 11.

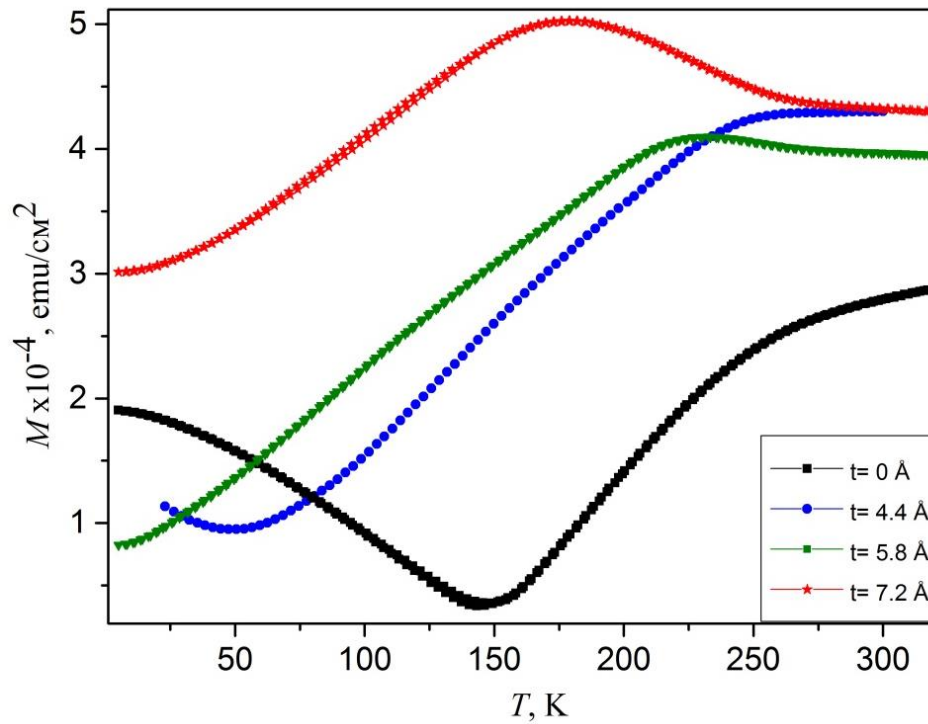


Рисунок 24. Зависимости намагниченности от температуры для образцов № 1-4: Fe/Gd, Fe/Cr(4.4 Å)/Gd, Fe/Cr(5.8 Å)/Gd, Fe/Cr(7.2 Å)/Gd, измеренные при $H=500$ Э.

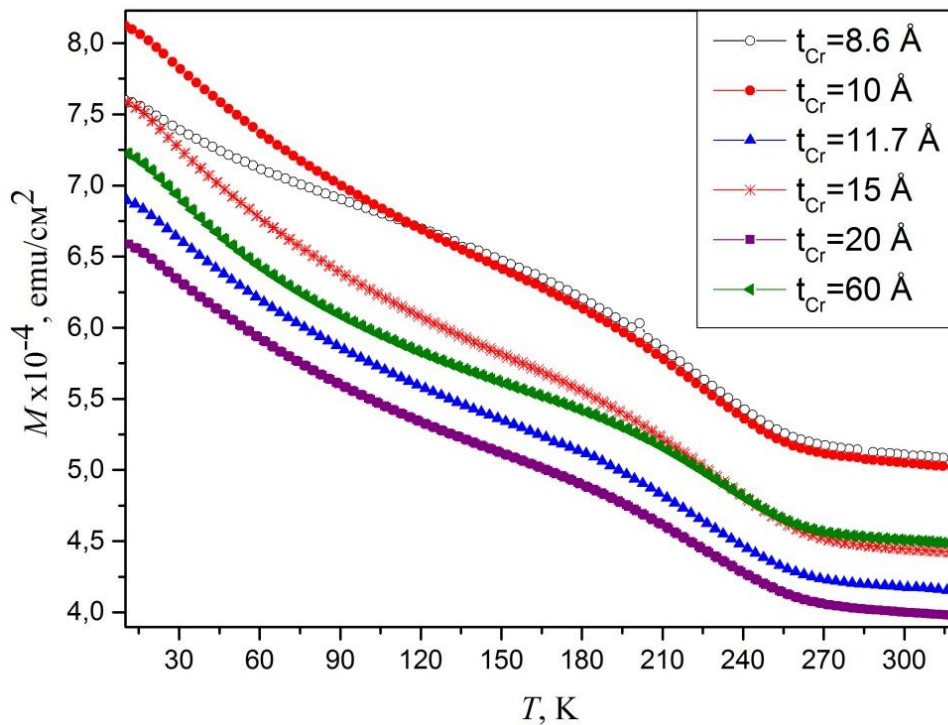


Рисунок 25. Зависимости намагниченности от температуры для образцов № 5 – 9, 11: Fe/Cr(8.6 Å)/Gd, Fe/Cr(10 Å)/Gd, Fe/Cr(11.7 Å)/Gd, Fe/Cr(15 Å)/Gd, Fe/Cr(20 Å)/Gd, Fe/Cr(60 Å)/Gd, измеренные при $H=500$ Э.

Для всех образцов выше температуры 250 К величина намагниченности выходит на постоянное значение, что очевидно связано с переходом основного объема слоев Gd в парамагнитную фазу. При этом величина остаточной намагниченности обусловлена магнитным моментом слоев Fe. При понижении температуры намагниченность для образцов первой группы (Рисунок 26) уменьшается, что свидетельствует об увеличении среднего магнитного момента в слоях Gd, так как в данном диапазоне температур средний магнитный момент Fe остается постоянным. Магнитные моменты Fe направлены по полю, Gd – против поля. Наименьшее значение намагниченности соответствует температуре компенсации, при которой магнитные моменты подрешеток Fe и Gd уравнивают друг друга. Отклонение от нуля намагниченности при температуре компенсации возникает из-за того, что измерения проводятся в ненулевом магнитном поле. При уменьшении температуры ниже температуры компенсации намагниченность увеличивается, причем магнитные моменты слоев Gd разворачиваются по полю, а Fe – против поля. Также на температурных кривых образцов Fe/Cr(5.8 Å)/Gd и Fe/Cr(7.2 Å)/Gd имеются локальные максимумы. Их происхождение можно связать с образованием неколлинеарной магнитной структуры, в рамках которой увеличивается намагниченность.

Для образцов второй группы при $t_{Cr} > 8.6 \text{ \AA}$ (Рисунок 27) величина намагниченности с ростом температуры монотонно убывает, что свидетельствует об уменьшении намагниченности в слоях Gd. Намагниченность слоёв Gd и Fe при этом ориентированы по направлению внешнего магнитного поля. Такое поведение свидетельствует о малости (или отсутствии) межслойного обменного взаимодействия и, как следствие, о ферромагнитном упорядочении магнитных моментов слоев Fe и Gd в приложенном магнитном поле. Величина намагниченности для образцов второй группы слабо меняется с увеличением толщины прослойки.

Низкотемпературные кривые намагничивания, $M(H)$, подтверждают быстрое спадание антиферромагнитного обмена с увеличением толщины прослоек Cr. На Рисунке 26 приведены такие кривые для серии образцов с $t_{Cr}=0 \text{ \AA}$, 4.4 \AA , 5.8 \AA и 60 \AA , измеренные при $T=20 \text{ K}$. Кривые намагничивания для образцов с толщиной прослойки Cr менее 8 \AA имеют малую остаточную намагниченность, что указывает на антиферромагнитное упорядочение магнитных моментов слоев Fe и Gd. При увеличении толщины прослойки хрома до 8 \AA восприимчивость образцов в нулевом поле быстро растет, что свидетельствует об уменьшении величины антиферромагнитного обменного взаимодействия. С дальнейшим ростом толщины прослойки Cr величина намагниченности и форма кривых $M(H)$ практически перестают изменяться, что свидетельствует о малости межслойного обменного взаимодействия при больших толщинах прослойки Cr. Петли гистерезиса для двух образцов с $t_{Cr}=20 \text{ \AA}$ и $t_{Cr}=11.7 \text{ \AA}$ (представленные на Рисунке 27) практически совпадают. Их форма качественно может быть объяснена

независимым перемангничиванием слоев Fe и Gd, что не позволяет говорить о каком-либо проявлении межслойного обменного взаимодействия.

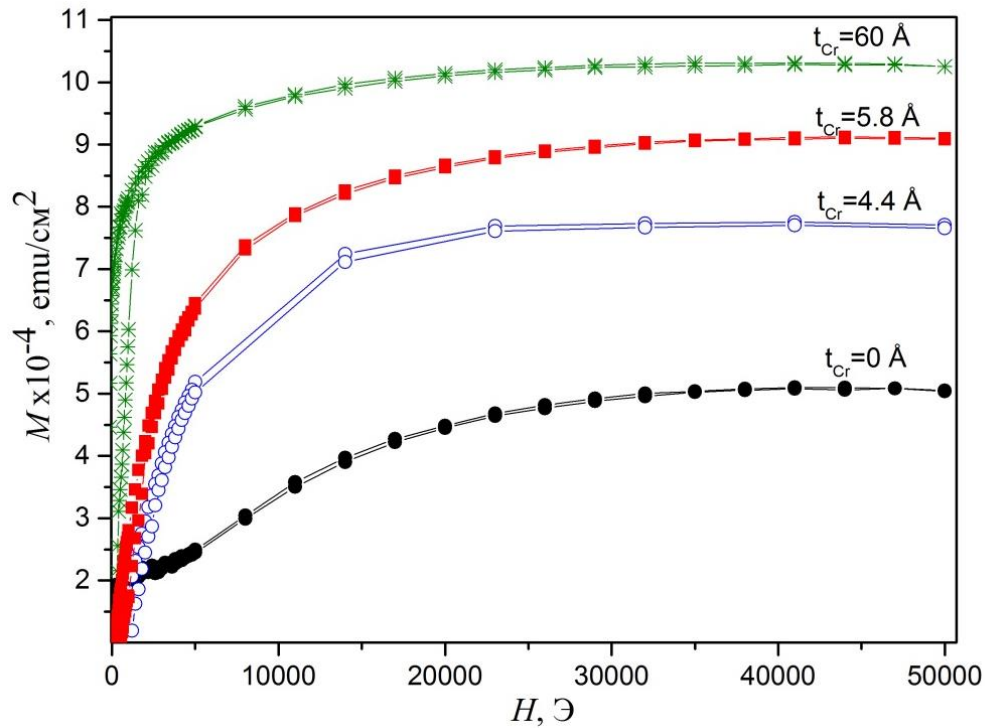


Рисунок 26. Кривые намагничивания для нескольких образцов Fe/Cr(t)/Gd с различными толщинами прослойки Cr, измеренные при T=20 К.

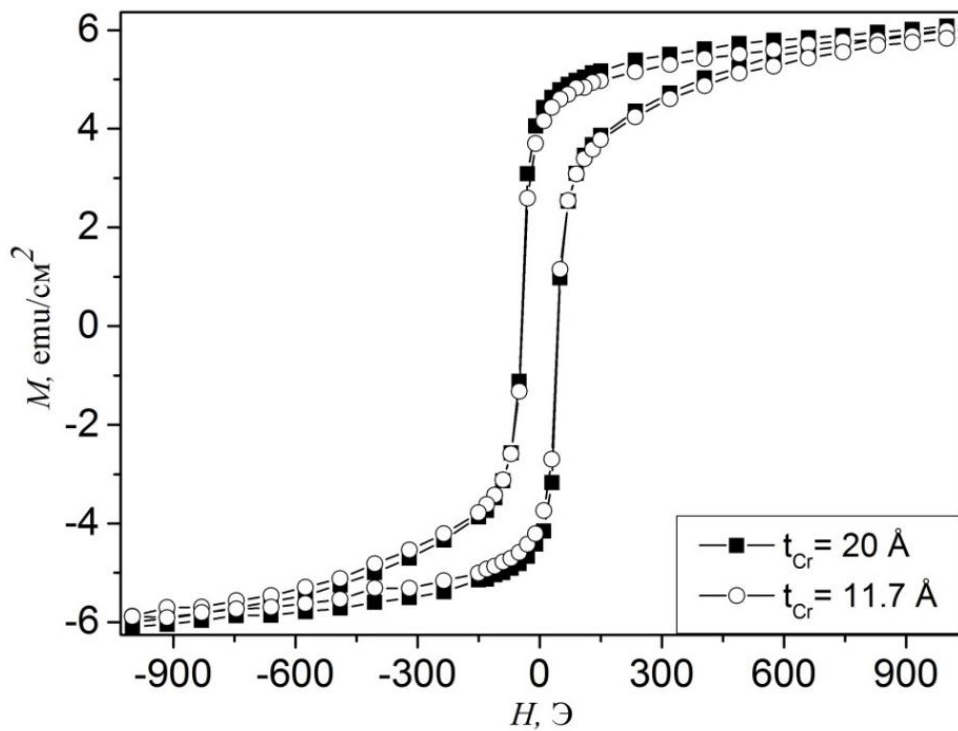


Рисунок 27. Петли гистерезиса для образцов Fe/Cr(t)/Gd с прослойками хрома 11.7 и 20 Å, измеренные при T=100 К.

4.2 Анализ магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd, измеренных методом рентгеновского циркулярного магнитного дихроизма

Элементно-чувствительные магнитные свойства сверхрешеток Fe/Cr/Gd были исследованы методом рентгеновского циркулярного магнитного дихроизма. Измерения спектров поглощения (XAS) и дихроизма (XMCD) проводились путем сканирования по энергии фотонов и приложения в каждой точке по энергии магнитного поля в двух противоположных направлениях. Для перемагничивания образца магнитное поле прикладывалось в течение $\sim 2 - 4$ с. После этого, перестраивался ондулятор, и повторялось аналогичное измерение для противоположной круговой поляризации.

На Рисунке 28 представлен спектр циркулярного магнитного дихроизма, полученный при сканировании энергии фотонов вблизи К –края поглощения Fe ($E=7.11$ keV) при комнатной температуре во внешнем магнитном поле 300 Э для образца Fe/Cr(7.2 Å)/Gd. Измерения, выполненные при различных температурах, показали, что сигнал магнитного дихроизма Fe не зависит от температуры.

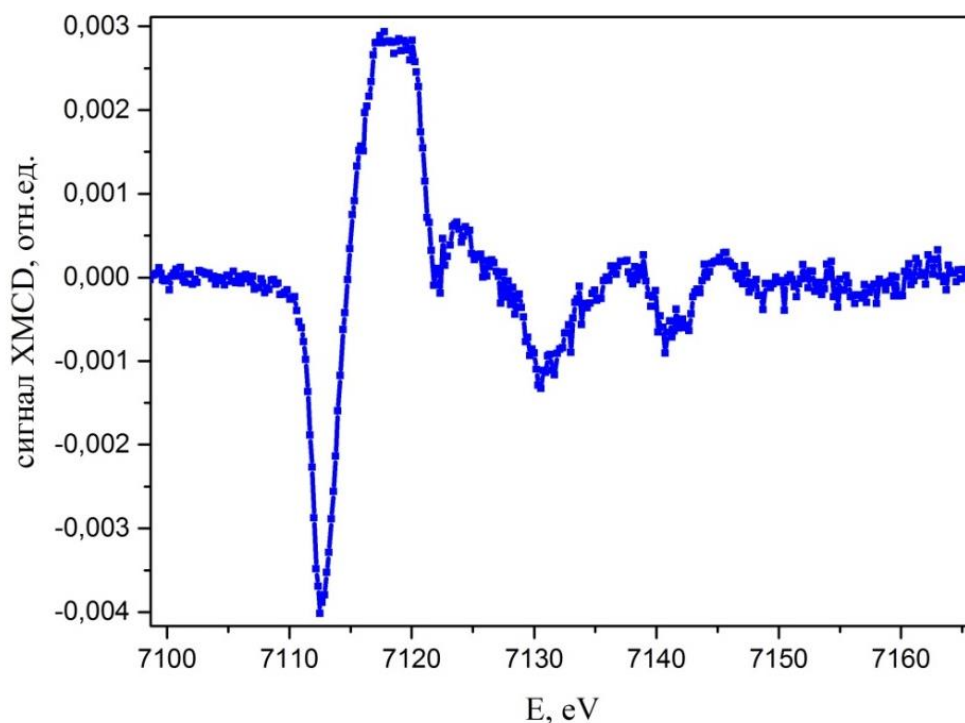


Рисунок 28. Спектр циркулярного магнитного дихроизма вблизи К-края поглощения Fe для образца Fe/Cr(7.2 Å)/Gd, измеренный при $T=300$ К, $H=300$ Э.

На Рисунке 29 представлены спектры рентгеновского циркулярного магнитного дихроизма, полученные при сканировании энергии фотонов вблизи L_2 - края поглощения Gd ($E=7.93$ keV) для образца Fe/Cr(4.4 Å)/Gd, измеренные при температурах 10 К, 100 К, 150 и 300 К.

На Рисунке 30 представлены спектры XMCD, измеренные вблизи L_2 - края поглощения Gd ($E=7.93$ keV) для образца Fe/Cr(7.2 Å)/Gd при температурах 45 К, 100 К, 150 и 300 К. Все спектры XMCD двух образцов были измерены во внешнем магнитном поле $H=500$ Э. Сигнал магнитного дихроизма Gd сильно зависит от температуры. Наибольший сигнал наблюдается при температуре 10 К (для образца Fe/Cr(4.4 Å)/Gd) и 45 К (для образца Fe/Cr(7.2 Å)/Gd), с увеличением температуры сигнал уменьшается. Знак магнитного дихроизма не меняется и, следовательно, в рассматриваемом образце нет ориентационного перехода. Форма спектра, а также интенсивность сигнала дихроизма вблизи L_2 - края для обоих образцов на Рисунках 29, 30 согласуется с ожидаемыми значениями. Из качественного анализа графиков следует, что с увеличением температуры, магнитный момент Gd уменьшается. Единственная особенность - это наличие слабого магнитного сигнала при комнатной температуре, т.е. при температуре выше температуры Кюри объемного Gd (293 К)

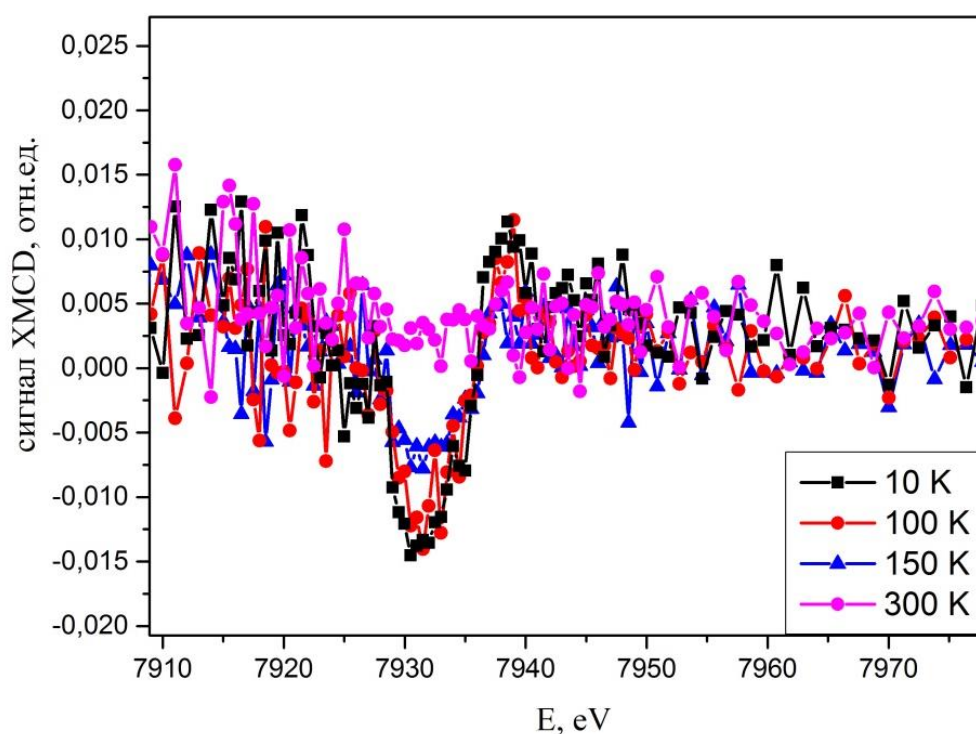


Рисунок 29. Спектры циркулярного магнитного дихроизма вблизи L_2 -края поглощения Gd для образца Fe/Cr(4.4 Å)/Gd, измеренные при температурах 10 К, 100 К, 150 К, 300 К и во внешнем магнитном поле $H=500$ Э.

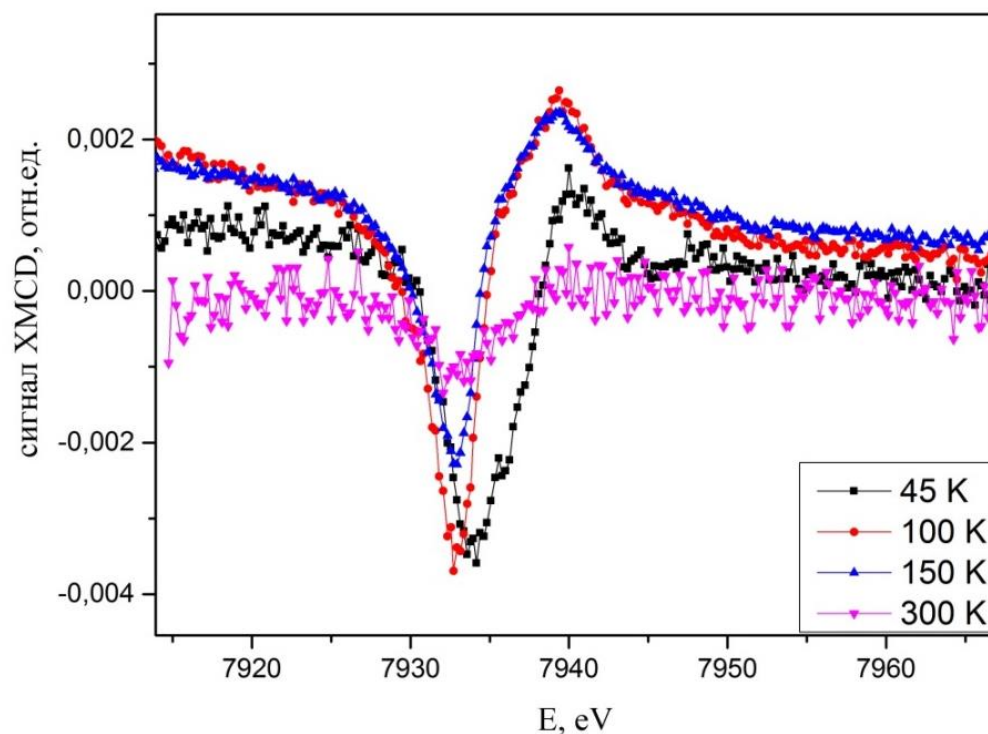


Рисунок 30. Спектры циркулярного магнитного дихроизма в области L_2 -края поглощения Gd для образца Fe/Cr(7.2 Å)/Gd, измеренные при температурах 45 К, 100 К, 150 К, 300 К в магнитном поле $H=500$ Э.

Как говорилось выше, для того чтобы выполнить анализ данных нужно определить рентгеновскую длину рассеяния Gd [2, 3]. В частности, при энергии $E=7932$ eV фактор зарядового рассеяния равен $f_e = -14.93 + 16.56i$. Для того чтобы получить факторы магнитного рассеяния, мы использовали XMCD спектры. Для энергии $E=7932$ eV, мы нашли, что $f_m = 0.11 - 0.01i$.

Выводы по 4 главе

В главе приведено исследование магнитных свойств сверхрешёток Fe/Cr/Gd интегральными методами. В первой части главы описаны измерения при комнатной температуре на вибрационном магнетометре и при низких температурах на СКВИД – магнетометре. Во второй части главы описаны XMCD измерения. Данные, полученные разными интегральными методами, согласуются.

Анализ полученных в настоящей работе температурных и полевых зависимостей намагниченности для серии образцов Fe/Cr/Gd с различной толщиной прослойки Cr позволяет говорить о быстром уменьшении величины межслойного обменного взаимодействия с ростом

толщины прослойки Sr. Проведенные эксперименты показали, что у Gd наблюдается небольшой магнитный момент при комнатной температуре (выше температуры Кюри объемного Gd). С уменьшением температуры намагниченность Gd увеличивается. Также были получены факторы зарядового рассеяния и магнитного рассеяния.

Результаты, изложенные в данной главе опубликованы в работах [130, 131, 132].

5. Исследование магнитных свойств сверхрешеток Fe/Cr/Gd с разрешением по глубине

Для исследования распределения магнитных моментов Fe и Gd в сверхрешетках Fe/Cr/Gd с разрешением по глубине нами использовались методы рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии.

Большинство нейтронных измерений были проведены на рефлектометре NREX на стационарном нейтронном реакторе FRM-II (г. Гархинг, Германия). Отдельные измерения проводились также на время-пролетном рефлектометре РЕМУР (ИБР-2, ОИЯИ, г. Дубна) и рефлектометре SuperADAM института Лауэ - Ланжевена (г. Гренобль, Франция) [133]. Измерения рентгеновской резонансной магнитной рефлектометрии были выполнены на станции 4ID-D синхротрона APS (Аргоннская национальная лаборатория, США) и станции ID-12 в ESRF (Гренобль, Франция). Все измерения были выполнены в интервале температур от 15 до 300 К во внешнем магнитном поле 500 Э.

В предыдущей главе, было показано, что все образцы Fe/Cr/Gd можно разделить на две группы с точки зрения их магнитных свойств. Это серии с толщиной прослойки Cr $t_{Cr} < 8 \text{ \AA}$ и с $t_{Cr} > 8 \text{ \AA}$.

5.1 Рефлектометрия поляризованных нейтронов и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия для структур Fe/Cr/Gd с толщиной прослойкой Cr меньше 8 Å

Для апробации метода обработки нами сначала была проанализирована многослойная структура Fe/Gd (образец № 1).

В нейтронной рефлектометрии при полном поляризационном анализе измеряются четыре коэффициента отражения нейтронов в зависимости от переданного импульса: две зависимости без переворота спина (R^{++} и R^{--}) и две с переворотом спина (R^{+-} и R^{-+}). Так как $R^{+-} = R^{-+}$, достаточно измерять три зависимости коэффициента отражения нейтронов от переданного волнового вектора.

На Рисунках 31 и 32 приведены экспериментальные зависимости коэффициентов зеркального отражения $R^{++}(Q)$ и $R^{--}(Q)$, измеренные при двух температурах $T=15$ К, 300 К для состояний с проекцией спина («+») и («-») направления магнитного поля величиной $H=500$ Э. Коэффициенты отражения нейтронов с переворотом спина R^{+-} и R^{-+} не приведены, так как спин-флип сигнал не наблюдается. Gd является хорошим поглотителем нейтронов, поэтому на кривых виден только край полного отражения при $Q \approx 0.005 \text{ \AA}^{-1}$ и два брэгговских пика при значениях $Q = 0.075 \text{ \AA}^{-1}$, 0.158 \AA^{-1} , соответственно. Экспериментальные зависимости $R^{++}_{\text{эксп}}(Q)$ и $R^{--}_{\text{эксп}}(Q)$ описывались расчетными кривыми $R^{++}_{\text{рас}}(Q)$ и $R^{--}_{\text{рас}}(Q)$. При моделировании каждый слой Gd разбивался на три подслоя, характеризующиеся плотностью длины рассеяния (реальная, мнимая и магнитная части), средним магнитным моментом и скоростью изменения магнитного момента с глубиной слоя. Описать максимумы вблизи брэгговских пиков удалось, варьируя толщину слоев, среднеквадратичную шероховатость межслойных границ и плотность длины рассеяния слоев Gd и Fe. При этом для слоя железа получены следующие данные: толщина слоя Fe $d = 33 \pm 1 \text{ \AA}$, плотность длины рассеяния $Nb=(8.02-0.01i) \cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$, величина среднеквадратичной шероховатости $\sim 4 \text{ \AA}$; для гадолиния $d=46 \text{ \AA}$, величина среднеквадратичной шероховатости $\sim 6 \pm 1 \text{ \AA}$, величина плотности длины рассеяния $(0.42-3.42i) \cdot 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$.

На втором этапе производилось сравнение экспериментальной кривой с соответствующей теоретической кривой. При этом свободными параметрами были средние значения магнитных моментов подслоев, угол между направлением среднего магнитного момента в подслое и внешнем магнитном полем и скорость изменения магнитного момента с глубиной.

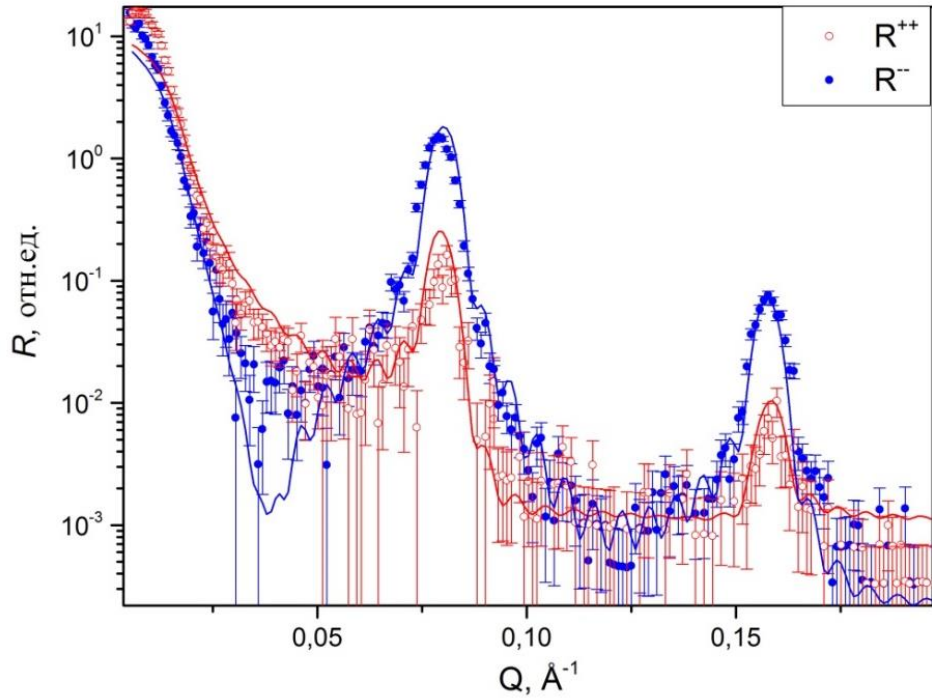


Рисунок 31. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и против магнитного поля (R^{-}), от переданного импульса для структуры Fe/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 15 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

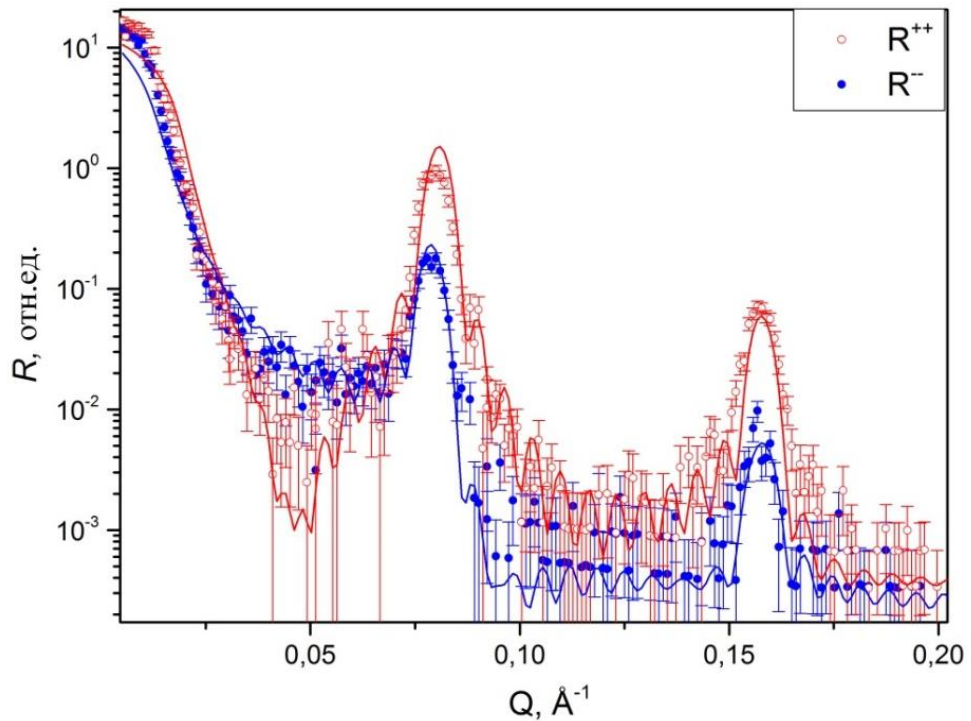


Рисунок 32. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и против магнитного поля (R^{-}), от переданного импульса для структуры Fe/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 300 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

Как видно из Рисунков 31 и 32, на брэгговских пиках коэффициент отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля R^{++} при 15 К ниже коэффициента отражения нейтронов, поляризованных против магнитного поля R^- , а при 300 К наоборот. Из рисунка следует, что при 15 К магнитные моменты Gd ориентированы по направлению внешнего магнитного поля, Fe – против. При 300 К магнитные моменты слоев Fe ориентированы по полю, Gd – против поля. Условия Fe - ориентированного состояния и Gd – ориентированной состояния соответствуют фазовой диаграмме Camley [87].

Для описания распределения магнитного момента внутри слоев Gd, нами использовалась следующая параметризация [3]

$$M(z) = M_0 + \frac{\sinh[|t-2z|/2\tau]}{\sinh[t/2\tau]} \times [(M_B - M_0)\eta(t - 2z) + (M_H - M_0)\eta(2z - t)], \quad (5.1)$$

где $\eta(x)$ – функция Хевисайда; t – толщина слоя; M_0 , M_B , M_H – значения магнитного момента в центральном, верхнем и нижнем подслоях. Параметр τ описывает скорость изменения величины магнитного момента с глубиной внутри слоя.

Из обработки спектров, полученных методом рефлектометрии поляризованных нейтронов, мы получаем средний магнитный момент в подслое в расчете на атом. Согласно расчету, средние магнитные моменты Gd в интерфейсных областях M_B , M_H при $T=15$ К равны 7 μ_B /атом (в расчете на атом), а в центральной части M_0 4 μ_B /атом (в расчете на атом), при комнатной температуре $M_0=0$ μ_B /атом (в расчете на атом), $M_B=M_H=3$ μ_B /атом (в расчете на атом). Данные результаты согласуется с [3, 134].

Магнитная структура Fe/Cr/Gd образца №3 с антиферромагнитной прослойкой хрома с фактической толщиной 3.9 Å (около 3 монослоев Cr) (Рисунки 33-36) отличается от вышеприведенной структуры Fe/Gd. Данный образец был исследован как методом РПН, так и РРМР. В данном образце не формируется сплошной слой Cr, скорее всего, этот слой характеризуется кластерно-слоистой структурой. В эксперименте по РРМР магнитное поле величиной 500 Э прикладывалось в плоскости образца. В ходе эксперимента измерялась разница коэффициентов отражения для фотонов с противоположными круговыми поляризациями при энергии фотонов $E=7.94$ keV. Чтобы убедиться в отсутствии артефактов, измерение было повторено для противоположного направления приложенного магнитного поля при заданной энергии, в области L_2 - края поглощения при двух температурах 300 К и 15 К. На Рисунках 33 и 35 приведена зависимость разности коэффициентов отражения фотонов с различными поляризациями ($R^+ - R^-$) умноженная на волновой вектор в четвертой степени Q^4 (ось ординат) от волнового вектора (нижняя ось абсцисс) или угла 2θ (верхняя ось абсцисс). На кривых видно четыре брэгговских пика при $Q=0.152, 0.22, 0.30$ и 0.367 Å⁻¹.

На Рисунках 34 и 36 приведены зависимости коэффициентов зеркального отражения поляризованных нейтронов $R^{++}(Q)$ и $R^{-}(Q)$, измеренные при температурах 300 К и 15 К для состояний с проекцией спина («+») и («-») направления магнитного поля величиной $H=500$ Э.

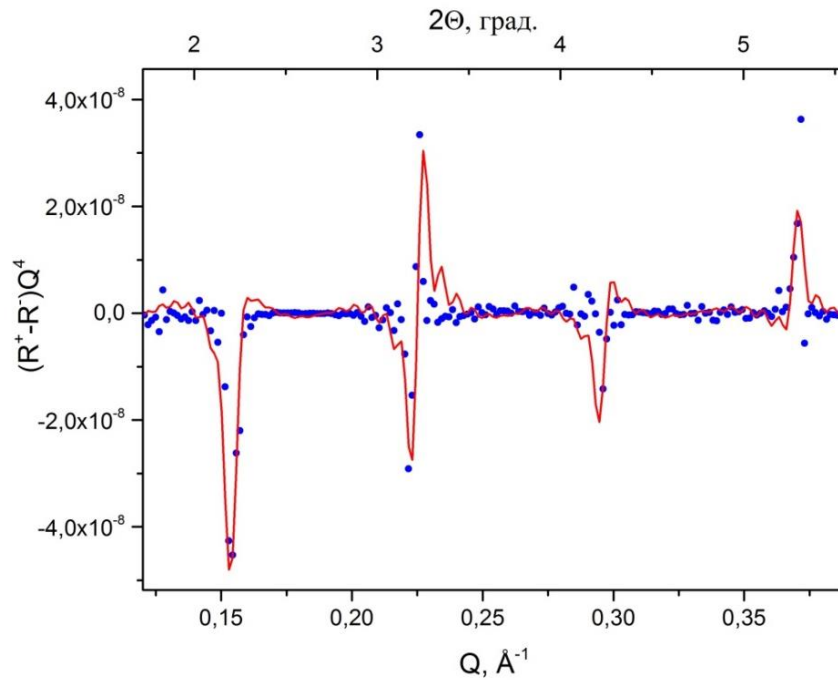


Рисунок 33. PPMR спектры сверхрешётки Fe/Cr(4.4 Å)/Gd при $E=7.94$ keV, измеренные при $T=300$ К, $H=500$ Э (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

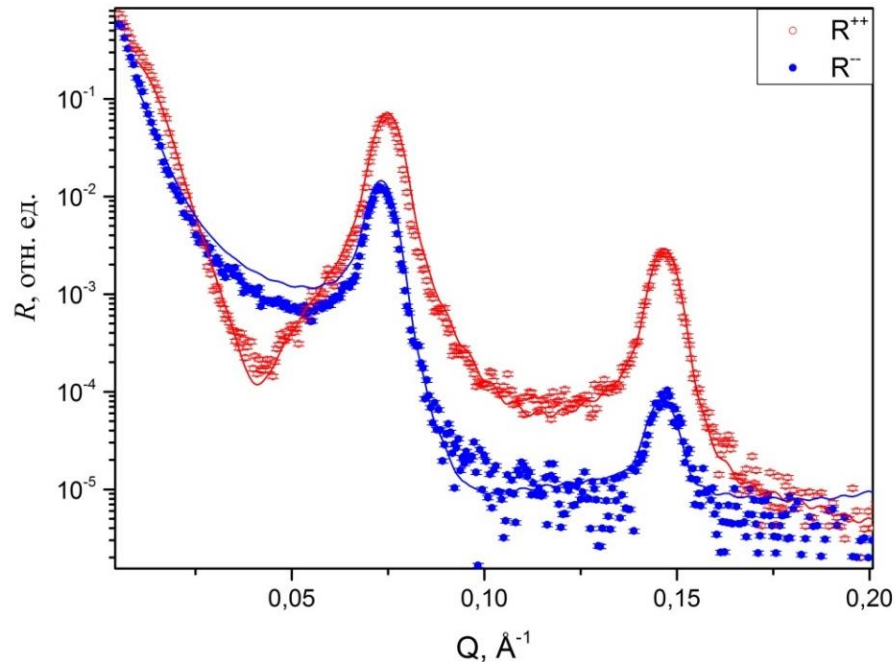


Рисунок 34. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и против магнитного поля (R^{-}), от переданного импульса для структуры Fe/Cr(4.4 Å)/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 300 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

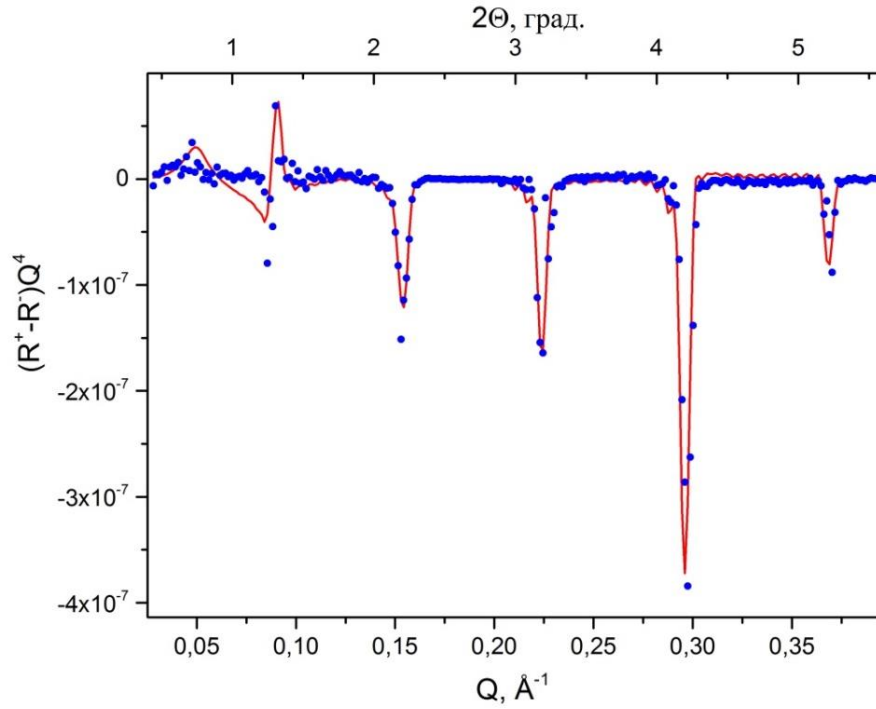


Рисунок 35. PPMR спектры сверхрешеток Fe/Cr(4.4 Å)/Gd при $E=7.94$ keV, измеренные при $T=15$ К, $H=500$ Ое (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

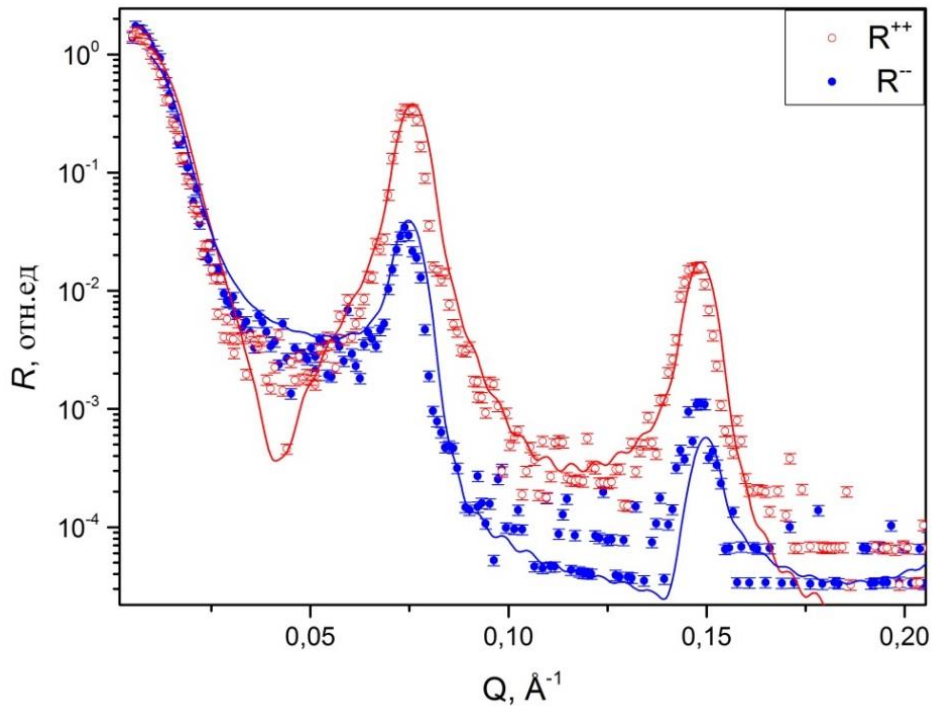


Рисунок 36. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и против магнитного поля (R^{-}), от переданного импульса для структуры Fe/Cr(4.4 Å)/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 15 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

Из качественного анализа графиков можно сделать вывод, что в магнитном поле 500 Э при температурах как 15 К, так и 300 К в образце формируется Fe - упорядоченное состояние упорядочение магнитных моментов слоев Fe и Gd в структуре Fe/Cr/Gd существенно отличается от наблюдаемого в структуре Fe/Gd.

Количественный анализ данных был выполнен с помощью одновременного моделирования спектров поляризованных нейтронов и рентгеновских лучей. В рамках единой модели программа расчета основывается на использовании единой параметризации химического и элементарно – чувствительного профиля намагниченности в направлении по нормали к поверхности образца. Полученные в результате подгонки средние значения магнитных моментов приведены в Таблице 6. При 15 К в интерфейсных подслоях средний магнитный момент Gd равен 7 μ_B /атом (в расчете на атом), в центральной 4 μ_B /атом. При комнатной температуре $M_o=0$ μ_B /атом, $M_v= M_n=1$ μ_B /атом. Значения магнитных моментов в сверхрешетке Fe/Cr(4.4 Å)/Gd близки к значениям магнитных моментов в Fe/Gd. Это можно объяснить прямым обменным взаимодействием слоев Fe и Gd из-за наличия проращивания через слой Cr.

Таблица 6. Среднее значение магнитного момента подслоев Gd и угол между направлением магнитного момента подслоев Gd и внешним магнитным полем для образцов серии сверхрешеток Fe/Cr/Gd с толщиной прослойки Cr < 8.6 Å.

образец	температура, К	внешнее магнитное поле, кЭ	среднее значение магнитного момента подслоев Gd в расчете на атом, $\mu_B/\text{атом}$			угол между направлением среднего магнитного момента подслоев и магнитным полем, градусы		
			M_B	M_O	M_H	θ_B	θ_O	θ_H
Fe/Gd	15	0.5	7	4	7	0	0	0
	300	0.5	3	0	3	180	180	180
Fe/Cr(4.4)/Gd	15	0.5	7	4	7	180	180	180
	300	0.5	1	0	1	180	180	180
	15	4.6	6	5	6	30	30	30
	150	4.6	6	5	6	10	10	10
Fe/Cr(5.8)/Gd	15	0.5	4.9	3	6	50	132	50
	15	1	6	4	6	15	15	15
Fe/Cr(7.2)/Gd	15	0.5	5	2	5	180	180	180
	150	0.5	1	0.7	1	180	180	180
	300	0.5	0.5	0	0.3	180	180	180
	15	1	6	2.5	6	20	20	20
	15	4	6	4.5	6	15	15	15

При обработке экспериментальных данных нами были определены плотности длины рассеяния нейтронов в различных слоях. Полученные параметры плотности длины рассеяния для Fe и Cr близки к значениям для объемных материалов. В случае Gd ядерная когерентная длина рассеяния имеет большую мнимую часть и существенно отличается от табулированного значения [135]. С другой стороны, магнитный момент Gd в слое может неоднородно распределяться как по величине, так и по направлению. Поэтому мы рассчитали плотность длины рассеяния для Gd при всех условиях эксперимента.

Плотность длины рассеяния нейтронов в магнитном слое определяется, как $\rho_{\pm} = N(b_N \pm sM)$, где N – число ядер вещества на единицу объема, b_N – когерентная длина рассеяния нейтронов, M – плотность магнитного момента (в μ_B) и $s = 2.695 \times 10^{-6} \text{ nm} / \mu_B$. Установлена плотность длины рассеяния при длине волны нейтронов $\lambda = 4.3 \text{ \AA}$ для Gd: $Nb_N = (2.143 + i 3.432) \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$ и для Fe: $Nb_N = 8.02 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$.

Зависимость относительной величины магнитного момента Gd от толщины слоя в гетероструктуре Fe/Cr(4.4 \AA)/Gd по данным расчета ПНР и РРМР спектров по формуле (5.1) приведена на Рисунке 37.

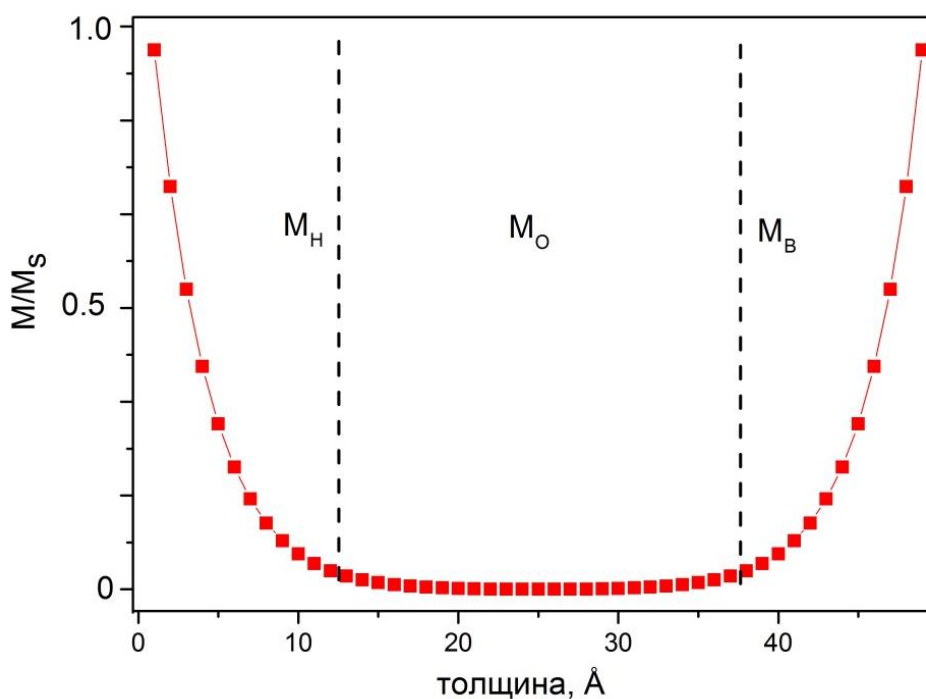


Рисунок 37. Зависимость величины магнитного момента в слое Gd в сверхрешетке Fe/Cr(4.4 \AA)/Gd от толщины слоя по результатам обработки экспериментальных данных РПН и РРМР.

Согласно данным из Рисунка 37 справедливы следующие оценки толщин подслоев: толщина каждого интерфейсного подслоя $\sim 8 - 10 \text{ \AA}$, центрального подслоя $\sim 30 - 34 \text{ \AA}$. Что согласуется с [2], где авторы оценили толщину возникающего магнитного слоя в 2 - 4 атомных монослоя Gd ($\sim 10 - 23 \text{ \AA}$).

Для исследования зависимости распределения магнитных моментов от внешнего магнитного поля, измерения были проведены также в магнитном поле $H = 4.6 \text{ кЭ}$. Это максимальное магнитное поле, которое можно создать в рефлектометре NREX (Рисунок 38). Были измерены коэффициенты отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}), против магнитного поля (R^{--}) и коэффициент спин – флип отражения R^{+-} при значении Q ,

соответствующему первому брэгговскому пику при $H=4.6$ кЭ. На Рисунке 38 представлена температурная зависимость отношения интегральных значений коэффициентов отражения нейтронов R^{++} на R^{-} (слева по оси Y, полые точки). Справа по оси Y (сплошные точки) указаны интегральные значения коэффициента R^{+-} . По первой зависимости (полые точки) видно, что с увеличением температуры разница по высоте между пиками R^{++} и R^{-} увеличивается - контраст между пиками увеличивается, что говорит об уменьшении магнитного момента гадолиния. По второй зависимости (сплошные точки) можно сказать, что с увеличением температуры пик R^{+-} уменьшается, то есть угол между магнитным моментом Gd и приложенным полем уменьшается и при температуре 300 К равен 0° . Из графиков следует, что в магнитном поле при $H=4.6$ кЭ в диапазоне температур от 15 К до 300 К формируется скошенное состояние.

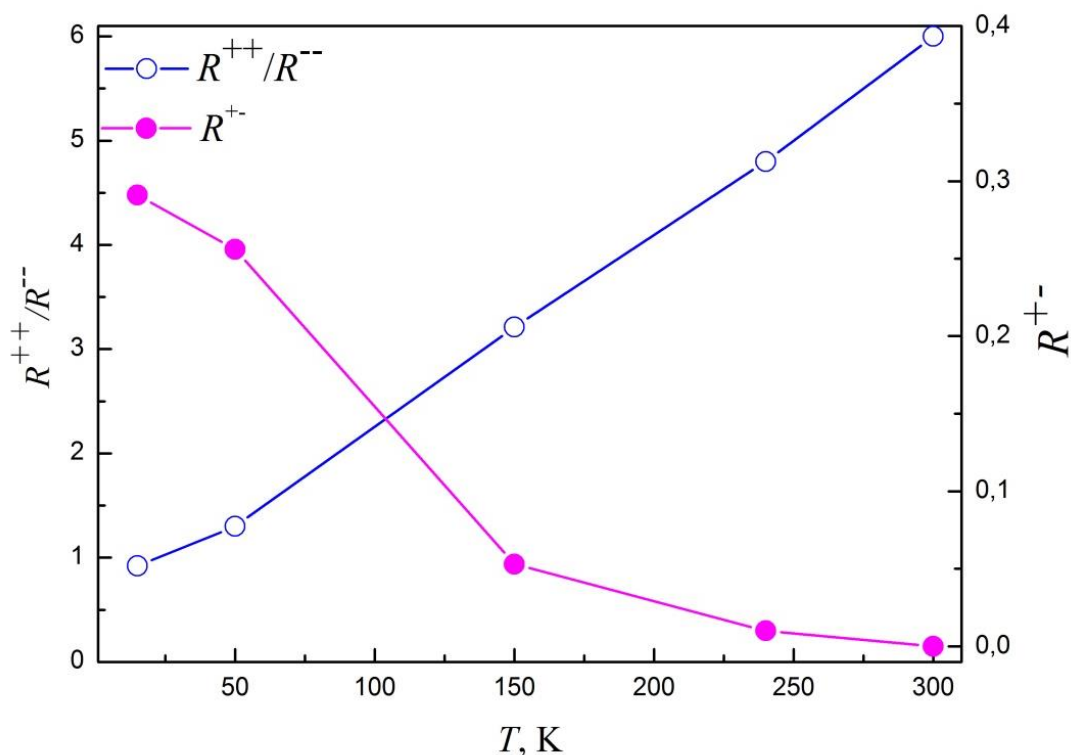


Рисунок 38. Температурная зависимость отношения интегральных значений коэффициентов отражения R^{++} / R^{-} на первом брэгговском пику (левая ось) и интегральное значение коэффициента спин – флип отражения R^{+-} при $H=4.6$ кЭ для системы Fe/Cr(4.4 Å)/Gd.

В отличие от образца Fe/Cr(4.4 Å)/Gd, в образцах с прослойками Cr $t_{Cr}=5.8$ Å и $t_{Cr}=7.2$ Å формируется сплошной слой Cr, поэтому рассмотрим их отдельно. На Рисунках 39 и 40 приведена зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и против направлению магнитного поля (R^{-}), от переданного импульса для структур Fe/Cr(5.8 Å)/Gd и Fe/Cr(7.2 Å)/Gd при значении напряженности магнитного поля

$H = 500$ Э и температуре 15 К. Можно отметить на кривых хорошо прорисованные кессиговские осцилляции между брэгговскими пиками, что еще раз говорит о высоком качестве образцов.

Отличительной особенностью рефлектометрической кривой для сверхрешетки Fe/Cr(5.8 Å)/Gd является наличие спин-флип сигнала R^+ . Это означает, что магнитный момент в слое Gd повернут под каким-то углом относительно направления внешнего магнитного поля. Согласно расчету, магнитные моменты Gd в интерфейсных областях при $T=15$ К равны $M_H = 4.9$ μ_B /атом и $M_B = 6$ μ_B /атом, в центральной части M_0 3 μ_B /атом. Магнитный момент в слое Fe во всем диапазоне температур равен 2.1 μ_B /атом и ориентирован по направлению внешнего магнитного поля. Угол поворота магнитного момента Gd в интерфейсных подслоях равен 50° , в центральном подслое $\sim 132^\circ$.

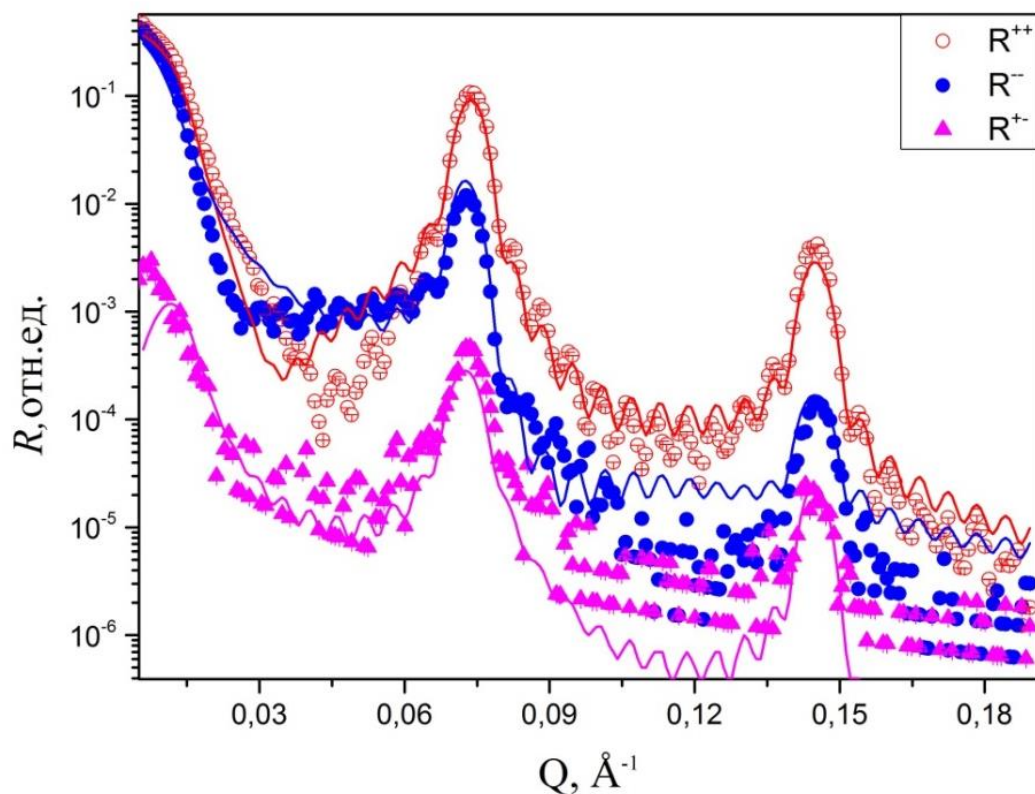


Рисунок 39. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}), противоположно направлению магнитного поля (R^{-}) и со спин-флипом (R^+) от переданного импульса для структуры Fe/Cr(5.8 Å)/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 15 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

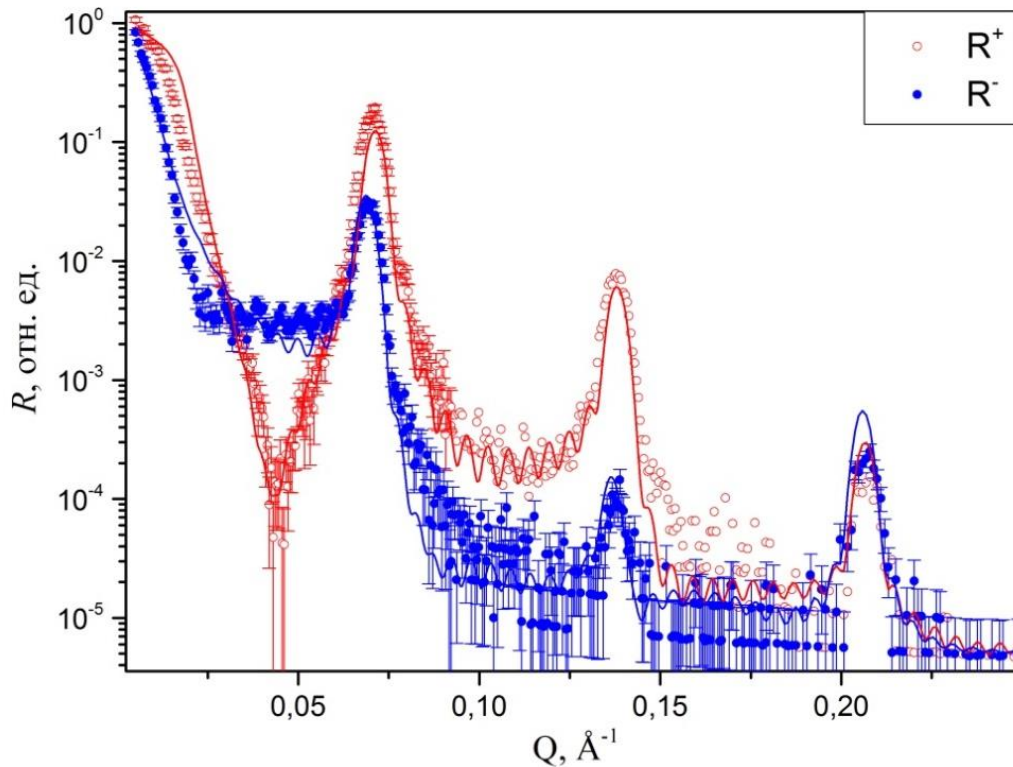


Рис. 40. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^+) и противоположно направлению магнитного поля (R^-), от переданного импульса для структуры Fe/Cr(7.2 Å)/Gd при значении напряженности магнитного поля $H = 500$ Э и температуре 15 К (экспериментальные значения – символы, расчетные значения – линия).

Для гетероструктуры Fe/Cr(7.2 Å)/Gd была определена зависимость относительной величины магнитного момента слоев Fe, Cr и Gd от толщины слоёв образца описываемая формулой (5.1). Данная зависимость приведена на Рисунке 41. Главное отличие от поведения магнитных моментов Fe и Gd в данной структуре от Fe/Gd и Fe/Cr(4.4 Å)/Gd – это уменьшение магнитного момента Gd в интерфейсных подслоях на 28 %, центральном подслое на 50 %.

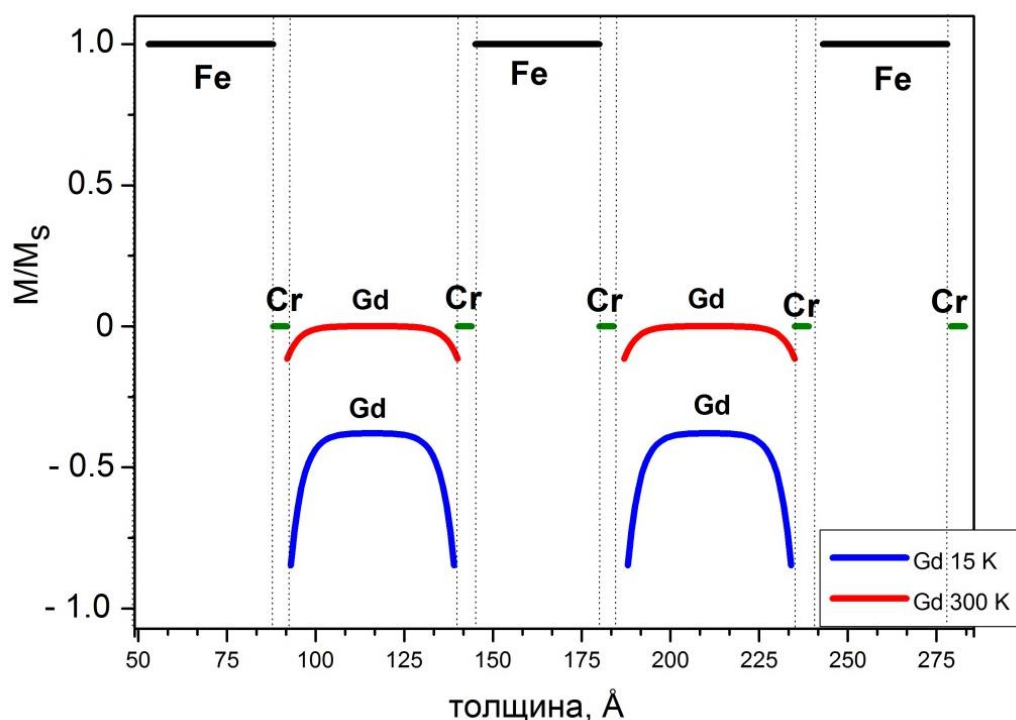


Рисунок 41. Зависимость относительной величины среднего магнитного момента Fe, Cr и Gd в сверхрешетке Fe/Cr(7.2 Å)/Gd от толщины слоёв по данным анализа ПНР и РРМР в магнитном поле $H=500$ Э при $T=15$ и 300 К.

Для исследования зависимости магнитного момента от приложенного магнитного поля, измерения были проведены еще в полях 30 Э, 1 кЭ, 2 кЭ, 3кЭ, 4 кЭ и 4.6 кЭ. Во внешнем магнитном поле 1кЭ и 4 кЭ (рисунок 42) магнитные моменты Gd достигают максимального значения $6 \mu_B$ в интерфейсных областях, и магнитные моменты развернуты так, что угол между магнитным полем и моментом составляет 15 - 20 градусов. Магнитный момент Fe равен $2.1 \mu_B/\text{атом}$. Все расчетные значения углов и магнитных моментов приведены в таблице 6.

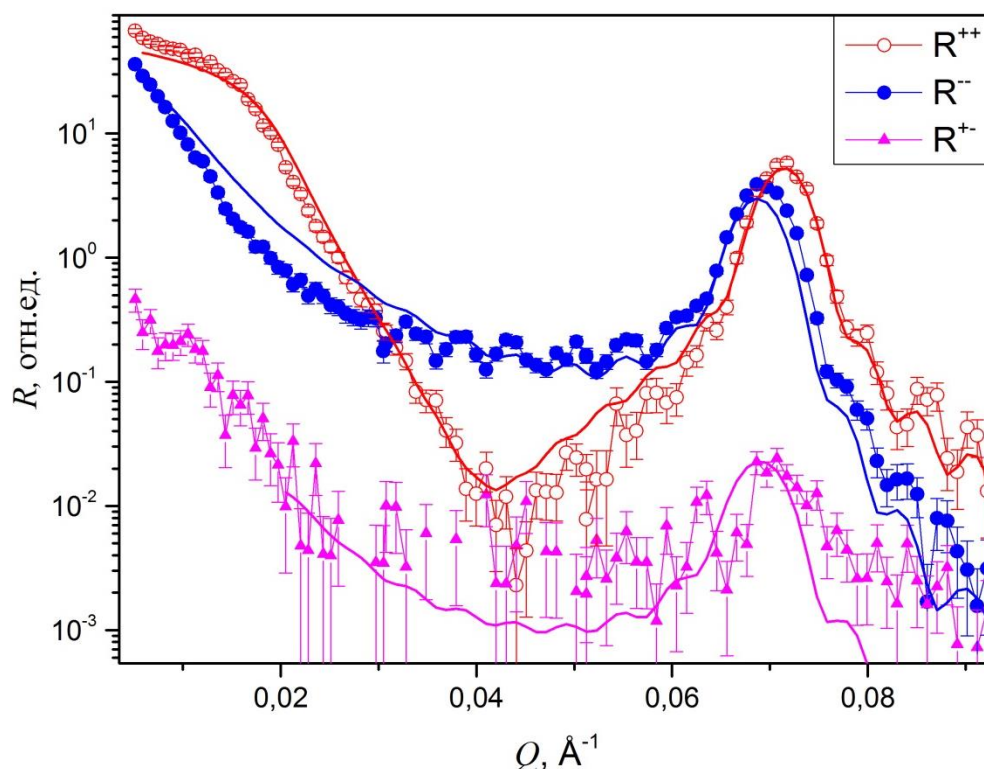


Рисунок 42. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и противоположно направлению магнитного поля (R^{--}) и со спин-флипом (R^{+-}) от переданного импульса для структуры Fe/Cr(7.2 Å)/Gd при температуре 15 К и $H=4$ кЭ.

Были измерены коэффициенты отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}), против магнитного поля (R^{--}) во внешних магнитных полях 30 Э, 1 кЭ, 2 кЭ, 3кЭ, 4 кЭ при $T=15$ К. На Рисунке 43 представлена зависимость отношения интегральных значений коэффициентов отражения нейтронов R^{++}/R^{--} от внешнего магнитного поля. Из приведенных данных видно, что с увеличением магнитного поля разница по высоте между пиками R^{++} и R^{--} уменьшается, что говорит об увеличении среднего магнитного момента гадолиния. Из этого следует, что величины внешнего магнитного поля 1 кЭ достаточно, чтобы развернуть магнитные моменты слоев Gd по направлению внешнего магнитного поля в системе Fe/Cr/Gd. И при толщине прослойки Cr 7.2 Å наблюдается максимальная намагниченность в системе Fe/Cr/Gd.

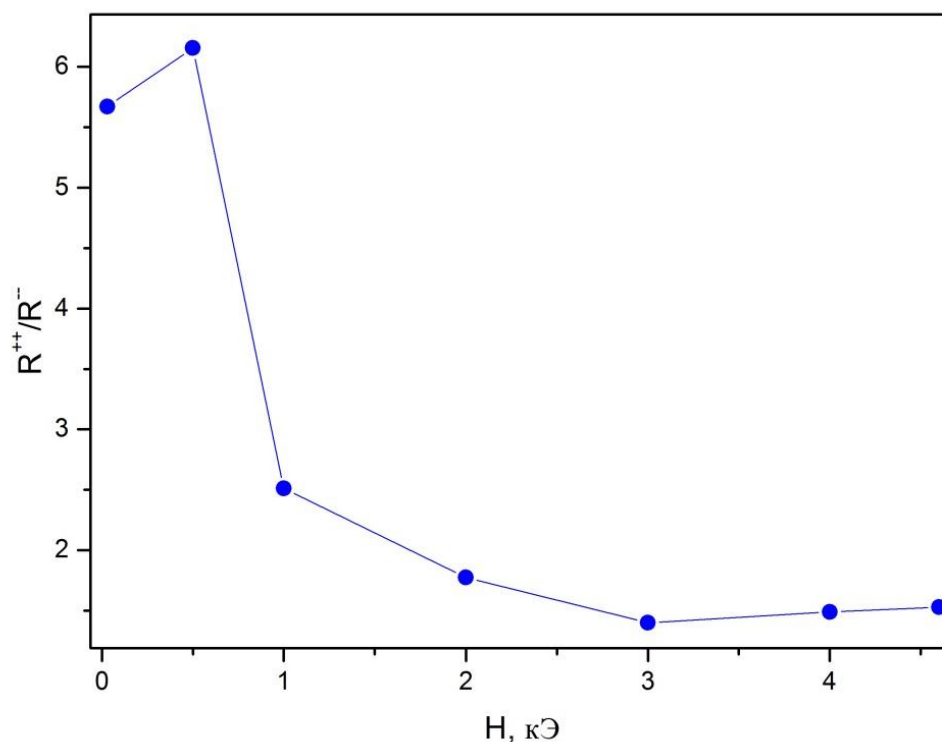


Рисунок 43. Зависимость отношения интегральных значений коэффициентов отражения R^{++}/R^{-} первых брэгговских пиков от внешнего магнитного поля для структуры Fe/Cr(7.2 Å)/Gd при температуре 15 К.

Из полученных результатов для образцов Fe/Cr/Gd с толщиной прослойки Cr $t < 8$ Å можно выделить следующие моменты:

- во всех образцах в слоях Gd средний магнитный момент меньше чем в Fe/Gd и объемном Gd;
- в интерфейсных подслоях средний магнитный момент Gd больше, чем в центральном подслое;
- при $T=300$ К наблюдается эффект близости, проявляющийся в возникновении индуцированного магнитного момента в интерфейсных подслоях Gd;
- магнитный момент в слоях железа в диапазоне температур 15 – 300 К остается постоянным и равен 2.1 μ_B ;
- в магнитном поле 500 Э магнитные моменты в слоях Fe и Gd упорядочены антиферромагнитно, либо неколлинеарно;
- в магнитных полях не менее 1 кЭ при температурах сильно ниже температуры Кюри объемного Gd в сверхрешетках Fe/Cr/Gd с толщинами Cr 5 - 8 Å магнитные моменты слоев Fe и Gd упорядочиваются ферромагнитно.

5.2. Рефлектометрия поляризованных нейтронов для структур Fe/Cr/Gd с толщиной прослойкой Cr больше 8 Å

В серии сверхрешеток с прослойкой Cr $t_{Cr} > 8$ Å нами были исследованы три образца: Fe/Cr (10 Å)/Gd (Рисунок 44), Fe/Cr (11.7 Å)/Gd (Рисунок 45), Fe/Cr (20 Å)/Gd. Эксперименты методом рефлектометрии поляризованных нейтронов проводились при двух температурах (15 К и 300 К) во внешнем магнитном поле 500 Э при одинаковых условиях. В образце с прослойкой хрома 10 Å (Рисунок 44) при низкой температуре наблюдается небольшой спин-флип сигнал. Это говорит о том, что средние магнитные моменты слоев Gd и Fe повернуты относительно направления магнитного поле на небольшой угол, т.е. формируется скошенное состояние. Расчеты показали, что угол между внешним магнитным полем и магнитным моментом Gd равен 20° . В слое Fe магнитные моменты направлены строго по полю. На Рисунке 44 (б) схематично изображено направление магнитных моментов слоев Fe и Gd относительно магнитного поля.

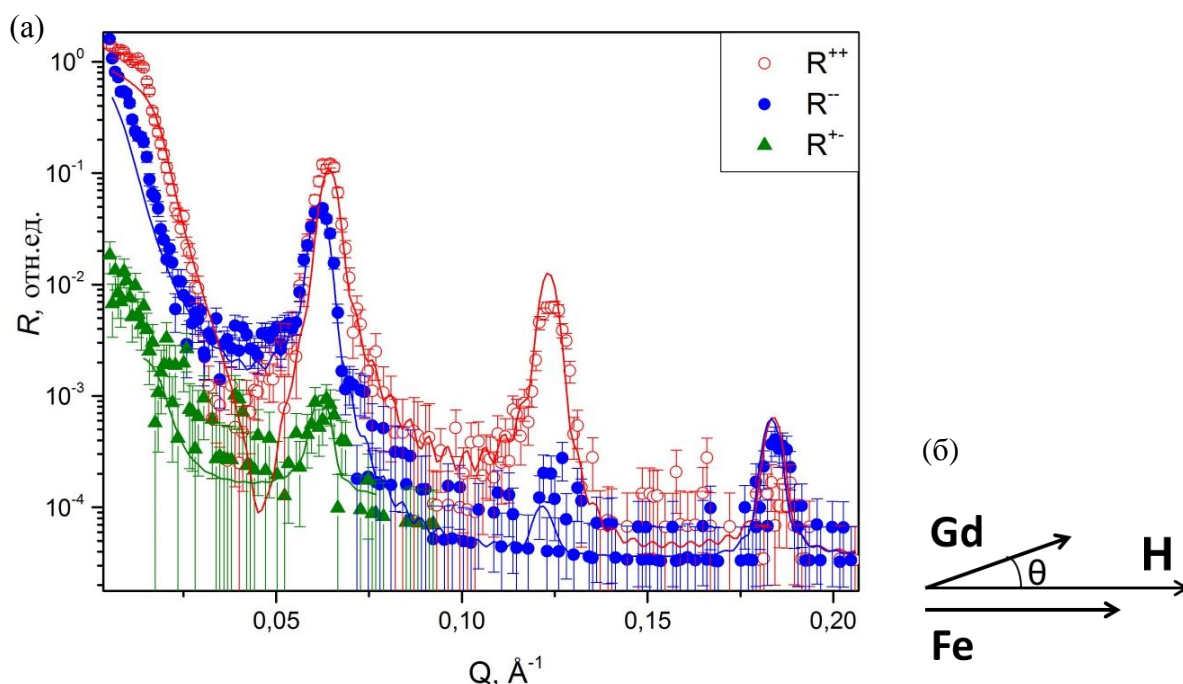


Рисунок 44. (а) Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^{++}) и противоположно направлению магнитного поля (R^{-}), со спин-флипом (R^{+}) от переданного импульса для структуры Fe/Cr(10 Å)/Gd при температуре 15 К и $H=500$ Э, (б) схематичное изображение направления магнитных моментов относительно приложенного магнитного поля.

На Рисунке 45 приведена зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^+) и противоположно направлению магнитного поля (R^-), от переданного импульса для структуры Fe/Cr(11.7 Å)/Gd при температуре 15 К и $H=500$ Э. Нами были измерены только два коэффициента отражения R^+ и R^- , так как спин – флипа R^{+-} для образцов данной серии не наблюдался. Определенные из анализа нейтронных спектров значения средних магнитных моментов Gd меньше, чем у предыдущих образцов (таблица 7). В диапазоне температур от 15 К до 300 К при 500 Э магнитные моменты в слоях Fe и Gd ориентированы по направлению внешнего магнитного поля

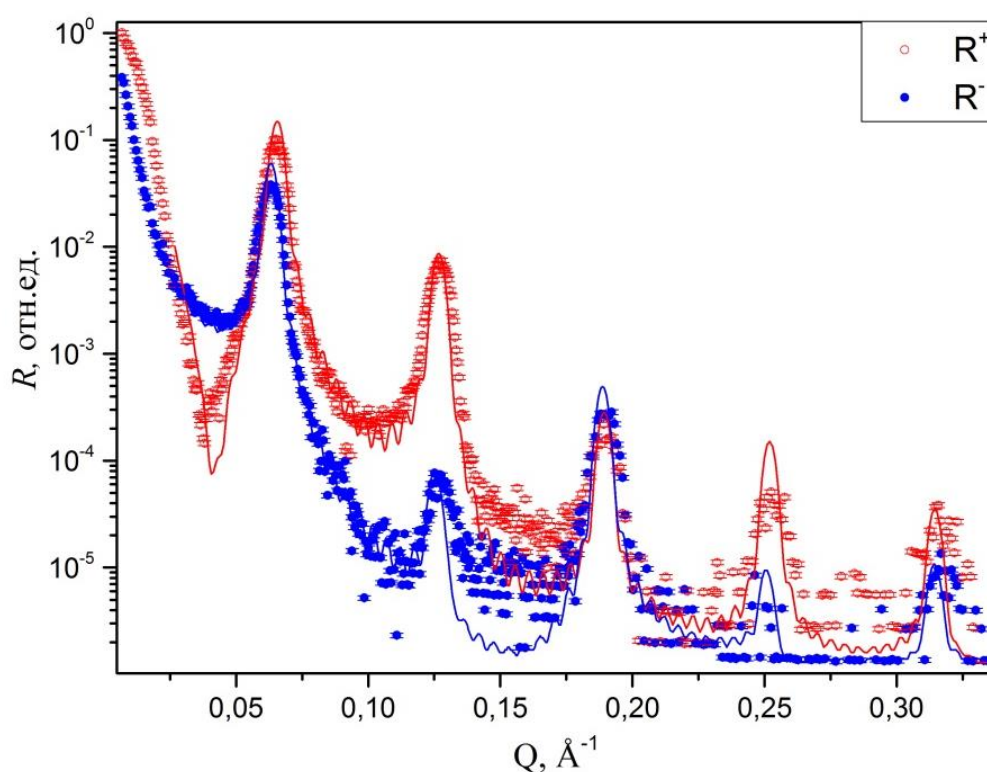


Рисунок 45. Зависимость коэффициента отражения нейтронов, поляризованных в направлении магнитного поля (R^+) и противоположно направлению магнитного поля (R^-), от переданного импульса для структуры Fe/Cr(11.7 Å)/Gd при температуре 15 К и $H=500$ Э.

Таблица 7 Среднее значение магнитного момента подслоев Gd и угол между направлением магнитного момента подслоев Gd и внешним магнитным полем для образцов серии сверхрешеток Fe/Cr/Gd с толщиной прослойки Cr > 8.6 Å в магнитном поле 500 Э.

образец	температура, К	среднее значение магнитного момента подслоев Gd в расчете на атом, μ_B /атом			угол между направлением среднего магнитного момента подслоев Gd и магнитным полем, градусы		
		M_B	M_o	M_H	θ_B	θ_o	θ_H
$t_{Cr}=10 \text{ \AA}$	15	3.3	3	3.3	20	20	20
	300	1	0	1	0	0	0
$t_{Cr}=11.7 \text{ \AA}$	15	3	2	3	0	0	0
	300	0	0	0	0	0	0
$t_{Cr}=20 \text{ \AA}$	15	1.6	0.4	1.4	0	0	0
	300	0	0	0	0	0	0

Из анализа РПН спектров для структур Fe/Cr/Gd с толщиной прослойки Cr больше 8 Å следует, что магнитные моменты внутри слоев Gd распределены неоднородно и среднее значение магнитного момента слоя при низких температурах существенно ниже относительно значений для объемного Gd и Fe/Gd. При данных толщинах Cr (кроме $t_{Cr}=10 \text{ \AA}$) магнитные моменты Fe и Gd упорядочены ферромагнитно вдоль направления внешнего магнитного поля и значения магнитных моментов меньше, чем в структурах с $t_{Cr} < 8 \text{ \AA}$. При толщине прослойки Cr больше 10 Å при комнатной $T=300 \text{ К}$ в интерфейсных подслоях слоя Gd магнитный момент равен 0 μ_B .

На Рисунках 46 и 47 приведены зависимости среднего значения магнитного момента в подслое Gd от толщины прослойки Cr при $T=15 \text{ К}$ и $H=500 \text{ Э}$. Из графиков видно, что магнитный момент Gd в интерфейсных подслоях с увеличением толщины Cr уменьшается монотонно (Рисунок 46), а в центральной части (Рисунок 47) наблюдается осциллирующая зависимость, это связано с осцилляциями обменного взаимодействия Fe и Gd через прослойку Cr.

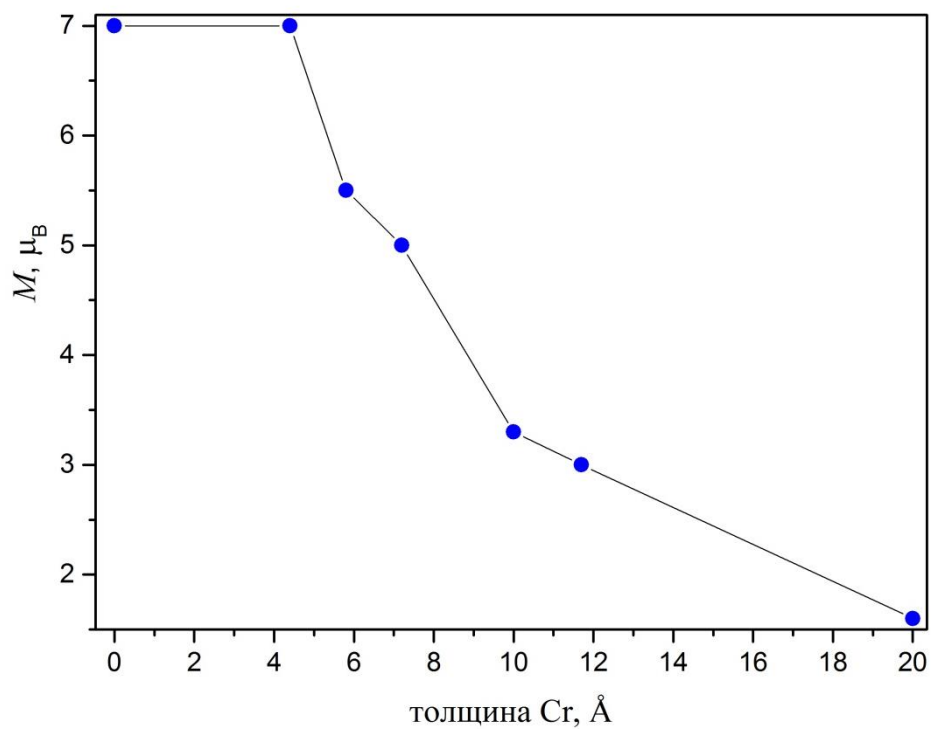


Рисунок 46. Зависимость среднего значения магнитного момента Gd в интерфейсных подслоях (в расчете на атом) от толщины прослойки Cr при $T=15$ К и $H=500$ Э.

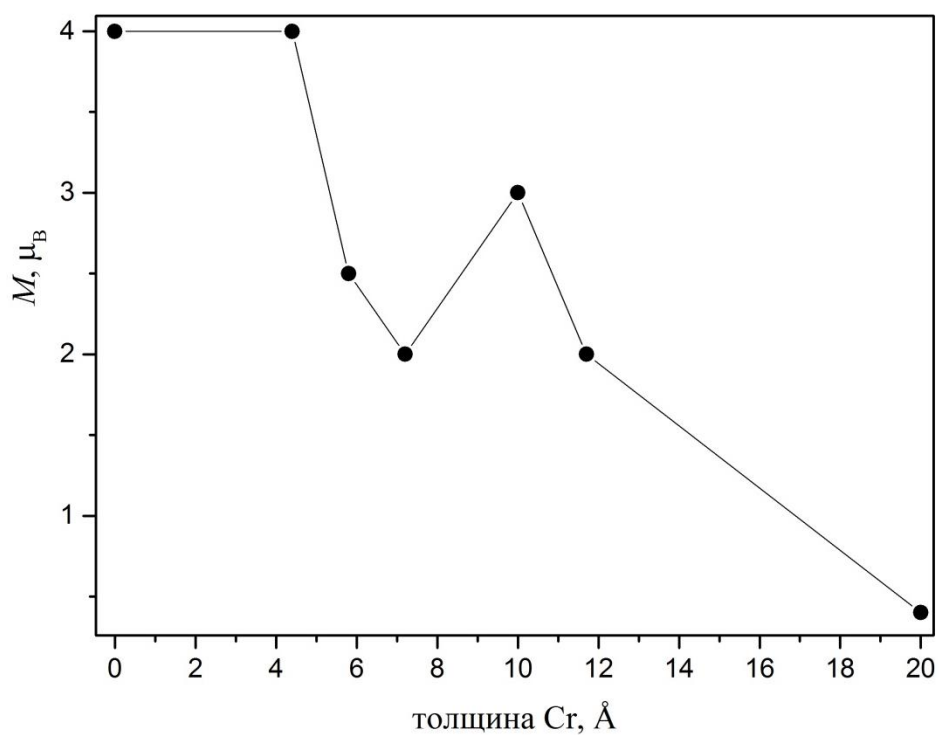


Рисунок 47. Зависимость среднего значения магнитного момента Gd в центральном подслое (в расчете на атом) от толщины прослойки Cr при $T=15$ К и $H=500$ Э.

5.3 Обсуждение полученных результатов

Во всех исследованных образцах методами РПН и РРМР нами было обнаружено неоднородное распределение намагниченности в слоях Gd, а именно образование индуцированного магнитного момента вблизи интерфейсной области, толщиной в 10 Å. Как было сказано выше, обменное взаимодействие на границе между слоями Fe/Gd имеет большую величину, по сравнению с обменом внутри слоёв Gd. Неоднородное распределение магнитного момента Gd с разрешением по глубине обусловлена обменным взаимодействием Fe и Gd через прослойку Cr. Данный эффект наблюдается как в сверхрешётках Fe/Gd, так и в Fe/Cr/Gd с $t_{Cr} < 8.6$ Å. Наши результаты по Fe/Gd согласуются с результатами следующих работ [2, 3, 92, 94, 95]. Авторы обнаружили, что образуется пространственная неоднородность неколлинеарной фазы, в которой угол между локальной намагниченностью и внешним полем уменьшается от границы раздела к центру слоев [3, 90, 91]. Как следует из нашего исследования и работы [102], введение прослойки Cr толщиной более 4 Å между слоями Fe и Gd приводит к существенному уменьшению межслойного обменного взаимодействия. В структурах Fe/Cr/Gd с толщиной прослойки Cr более 10 Å межслойное обменное взаимодействие отсутствует и наблюдается более однородное распределение магнитного момента слоев Gd, но из-за несовершенства межслойных границ интерфейсные подслои Gd имеют магнитные характеристики, отличающиеся от внутренних областей.

Нами установлено уменьшение среднего магнитного момента в слоях Gd относительно значения объёмного Gd методами РПН, РРМР, что подтверждают также данные СКВИД - магнитометрии. Этот результат согласуется с данными работ по исследованию Gd/Cr/FeCo [78] и пленки Gd [84]. С помощью СКВИД - измерений, авторами этих работ было обнаружено значительное уменьшение намагниченности насыщения Gd по сравнению с объемным Gd. Высказано предположение, что причиной уменьшения намагниченности могут быть структурные особенности системы, например, образование немагнитной ГЦК фазы.

Уменьшение магнитного момента Gd может быть объяснено разными эффектами: несовершенством межслойных границ, интердиффузией, структурными изменениями в слоях Gd.

По данным рентгеновской рефлектометрии в сверхрешётках Fe/Cr/Gd формируется периодическая структура с резкими межслойными границами. Формируются сплошные слои (кроме образца №2, Fe/Cr(4.4 Å)/Gd), что исключает интердиффузию и прорастания через слой

Ст. Таким образом, мы исключаем влияние несовершенства межслойных границ и интердиффузии на формирование магнитных свойств Gd.

Методом рентгеновской дифракции в геометрии скользящего падения нами была исследована кристаллическая структура слоев Gd. Установлено, что формируется ГЦК фаза в слоях Gd как вблизи межслойных границ так и, по мере продвижения вглубь слоя. Данный результат согласуется с работами [73, 77, 78], который наблюдался в пленках Gd и Gd/Cr/FeCo. Поскольку намагниченность ГЦК фазы в несколько раз меньше намагниченности ГПУ Gd [78,84], то это может объяснять значительное уменьшение суммарной намагниченности в слоях Gd. Нами установлено, что в сверхрешётках Fe/Cr/Gd ГЦК фаза формируется однородно по всей толщине слоя. Таким образом, не подтверждаются результаты работы [73], в которой авторы предположили, что Gd сначала начинает формироваться в ГЦК фазу на границе раздела с промежуточным слоем, затем РЗМ переходит в ГПУ фазу с дальнейшей кристаллизацией. Также не подтвердились результаты об ОЦК фазе Gd [81], в которой авторы описали образование ОЦК фазы Gd в пленке Ta/Gd/Ta при разных температурах осаждения. Мы полагаем, что в [81] были неправильно индексированы рефлексы на дифрактограмме. А в работе [5] указана только чистая ГПУ фаза Gd в гетероструктуре Fe/Cr/Gd(200 Å), хотя на дифрактограмме изображен неопознанный Брэгговский пик при $2\theta=29.4^\circ$.

Выводы по 5 главе

В 5 главе были исследованы магнитные свойства сверхрешёток Fe/Cr/Gd элементно-чувствительными методами, такими как рефлектометрия поляризованных нейтронов и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия.

Были определены численные значения средних магнитных моментов слоев Fe и Gd и значение угла между направлением магнитных моментов и внешним магнитным полем. Установлено, что намагниченность в слоях Gd неоднородная в системе Fe/Gd/Cr и намного меньше, чем в Fe/Gd и объемном Gd.

Впервые в слоистых гетероструктурах Fe/Cr/Gd был обнаружен эффект близости, проявляющийся появлении индуцированного магнитного момента в слоях Gd выше температуры Кюри объемного Gd.

Установлено, что причиной уменьшения среднего магнитного момента слоях Gd является формирование ГЦК фазы Gd.

Результаты, изложенные в данной главе опубликованы в работах [130, 131].

Заключение

В представленной работе были проведены систематические исследования структурных и магнитных свойств серии сверхрешёток $\text{Cr}(50 \text{ \AA})/[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Cr}(t, \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})/\text{Cr}(t, \text{ \AA})]_{12}/\text{Cr}(30 \text{ \AA})$ с толщиной слоёв Cr от 0 до 60 Å.

В ходе работы были поставлены и выполнены следующие задачи:

1. Изучены свойства межслойных границ сверхрешёток и определена внутрислойная кристаллическая структура в зависимости от толщины прослойки Cr. На основании анализа рефлектометрических данных, мы исключаем существенное влияние несовершенства межслойных границ и интердиффузии на формирование магнитных свойств Gd. Обнаружено, что введение прослойки Cr между слоями Gd и Fe приводит к структурным изменениям в слоях Gd: в дополнение к основной ГПУ фазе Gd формируется ГЦК фаза Gd, обладающая меньшим магнитным моментом. Обе кристаллические фазы равномерно распределены по всему объёму слоя Gd.
2. Экспериментально определено распределение магнитных моментов слоев Fe, Cr и Gd сверхрешёток $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ (толщина Cr варьировалась от 0 до 60 Å) с разрешением по глубине. Получены численные значения средних магнитных моментов слоев Fe и Gd и значение угла между направлением магнитных моментов и внешним магнитным полем. В диапазоне температур 15 – 300 К наблюдается уменьшение среднего магнитного момента слоя Gd по сравнению с объёмным Gd и Fe/Gd. Обнаружено, что в магнитных полях около 1 кЭ при температурах сильно ниже температуры Кюри объёмного Gd в сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ с толщинами Cr 5 - 8 Å магнитные моменты слоев Fe и Gd упорядочиваются ферромагнитно.
3. Сделан анализ полученных результатов и установлена корреляция между кристаллической решеткой и магнитными свойствами сверхрешёток $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ с разной толщиной прослойки Cr. Согласно анализу полученных в настоящей работе температурных и полевых зависимостей намагниченности для серии образцов $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ интенсивность межслойного обменного взаимодействия убывает с ростом толщины прослойки Cr, а с толщиной прослойки Cr более 10 Å межслойное обменное взаимодействие отсутствует. Доказано, что ГЦК фаза Gd является причиной уменьшения среднего магнитного момента слоя Gd.
4. Выявлена роль эффектов близости в формировании магнитных свойств. При температурах от 15 К до 300 К в сверхрешётках $[\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Gd}/\text{Cr}]_{12}$ наблюдается эффект близости,

проявляющийся в возникновении индуцированного магнитного момента в интерфейсных подслоях Gd толщиной около 10 Å.

Список сокращений и условных обозначений

АФ – антиферромагнетик

Ф – ферромагнетик

НМ – неферромагнитный металл

ПМ – переходный металл

РЗМ – редкоземельный металл

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

ГЦК – гранецентрированная кубическая

ГПУ – гексагонально плотноупакованная

СКВИД (Superconducting Quantum Interference Device) - сверхпроводящее квантовое интерференционное устройство

GIXRD – (Grazing Incidence X-ray Diffraction) - рентгеновская дифракция в геометрии скользящего падения

РПН – рефлектометрия поляризованных нейтронов

СИ - синхротронного излучения

XMCD (X-ray magnetic circular dichroism) – рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм

РРМР – резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия

Благодарности

Автор выражает благодарность и признательность научному руководителю, кандидату физико-математических наук Евгению Алексеевичу Кравцову за постоянную помощь на всех этапах работы. Особая благодарность Л.И. Наумовой и В. Проглядо за изготовление исследованных образцов. Также хотелось бы поблагодарить сотрудников Ю.В. Никитенко, А.В. Петренко, С.В. Кожевникова (REMUR, ИБР-2), Ю. Хайдукова (NREX, FRM-II), А. Воробьева (SuperAdam, ILL) за их помощь в проведении экспериментов методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Автор благодарит А. Рогалева и D. Haskel за проведения экспериментов на рентгеновских рефлектометрах (ESRF, APS). Большое спасибо всем сотрудникам лаборатории квантовой спинтроники и электрических явлений за оказанную помощь в проведении эксперимента и поддержку. И, конечно, огромное спасибо Владимиру Васильевичу Устинову за необходимую помощь и доверие.

Список литературы

1. Heinrich B., Bland J.A.C. (Eds.) Ultrathin Magnetic Structures V. I – IV / Heinrich B., Bland J.A.C. - Berlin: Springer, 2005.
2. Enhanced interfacial magnetic coupling of Gd/Fe multilayers / D. Haskel, G. Srajer, J.C. Lang, J. Pollmann, C.S. Nelson, J.S. Jiang and S.D. Bader // Phys. Rev. Lett. – 2001. – V.87, N.20. – 207201.
3. Complementary polarized neutron and resonant x-ray magnetic reflectometry measurements in Fe/Gd heterostructures: Case of inhomogeneous intralayer magnetic structure / E. Kravtsov, D. Haskel, S. G. E. te Velthuis, J. S. Jiang, and B. J. Kirby // Phys. Rev. B – 2009. – V.79 – 134438.
4. Forcing ferromagnetic coupling between rare-earth-metal and 3d ferromagnetic films / B. Sanyal, C. Antoniak, T. Burkert, B. Krumme, A. Warland, F. Stromberg, C. Praetorius, K. Fauth, H. Wende, O. Eriksson // PRL. – 2010. - 104, 156402.
5. Textured growth of the high moment material Gd(0 0 0 1)/Cr(0 0 1)/Fe(0 0 1) / F. Stromberg, C. Antoniak, U. von Horsten, W. Keune, B. Sanyal, O. Eriksson and H. Wende // J. Phys. D: Appl. Phys. - 2011. - Vol. 44. - P. 265004.
6. Buzdin, A.I. Proximity effects in superconductor-ferromagnet heterostructures / A.I. Buzdin // Rev. Mod. Phys. – 2005. – V.77. – P.935 – 976.
7. Yu, P. Oxide interfaces: pathways to novel phenomena / P. Yu, Y.H. Chu, R. Ramesh // Mater. Today. - 2012. - Vol. 15, № 7. - P. 320–327.
8. Coey, J. Magnetism at the edge: New phenomena at oxide interfaces // J. Coey, Pickett W.E. // MRS Bull. - 2013. - V. 38. - P. 1040–1047.
9. Manna, P.K. Two interface effects: exchange bias and magnetic proximity / P.K. Manna, S.M. Yusuf // Phys. Rep. Elsevier B. - 2014. - V. 535, № 2. - P. 61–99.
10. Kiwi, M Origin of the magnetic proximity effect // ChemInform. 2003. V. 34, № 37. - P. 1–11
11. Magnetic metal films on paramagnetic substrates: A theoretical study / A. Dora, M. Kiwi, G. Martinez, M. J. Zuckermann // Phys. Rev. B. - 1989. - V. 40, № 10. - P. 6963–6970
12. Ohtomo, A. A high - mobility electron gas at the LaAlO₃/SrTiO₃ heterointerface / A. Ohtomo, H.Y. Hwang // Nature. - 2004. V. 427, - P. 423–426.
13. Direct imaging of the coexistence of ferromagnetism and superconductivity at the LaAlO₃/SrTiO₃ interface / J. Bert, B. Kalisky, C. Bell, M. Kim, Y. Hikita, H. Y. Hwang, K. A. Moler // Nature Physics. - 2011. - V. 7 - P. 767–771.

14. Hauser, J.J. Magnetic proximity effect / J.J. Hauser // *Phys. Rev.* - 1969. - V. 187, № 2. - P. 580–583.
15. Zuckermann, M.J. The proximity effect for weak itinerant ferromagnets / M.J. Zuckermann // *Solid State Commun.* - 1973. - V. 12. - P. 745–747.
16. Kiwi, M. The proximity effect for very weak itinerant ferro and antiferro magnets / M. Kiwi, M.J. Zuckermann // *J. Magn. Magn. Mater.* — 1973. - V. 347, № 1974. P. 347–350.
17. Bergmann, G. Transition from pauli paramagnetism to band ferromagnetism in very thin Ni films // *Phys. Rev. Lett.* - 1978. - Vol. 41, № 4. - P. 264–267.
18. Moodera, J.S. Magnetic proximity effect in thin films of Ni on nonmagnetic metals / J.S. Moodera, R. Meservey // *Phys. Rev. B.* - 1984. - V. 29, № 6. - P. 2943–2946.
19. Moodera, J.S. Exchange-induced spin polarization of conduction electrons in paramagnetic metals / J.S. Moodera, M.E. Taylor, R. Meservey // *Phys. Rev. B.* - 1989. - V. 40, № 17. - P. 11980–11982.
20. Trinastic, J. P. First-principles calculations on magnetic properties of interface-rippled Co/ α -Al₂O₃/Co / J. P. Trinastic, Yan Wang, and Hai-Ping Cheng // *Appl. Phys. Lett.* - 2006. - Vol. 88, № 2006. - P. 132512–132513.
21. Atomic and electronic structure of the Fe₃O₄(111)/MgO(111) model polar oxide interface / V.K. Lazarov, M. Weinert, S. M. Chambers, Gajdardziska-Josifovska, V. Lazarov // *Phys. Rev. B.* - 2005. - Vol. 72. - P. 1–7.
22. Microscopic origin of magnetic anisotropy in Au/Co/Au probed with X-ray magnetic circular dichroism / D. Weller, J. Stöhr, R. Nakajima, A. Carl, M. G. Samant, C. Chappert, R. Mégy, P. Beauvillain, P. Veillet, G. A. Held // *Phys. Rev. Lett.* - 1995. - V. 75, № 20. - P. 3752–3755.
23. Moriya, T. Anisotropic superexchange interaction and weak ferromagnetism / T. Moriya // *Phys. Rev.* - 1960. - V. 120, № 1949. - P. 91–98.
24. Dzyaloshinsky, I. A thermodynamic theory of "weak" ferromagnetism of antiferromagnetics / I. Dzyaloshinsky // *J. Phys. Chem. Solids.* - 1958. - V. 4, № 4. - P. 241 –254.
25. Systematic theoretical study of the spin and orbital magnetic moments of 4d and 5d interfaces with Fe films / R. Tyer, G. van der Laan, W.M. Temmerman, Z. Szotek, H. Ebert. // *Phys. Rev. B.* - 2003. – V. 67. - P. 1–9.
26. Qian, X. Symmetry and substrate effects on magnetic interactions from first principles: A comparison between Fe/W(100) and Fe/W(110) / X. Qian, , W. Hübner // *Phys. Rev. B.* - 2003. - V. 67. - P. 1–7.

27. Krug, I.P. Magnetic proximity effects in highly-ordered transition metal oxide heterosystems studied by soft-x-ray photoemission microscopy / I.P.Krug. - Julich. - Forschungszentrum, 2008. – 47 p.
28. Induced V moments in Fe/V(100), (211), and (110) superlattices studied using x-ray magnetic circular dichroism / M. Tomaz, W.J. Antel, W.L. O'Brien, G R Harp // J. Phys. Condens. Matter. - 1999.- V. 9. - P. L179–L184.
29. Magnetic moments, coupling, and interface interdiffusion in Fe/V(001) superlattices / M. Schwickert, R. Coehoorn, M. Tomaz, E. Mayo, D. Lederman, W. L. O'Brien, Tao Lin, G. R. Harp // Phys. Rev. B. - 1998. - V. 57, № 21. P. 13681–13691.
30. Coehoorn, R. Relation between interfacial magnetism and spin-dependent scattering at non-ideal Fe/Cr and Fe/V interfaces / R. Coehoorn // J. Magn. Magn. Mater. - 1995. V.151. - P. 341–353.
31. Induced spin polarization in V:FenVm superlattices and thin V films on Fe substrates / J. Izquierdo, A. Vega, O. Elmouhssine, H. Dreyssé, C. Demangeat // Phys. Rev. B. - 1999. - V. 59, № 22. - P. 14510–14515.
32. Thickness dependence of the v induced magnetic moment in Fe/V/Fe(110) trilayers – A. Scherz, P. Pouloupoulos, H. Wende, G. Ceballos, K. Baberschke, F. Wilhelm // J. Appl. Phys. - 2002. - V. 91, № 110. - P. 8760–8762.
33. Enhancement of induced v polarization due to rough interfaces in polycrystalline V/Fe/V trilayers / C. Clavero, J.R. Skuza, Y. Choi, D. Haskel, C. Sánchez-Hanke, R. Loloee, M. Zhernenkov, M. R. Fitzsimmons, R. A. Lukaszew // Phys. Rev. B - 2009. - V. 80. - P. 1–6.
34. Polarization of Pd atoms in Ni/Pd magnetic multilayers / T. Yang, B.X. Liu, F. Pan, J Luo, K Tao // J. Phys. Condens. Matter. - 1999. - V. 7. - P. 1121–1128.
35. Fe-induced magnetization of Pd: The role of modified Pd surface states / O. Rader, E. Vescovo, J. Redinger, S. Blügel, C. Carbone, W. Eberhardt, W. Gudat // Phys. Rev. Lett. - 1994. - V. 72, № 14. - P. 2247–2250.
36. Fe/Rh (100) multilayer magnetism probed by x-ray magnetic circular dichroism / M. Tomaz, D. Ingram, G. Harp, D. Lederman, E. Mayo, W. L. O'Brien // Phys. Rev. B. - 1997. V. 56, № 9. - P. 5474–5483.
37. Structure and magnetic properties of Ru/Fe(001) multilayers / T. Lin, M. Tomaz, M. Schwickert, G. R. Harp // Phys. Rev. B. - 1998. - V. 58, № 2. - P. 862–868.
38. Magnetic moment of Au at Au/Co interfaces: A direct experimental determination / F. Wilhelm, M. Angelakeris, N. Jaouen, P. Pouloupoulos, E. Th. Papaioannou, Ch. Mueller, P. Fumagalli, A. Rogalev, N. K. Flevaris // Phys. Rev. B - 2004. - V. 69. - P. 1–4.

39. O'Brien, W.L. Surface-enhanced magnetic moment and ferromagnetic ordering of Mn ultrathin films on fcc Co(001) / W.L. O'Brien, B.P. Tonner // *Phys. Rev. B.* - 1994. - V. 50, № 5. - P. 2963–2969.
40. Very thin Mn films on fcc Co(001) / A. Noguera, S. Bouarab, A. Mokrani, H. Dreyssé // *J. Magn. Magn. Mater.* - 1996. V. 156. - P. 21–22.
41. Choi, B.-C. Magnetic anisotropy strength and surface alloy formation in Mn/Co/Cu(001) overlayers / B.-C. Choi, P. Bode, J. Bland // *Phys. Rev. B.* - 1999. - V. 59, № 10. - P. 7029–7032.
42. Lenz, K. Magnetic proximity effects in antiferromagnetic/ferromagnet bilayers: the impact on the Neel temperature // *Phys. Rev. Lett.* – 2007. - 98, 237201.
43. Evidence for a magnetic proximity effect up to room temperature at Fe/(Ga,Mn)As interfaces / F. Maccherozzi, M. Sperl, G. Panaccione, J. Minár, S. Polesya, H. Ebert, U. Wurstbauer, M. Hochstrasser, G. Rossi, G. Woltersdorf, W. Wegscheider, C. H. Back // *Phys. Rev. Lett.* – 2008. - 101, 267201.
44. Layered magnetic structures: evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers / P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsk, and H. Sowers // *Phys.Rev. Lett.* – 1986. – V.57, № 2442.
45. Antiparallel coupling between Fe layers separated by a Cr interlayer: Dependence of the magnetization on the film thickness / C. Carbone and S. F. Alvarado // *Phys. Rev. B.* – 1987. – V. 36, № 2433.
46. Parkin, S.S.P., Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr / S.S.P. Parkin, N. More, K.P. Roche // *Phys. Rev. Lett.* – 1990. - V.64. - 2304 - 2307.
47. Unguris, J., Observation of two different oscillation periods in the exchange coupling of Fe/Cr/Fe(100)/ J. Unguris, R. J. Celotta, D.T. Pierce// *Phys. Rev.Lett.* – 1991. – V. 67 - 140.
48. Slonczewski, J.C. Fluctuation mechanism for biquadratic exchange coupling in magnetic multilayers / J. C. Slonczewski // *PRL.* – 1991. – V.67, N. 22. – P.3172 – 3175.
49. Domain observations on Fe – Cr – Fe layered structures / M. Ruhrig, R. Schafer, A. Hubert, R. Mosler, J.A. Wolf, S. Demokritov, P. Grunberg // *Phys. Stat. sol.* – 1991. – V. 125. – P.635 – 656.
50. Demokritov, S.O. Biquadratic interlayer coupling in layered magnetic systems / S.O. Demokritov // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1998. – V.31. – P. 925 - 941.
51. 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, and A. V. Semerikov // *Phys. Rev. B* – 1996. – V. 54, N.22. – 15958 - 15966.
52. Ферромагнитный резонанс в многослойных структурах [Fe/Cr]*n* с неколлинеарным магнитным упорядочением / А.Б. Дровосеков, Н.М. Крейнс, Д. И. Холин, В.Ф. Мещеряков,

- М.А. Миляев, Л.Н. Ромашев, В.В. Устинов // Письма в ЖЭТФ. – 1998. – Т. 67, N. 9. – С. 690 – 695.
53. Correlation of short-period oscillatory exchange coupling to nanometer-scale lateral interface structure in Fe/Cr/Fe(001) / C. M. Schmidt, D. E. Bürgler, D. M. Schaller, F. Meisinger, H.-J. Güntherodt // *Phys. Rev. B* - 1999.– V.60. - 4158.
54. The magnetic order of Cr in Fe/Cr/Fe(001) trilayers / D. T. Pierce, J. Unguris, R. J. Celotta, M. D. Stiles // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1999. – V. 200. – 290.
55. Межслойное взаимодействие в системе Fe/Cr/Fe: зависимость от толщины прослойки хрома и температуры / С.О. Демокритов, А.Б. Дровосеков, Н.М. Крейнес, Х. Нембах, М. Рикарт, Д.И. Холин // Письма в ЖЭТФ. – 2002. – Т. 122, N 6. – С.1233 – 1246.
56. Anthony, J.A.C. Ultrathin magnetic structure / J.A.C. Anthony, B. Heinrich // Springer – Verlag Berlin Heidelberg, 2005.
57. Noncollinear and collinear magnetic structures in exchange coupled Fe/Cr(001) superlattices A. Schreyer, J. F. Anker, Th. Zeidler, H. Zabel, M. Schäfer, J. A. Wolf, P. Grünberg, C. F. Majkrzak // *Phys. Rev. B.* – 1995. - V.52, N.22. – P.16066 - 16085.
58. Франкомба, М.Х. Физика тонких пленок / М.Х. Франкомба, Р.У. Горфман. – Москва: Мир, 1973. – С. 228–333.
59. Morishita, T. Magnetism and structure of compositionally modulated Fe–Gd thin films / T. Morishita, Y. Togami, K. Tsushima // *J. Phys. Soc. Jpn.* – 1985. – V.54, N. 1. – P. 37–40.
60. Okuno, H. Magnetic properties and structures of compositionally modulated (Gd+Co) films / H. Okuno, Y. Sakaki, Y. Sakurai // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 1986. – V. 19, N. 5 – P. 873–884.
61. Sato, N. Amorphous rare-earth–transition-metal thin films with an artificially layered structure / N. Sato, K. Habu // *J. Appl. Phys.* - 1987. – V. 61, N. 8 – P. 4287– 4289.
62. Vaskovskiy, V.O. Magnetism in rare earth/transition metal multilayers / V.O. Vaskovskiy, A.V. Svalov, G.V. Kurlyandskaya. – ENN, 2004. – P.925 – 947.
63. Farrow, R.F.C. Magnetic multilayer structures / R.F.C. Farrow, C.H. Lee, S.S.P. Parkin // *IBM J. Res. Develop.* – 1990. – V. 34, N. 6. – P. 903–915.
64. Овчинников, С.Г. Использование синхротронного излучения для исследования магнитных материалов // УФН – 1999. – Т. 169, № 8. – С. 869–887.
65. Research frontiers in magnetic materials at soft X-ray synchrotron radiation facilities / J. Kortright, D.D. Awschalom, J. Stöhr, S.D. Bader, Y.U. Idzerda, S.S.P. Parkin, I.K. Schuller, H.-C. Siegmann // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1999. – V. 207, N. 1–3. – P. 7–44.
66. Magnetization reversal measurements in Gd/Fe multilayer antidot arrays by vector magnetometry using x-ray magnetic circular dichroism / D.R. Lee, Y. Choi, C.-Y. You, J.C. Lang, D.

- Haskel, G. Srajer, V. Metlushko, B. Ilic, S.D. Bader // *Appl. Phys. Lett.* – 2002. – V. 81, N. 26. – P. 4997–4999.
67. Sellmyer, D.J. Nanostructured magnetic films for extremely high density recording / D.J. Sellmyer, M. Yu, R.D. Kirby // *Nanostructured Materials* – 1989. – V. 12, N. 5–8. – P. 1021–1025.
68. Giant magnetostrictive spring magnet type multilayers / E. Quandt, A. Ludwig, J. Betz, K. Mackay, D. Givord // *J. Appl. Phys.* – 1997. – V. 81, N. 8 – P. 5420–5422.
69. Tsunshima, S. Magneto-optical applications of magnetic multilayers / S. Tsunshima, // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1996. – V. 156, N. 1–3. – P. 283–286.
70. Effect of annealing on the magnetic and structural properties of amorphous Fe/Tb Multilayers / A. Fnidiki, J. Juraszek, J. Teillet, F. Richomme, J.P. Lebertois // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1997. – V. 165, N. 1–3. – P. 405–407.
71. Effect of ion-beam irradiation on magnetic anisotropy in Fe–Tb multilayers / C. Tosello, L.M. Gratton, G. Principi, A. Gupta, R. Gupta // *Surf. Coat. Techn.* – 1996. – V. 84, N. 1–3. – P. 338–340.
72. Uniaxial anisotropy in rare earth (Gd, Ho, Tb) transition metal (Fe, Co) amorphous films / N. Heiman, A. Onton, D.F. Kyser, K. Lee, C.R. Guarnieri // *AIP Conf. Proc.* – 1975 – V.24 – P. 573–574.
73. Magnetic superlattices / J. Kwo, M. Hong, D. B. McWhan, Y. Yafet, R. M. Fleming, F. J. DiSalvo, J. V. Waszczak, C. F. Majkrzak, D. Gibbs, A. I. Goldman, P. Boni, J. Bohr, H. Grimm, C. L. Chien, and J. W. Cable // *J. Phys.* – 1988. – V. 8, N. 49. – P.1651.
74. Magnetic rare earth superlattices / C. F. Majkrzak, J. Kwo, M. Hong, Y. Yafet, D. Gibbs, C. L. Chien, and J. Bohr // *Adv. Phys.* – 1991. – V. 40. P. 99.
75. Influence of strain and polycrystalline ordering on magnetic properties of high moment rare earth metals and alloys / G. Scheunert, C. Ward, W.R. Hendren, A.A. Lapicki, R. Hardeman, M. Mooney, M.A. Gubbins, R.M. Bowman // *J. Phys. D: Appl. Phys.* – 2014. – V. 47, N. 415005.
76. Observation of a magnetic antiphase domain structure with long - range order in a synthetic Gd-Y superlattice / C. F. Majkrzak, J. W. Cable, J. Kwo, M. Hong, D.B. McWhan, Y. Yafet, J.V. Waszczak, C. Vettier // *Phys. Rev. Lett.* – 1986. – V. 56. – P. 2700.
77. Magnetization of 2.6T in gadolinium thin films / G. Scheunert, W. R. Hendren, C. Ward, and R. M. Bowman // *App. Phys. Lett.* – 2012. – V. 101, N. 142407.
78. Realizing a high magnetic moment in Gd/Cr/FeCo: The role of the rare earth / C. Ward, G. Scheunert, W.R. Hendren, R. Hardeman, M.A. Gubbins, R.M. Bowman // *Appl. Phys. Lett.* – 2013. – V. 102, N. 092403.
79. Yakovkin, I.N. Band structure of strained Gd (0001) films / I.N. Yakovkin, Takashi Komesu, P.A. Dowben // *Phys. Rev. B.* – 2002. – V.66. – 035406.
80. Takashi Komesu, The origin of enhanced magnetization in strained gadolinium / Takashi Komesu, C Waldfried, P.A Dowben // *Phys. Rev. A.* – 1999. – V.256. – 81.

81. Effects of preparation conditions on the magnetocaloric properties of Gd thin films / H.F. Kirby, D.D. Belyea, J.T. Willman, C.W. Miller // *J. Vac. Sci. Technol. A.* - 2013. - V. 31. - P. 031506.
82. Curzon, A.E. The observation of face centred cubic Gd, Tb, Dy, Ho, Er and Tm in the form of thin films and their oxidation / A.E. Curzon, H.G. Chlebek // *J. Phys. F: Met. Phys.* - 1979. -V. 3. - P.1 - 5.
83. Magnetic anisotropy in nanostructured gadolinium / Chin-Jui Hsu, Sergey V. Prikhodko, Chiu-Yen Wang, Lih-Juann Chen, and Gregory P. Carman // *J. Appl. Phys.* - 2012. - V.111, № 053916.
84. Ferromagnetic properties of fcc Gd thin films/ T.P Bertelli, E.C. Passamani, C. Larica, V.P. Nascimento, A.Y. Takeuchi // *J. Appl. Phys.* - 2015. - V.117. - 203904.
85. Magnetic twisted state of Fe/Tb multilayers / K. Takanod, K. Ikeuchi, H. Sakurai, H. Oike, F.Itoh // *J. Phys. Chem. Solids* - 2004. - V. 65, N. 12 - P. 1985 - 1992.
86. Hosoito, N.I.N. Magnetization curves of an Fe/Gd multilayer film calculated from Gd magnetization depth profiles determined by resonant x-ray magnetic scattering / N.I.N. Hosoito, H. Hashizume // *J. Phys. Condens. Matter* - 2002 - V.14, N. 21. - P 5289.
87. Camley, R. E. Phase transitions in magnetic superlattices / R. E. Camley, D. R. Tilley // *Phys. Rev. B* - 1988. - V. 37. - P. 3413-3421.
88. Camley, R.E. Magnetic multilayers: spin configurations, excitations and giant magnetoresistance / R.E. Camley, R.L. Stamps // *J. Phys. Condens. Matter.* - 1993. - V. 5. - 3727.
89. Кравцов, Е.А. Комплементарное применение нейтронного и рентгеновского синхротронного рассеяния для определения магнитной микроструктуры обменно-связанных слоистых наногетероструктур / Е.А. Кравцов, В.В. Устинов // *Физика твердого тела.* - 2010. - Т.52, N.11. - С.2116 - 2119.
90. Charge-magnetic interference resonant scattering studies of ferromagnetic crystals and thin films / D. Haskel, E. Kravtsov, Y. Choi, J.C. Lang, Z. Islam, G. Srajer, J.S. Jiang, S.D. Bader, P.C. Canfield // *Eur. Phys. J. Special Topics.* - 2012. - V.208. - P.141 - 155.
91. Ishimatsu, N. Magnetic structure of Fe/Gd multilayers determined by resonant x-ray magnetic scattering / N. Ishimatsu, H. Hashizume // *PRB.* - 1991. - V.60, N.13. - P. 9596 - 9606.
92. Twisted magnetization states near the compensation temperature of Fe/Gd multilayers: Anisotropy and surface-termination effects / Y. Choi, D. Haskel, A. Cady, J.C. Lang, D.R. Lee, G. Srajer, J.S. Jiang, Bader S.D. // *Phys. Rev. B* - 2006. - V. 73. - P. 17440.
93. Van Aken, B.B. Ground state and constrained domain walls in Gd/Fe multilayers / B.B. Van Aken, J.L. Prieto, N.D. Mathur // *J. Appl. Phys.* - 2005. - V. 97. - P. 063904.
94. Hard x-ray magnetic circular dichroism study of a surface-driven twisted state in Gd/Fe multilayers / D. Haskel, Y. Choi, D.R. Lee, J.C. Lang, G. Srajer, J.S. Jiang, S.D. Bader // *J. Appl. Phys.* - 2003. - V. 93, N. 10. - P. 6507-6509.

95. Nature of inhomogeneous state in artificial Fe/Gd ferromagnetic multilayers / D. Haskel, G. Srajer, Y. Choi, D.R. Lee, J.C. Lang, J. Meersschaut, J.S. Jiang, S.D. Bader // *Phys. Rev. B.* – 2003. – V.67, N. 180406.
96. Experimental determination of the magnetic phase diagram of Gd/Fe multilayers / W. Hahn, M. Loewenhaupt, Y.Y. Huang, G.P. Felcher, S.S. Parkin // *Phys.Rev. B.* – 1995. – V.52, N.22. – P. 16041 – 16048.
97. Polarized neutron reflectivity study of a Gd/Cr multilayer / K. Mergia, L.T. Baczewski, S. Messoloras, S. Hamada, T. Shinjo, H.Gamari-Seale, J. Hauschild // *Appl. Phys. A.* – 2002. – V. 74. - P. 1520 – 1522.
98. Takanashi, K. Indirect exchange coupling through nonmagnetic metal spacers in Co/X/Gd multilayers (X = Cu and Y) / K. Takanashi, H. Fujimori, H. Kurokawa // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1993. – V.126. – 242.
99. Takanashi, K. A novel hysteresis loop and indirect exchange coupling in Co/Pt/Gd/Pt multilayer films / K. Takanashi, H. Kurokawa, H. Fujimori // *Appl. Phys. Lett.* – 1993. – V. 63. – P. 1585.
100. Parkin, S.S.P. Systematic variation of the strength and oscillation period of indirect magnetic exchange coupling through the *3d*, *4d*, and *5d* transition metals / S.S.P. Parkin // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – V. 67. – P. 3598.
101. Experimental study on interlayer magnetic coupling in sputtered Al/Fe/Al/Gd magnetic multilayer films / R. Chai – Ngam, N. Sakai, A. Koizumi, H.Kobayashi, T. Ishii / *J. Phys. Soc. Jpn.* – 2005. – V. 74. – N. 1843.
102. Suciu, G. 4f – 3d exchange coupling in Gd/X/Co (X=Pt, Cr) multilayers / G. Suciu, J. C. Toussaint, J. Voiron // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2002. – V. 240. – P.229 – 231.
103. Горелик, С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ/ С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев// Москва.: МИСИС, 1994. – С. 328.
104. Stoev, K. Recent theoretical models in grazing incidence X-ray reflectometry/ K. Stoev, K. Sakurai // *The Rigaku Journal.* – 1997. - V. 14.,No. 2. – P. 22-37.
105. Parratt, L.G. Surface studies of solids by total reflection of x-rays / L.G. Parratt // *Phys. Rev.* - 1954. - V. 95. - P. 359–369.
106. S. K. Sinka, E.B. Sirota, S. Garoff, H.B. Stanley / X – ray and neutron scattering from rough interfaces // *Phys. Rev. B.* – 1988. – V.38, № 4. – P.2 297.
107. Yoneda, Y. Anomalous surface reflection of X-rays / Y. Yoneda // *Phys. Rev.* – 1963. – V.131, N5. – P.2010.
108. Robinson, I. Surface X-ray diffraction / I.K. Robinson, D.J. Tweet // *Reports on Progress in Physics.* - 1992. - V. 55. - P. 599–651.

109. Bouroushian, M. Characterization of thin film by low incidence X-ray diffraction/ M. Bouroushian, M. T. Kosanovic // *Crystal Structure Theory and Application*. – 2012. – V.1. – P.35-39.
110. Felcher, G.P. Neutron reflection as a probe of surface magnetism / G.P. Felcher // *Phys. Rev. B*. – 1981. – V.24, N.3. - P. 1595 – 1598.
111. Pleshanov, N.K. Spin particles at stratified media / N.K. Pleshanov, V.M. Pusenkov // *Z. Phys. B*. – 1996. – V. 100 - P. 507.
112. Radu, F. Generalized matrix method for the transmission of neutrons through multilayer magnetic systems with noncollinear magnetization / F. Radu , V.K. Ignatovich // *Physica B*. – 2001. - V.267-268. - P. 175 – 180.
113. Rühm, A. Supermatrix approach to polarized neutron reflectivity from arbitrary spin structures / A. Rühm, B.P. Toperverg, H. Dosch // *Phys. Rev. B*. – 1999. – V.60. - P.16073.
114. Борн, М. Основы оптики / М. Борн, Э. Вольф. – Москва: Наука, 1973.
115. Vineyard, G.H. Grazing-incidence diffraction and the distorted-wave approximation for the study of surfaces / G.H. Vineyard // *Phys. Rev. B*. – 1982. – V.26, N.8. - P.4116 – 4159.
116. Majkrzak, C.F. Polarized neutron reflectometry / C.F. Majkrzak, K.V. O Donovan, N.F. Berk. – Amsterdam: Elsevier, 2006. – 400 – 438.
117. Zhu, Y. Modern techniques for characterizing magnetic materials / Y. Zhu. - Berlin: Springer-Verlag, 1999. - 600 p.
118. Свергун, Д. И. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние / Д.И. Свергун, Л. А. Фейгин. - М.: Наука, 1986. - 280 с.
119. Fermi, E. Interference phenomena of slow neutrons / E. Fermi, L. Marchal // *Phys. Rev.* – 1947. - V. 71, N.10. - P. 66-677.
120. Никитенко, Ю.В. Рефлектометрия поляризованных нейтронов / Ю.В. Никитенко, В.Г. Сыромятников. – М.:ФИЗМАТЛИТ, 2013. – 7 с.
121. Bergevin, F. De Observation of magnetic superlattice peaks by X-ray diffraction on an antiferromagnetic NiO crystal / F. De Bergevin, M. Brunel // *Phys. Lett. A*. – 1972. – V.39. – 141.
122. Gibbs, D Polarization and resonance properties of magnetic X-ray scattering in holmium / D. Gibbs, D. R. Harshman, E. D. Isaacs, D. B. McWhan, D. Mills, C. Vettier // *Phys. Rev. Lett.* – 1988. – V. 61. – P. 1241.
123. X-Ray resonance exchange scattering / J. P. Hannon, G. T. Trammell, M. Blume, Doon Gibbs // *Phys. Rev. Lett* – 1989. – V.61, № 1245.
124. Diffraction studies of rare earth metals and superlattices / J. Bohr, Doon Gibbs, J.D. Axe, D.E. Moncton, K.L. D'amico, C.F. Majkrzak, J. Kwo, M. Hong, C.L. Chien, J. Jensen // *Physica B*. – 1972. - V.159 – 93.

125. Circular polarization of synchrotron radiation in x-ray diffraction by a ferrimagnetic sample / M. Brunel, G. Patrat, F. De Bergevin, F. Rousseaux, M. Lemonnier // *Acta Crystallgr. A.* - 1983. - V.39. - 84.
126. Macke, S. Magnetic reflectometry of heterostructures / S. Macke, E. Goering // *J. Phys. Condens. Matter.* - 2014. - V. 26. - P. 363201.
127. J.M. Tonnerre, L. Seve, A. Barbara-Dechelette, F. Bartolomé, D. Raoux, V. Chakarian, C. C. Kao, H. Fischer, S. Andrieu, and O. Fruchart / Soft x-ray resonant magnetic scattering study of thin films and multilayers // *J. Appl. Phys.* - 1998. - V. 83, № 11. P. 6293–6295.
128. Thompson A. X-ray data booklet // Berkeley Nat Lab. - 2001. - V.8. - P. 1125.
129. Sinha, S.K. Reflectivity using neutrons or X-rays? A critical comparison / S.K. Sinha // *Phys. Rev. B.* - 1991. - V. 173. - P. 25-34
130. Магнетизм сверхрешеток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, Ю.В. Никитенко, В.В. Проглядо, Ю. Хайдуков // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* - 2015. - № 1. - С. 46–48.
131. Применение поляризационной нейтронной рефлектометрии для исследовании сверхрешеток Fe/Cr/Gd / М.В. Рябухина, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, Л.И. Наумова, В.В. Проглядо, В.В.Устинов, Ю. Н. Хайдуков // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* - 2014. - № 10. - С. 26–29.
132. Межслойное взаимодействие в многослойных структурах Fe/Cr/Gd / А.Б. Дровосеков, Н. М. Крейнс, А. О. Савицкий, Е.А. Кравцов, Д.В. Благодатков, М.В. Рябухина, М.А. Миляев, В.В. Устинов, Э.М. Пашаев, И.А. Субботин, Г.В. Пруцков // *Журнал Экспериментальной и Теоретической Физики.* - 2015. - Т. 147, № 6.
133. Wolff, M. Neutron reflectometry with ADAM at the ILL: present status and future perspectives / M. Wolff, K. Zhernenkov, H. Zabel // *Thin Solid Films.* - 2007. - V. 515. - P.5712 – 5715.
134. Temperature evolution of the Gd magnetization profile in strongly coupled Gd/Fe multilayers / Y. Choi, D. Haskel, R. E. Camley, D. R. Lee, J. C. Lang, G. Srajer, J. S. Jiang, S. D. Bader // *Phys. Rev. B.* - 2004. - Vol. 70. N. 134420.
135. Lynn, J. E. Resonance effects in neutron scattering lengths of rare-earth nuclides / J.F. Lynn, P.A. Seeger // *Atomic data nuclear data tables.* - 1990. - V. 44. - P. 191 – 207.