Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук

На правах рукописи

МИЛЯЕВ Михаил Анатольевич

ЭФФЕКТЫ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИИ В АНТИФЕРРОМАГНЕТИКАХ И МНОГОСЛОЙНЫХ ОБМЕННО-СВЯЗАННЫХ НАНОСТРУКТУРАХ

Специальность 01.04.11 – физика магнитных явлений

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени доктора физико-математических наук

Научный консультант: академик РАН, д.ф.м.н. Устинов Владимир Васильевич

оглавление

Введение	
1 Процессы	намагничивания и магнитосопротивление магнитомногоосных
антиферо	магнетиков
1.1 Кри	вые намагничивания антиферромагнетиков 17
1.2 Teop	оия обратимых процессов смещения доменных границ ферромагнетиков 22
1.3 Обр	атимые и необратимые процессы намагничивания антиферромагнетиков
с дв	умя осями антиферромагнетизма. Теория 27
1.4 Стру	уктура и физические свойства антиферромагнетика FeGe2 36
1.5 Обр	атимые процессы намагничивания FeGe2 40
1.6 Heo	братимые процессы намагничивания FeGe2 50
1.7 Про	цессы намагничивания антиферромагнетика Fe0,95Co0,05 Ge2 53
1.8 Четн	ные гальваномагнитные эффекты в многоосных антиферромагнетиках 57
1.1.1.	Одноосные антиферромагнетики 57
1.1.2.	Многодоменные антиферромагнетики 59
1.1.3.	Температурные зависимости кинетических постоянных
1.9 Выв	оды к главе 1
2 Эффекты	анизотропии в сверхрешетках Fe/Cr77
2.1 Mar	нитные металлические сверхрешетки с эффектом гигантского
магн	иитосопротивления
2.2 Мет	оды роста и аттестации структурных, магнитных и магнитотранспортных
свой	іств магнитных сверхрешеток Fe/Cr
2.2.1	Методика роста магнитных сверхрешеток Fe/Cr
2.2.2	Использование метода рентгеновской рефлектометрии для определения
	периода сверхрешеток
2.2.3	Измерение магнитных и магнитотранспортных свойств пленок и
	сверхрешеток
2.3 Влия	яние температуры подложки на структуру слоев и интерфейсов,
магн	итные и магниторезистивные свойства сверхрешеток Fe/Cr
2.4 Све	рхрешетки Fe/Cr с неколлинеарным упорядочением 102
2.5 Свер	охрешетки (001)Fe/Cr с двухосной анизотропией в плоскости слоев 107
2.6 Мн	огоступенчатое изменение намагниченности и магнитосопротивления в
свер	хрешетках Fe/Cr с одноосной анизотропией в плоскости слоев 117
2.7 Визу	уализация доменной структуры в сверхрешетках (210)Fe/Cr 132
2.8 Влия	яние отжига на процессы перемагничивания сверхрешеток (210)Fe/Cr 139

	2.9 Выводы к главе 2 145
3	Конфигурация магнитной анизотропии в безгистерезисных спиновых
	клапанах
	3.1 Магнитная анизотропия в спиновых клапанах
	3.2 Определение характеристик спинового клапана 150
	3.3 Методические вопросы приготовления магнитных наноструктур и исследования
	их магнитотранспортных свойств 151
	3.3.1 Методика магнетронного напыления многослойных наноструктур 151
	3.3.2 Установка RTF-1 для исследования магнитотранспортных свойств
	спиновых клапанов при различных температурах 155
	3.4 Кристаллографическая текстура и магнитный гистерезис в спиновых
	клапанах
	3.5 Взаимодействие между ферромагнитными слоями и гистерезис в спиновых
	клапанах
	3.6 Межслойное взаимодействие, магнитная анизотропия и безгистерезисное
	перемагничивание спиновых клапанов 167
	3.7 Безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов с неколлинеарным
	взаимным расположением осей анизотропии 172
	3.8 Оптимизация функциональных характеристик меандра, изготовленного на
	основе спинового клапана со слабым межслойным взаимодействием 175
	3.9 Спиновые клапаны с синтетическим антиферромагнетиком 177
	3.9.1 Температурная стабильность характеристик спиновых клапанов с разным
	соотношением толщин ферромагнитных слоев в синтетическом
	антиферромагнетике
	3.9.2 Спин-флоп состояние в синтетическом антиферромагнетике 183
	3.10 Выводы к главе 3 189

4 Высокочувствительные обменно-связанные сверхрешетки с малым

гистерезисом		
4.1	Общие особенности ГМС сверхрешеток	191
4.2	Сверхрешетки СоFe/Си	194
4.3	Сверхрешетки CoFe/Cu с буферными слоями Cr, Fe, CoFe и Cu	195
4.4	Сверхрешетки CoFe/Cu с буферным слоем Cr	198
4.5	Влияние отжига на магнитосопротивление и микроструктуру сверхрешеток	
	СоFe/Си с различными буферными слоями	203

4.6	Сверхрешетки СоFe/Си с буферным слоем пермаллой-хром	
4.7	Сверхрешетки NiFeCo/Cu с высокой чувствительностью и слабым	
	гистерезисом	
4.8	Сверхрешетки с оптимизированными функциональными характеристиками225	
4.9	Выводы к главе 4	
Заключение		
Список сокращений и условных обозначений		
Литература		

введение

Актуальность темы. Антиферромагнетики являются наиболее многочисленным классом магнетиков. Исследование антиферромагнитных кристаллов и искусственных антиферромагнитных наноструктур, включая изучение кинетических эффектов. связанных с особенностями магнитного состояния таких материалов, представляет интерес как для фундаментальной науки, так и с точки зрения возможных практических приложений. Несмотря на отсутствие спонтанной намагниченности и наличие малой восприимчивости антиферромагнетики находят свое применение магнитной В современных изделиях магнитоэлектроники и спинтроники – различных типах спиновых клапанов, элементах магнитной памяти (MRAM), магниточувствительных сенсорах и широком спектре устройств, использующих многослойные магнитные наноструктуры с эффектами анизотропного магнитосопротивления (AMC). гигантского магнитосопротивления (ГМС) и туннельного магнитосопротивления (ТМС). Основная цель использования антиферромагнетиков в указанных наноструктурах – создание однонаправленной анизотропии, обусловленной обменным взаимодействием на границе между ферромагнитным (ФМ) и антиферромагнитным (АФМ) слоями.

Для массивных антиферромагнетиков теоретически предсказано значительное количество магнитных, оптических и кинетических эффектов (см., например, [10]). Однако, в целом, экспериментально антиферромагнетики остаются значительно менее исследованными в сравнении с ферромагнетиками. Это касается, например, вопросов управления доменной структурой в антиферромагнетиках различной симметрии и влияния процессов смещения доменных границ на магнитные и гальваномагнитные свойства. Данные вопросы на сегодняшний день приобретают актуальность в связи с перспективной задачей по созданию элементов магнитной памяти на основе антиферромагнитных доменов, устойчивой к внешним воздействиям. Текущими обсуждаемыми для данного направления работ вопросами являются: возможность целенаправленного изменения антиферромагнитной доменной структуры с помощью относительно слабых магнитных полей и создание однодоменного состояния в антиферромагнетике. Для изучения данных вопросов наиболее простым вариантом является антиферромагнетики тетрагональной симметрии с двумя взаимно перпендикулярными осями антиферромагнетизма в базисной плоскости. В этом случае будет существовать только две магнитные фазы, управляемые магнитным полем.

Одним из активно исследуемых типов магниточувствительных наноматериалов являются спиновые клапаны, отличительной чертой которых является резкое изменение

их сопротивления в слабых магнитных полях. Важной особенностью спиновых клапанов, возможность формирования В них произвольного направления является оси однонаправленной анизотропии с помощью специальной термомагнитной обработки. Это позволяет создавать наноструктуры с различным неколлинеарным расположением осей анизотропии в отдельных ферромагнитных слоях, влиять на характер перемагничивания этих слоев и целенаправленно изменять функциональные характеристики спиновых клапанов. В зависимости от формы полевой зависимости магнитосопротивления и величины гистерезиса в поле переключения спиновые клапаны могут быть использованы либо в цифровых устройствах с двумя логическими состояниями «О» и «1», либо в аналоговых измерительных устройствах, реализуется В которых однозначная (безгистерезисная) зависимость сопротивления от величины магнитного поля. К первому типу устройств относятся элементы магнитной памяти, устройства порогового срабатывания, считывающие головки жестких дисков, и другие. К устройствам второго типа относятся, например, измерительные сенсоры магнитного поля и датчики тока.

Формирование неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии является одним из основных способов создания безгистерезисных спиновых клапанов. Несмотря на то, что ранее уже были разработаны общие подходы получения спиновых клапанов с малым гистерезисом, результат использования этих подходов во многом зависит от типа используемых материалов, толщины отдельных слоев, их расположения в многослойной структуре, что составляет композицию спинового клапана. Также важными являются: интенсивность межслойного взаимодействия, наличие кристаллической текстуры, направление магнитного поля относительно осей анизотропии и другие факторы.

Практическим вопросам создания безгистерезисных спиновых клапанов ранее уделялось незначительное внимание. Это связано, главным образом, с часто используемым на практике способом уменьшения гистерезиса путем создания из спиновых клапанов микрообъектов вытянутой формы, в которых важную роль играет анизотропия формы. Однако при данном подходе значительно, в десятки раз, уменьшается такая важная характеристика, как магниторезистивная чувствительность. В связи с этим, исследование влияния различных факторов на магнитные и магнитотранспортные свойства спиновых клапанов и разработка способов получения безгистерезисного изменения магнитосопротивления при отсутствии влияния анизотропии формы является актуальной научной и технологической задачей. На основе развитых подходов могут быть металлические спиновые клапаны, которых большая созданы В величина магнитосопротивления сочетается с малым гистерезисом и высокой магниторезистивной чувствительностью, что представляет интерес для различных практических приложений.

Другим типом современных магнитных наноструктур являются металлические обменно-связанные сверхрешетки с эффектом гигантского магнитосопротивления. Наличие осциллирующего с толщиной немагнитной прослойки межслойного обменного взаимодействия РККИ-типа обуславливает существование в ГМС сверхрешетках различных типов магнитного упорядочения: антиферромагнитного, неколлинеарного и ферромагнитного. С точки зрения магнетизма антиферромагнитно упорядоченные сверхрешетки могут рассматриваться как искусственные антиферромагнетики с управляемым межслойным взаимодействием.

Исследованию эффектов анизотропии в обменно-связанных сверхрешетках уделялось незначительное внимание. Это связано с тем, что для получения максимального магнитосопротивления, обусловленного спин-зависимым рассеянием электронов проводимости, необходимо чтобы на длине свободного пробега электронов укладывалось бы большое число ферромагнитных слоев с различным направлением намагниченности. Для металлических сверхрешеток характерная длина свободного пробега электронов составляет 100 Å, а типичная толщина ферромагнитных слоев – (10–30) Å. В ФМ слоях такой толщины кристаллическая структура еще не является полностью сформированной, в результате чего и магнитная анизотропия проявляется слабо. Поля насыщения у сверхрешеток с большими величинами ГМС составляют величины в несколько килоэрстед или десятков килоэрстед, поэтому магнитная анизотропия может проявляться лишь в незначительной области магнитных полей по сравнению с полем насыщения, чему обычно не уделяют особого внимания.

С другой стороны, ослабив межслойное взаимодействие путем выбора соответствующей толщины немагнитных прослоек и увеличив толщину ФМ слоев можно приготовить сверхрешетки с полями насыщения около 500 Э и менее. В таких сверхрешетках с хорошо сформированной кристаллической структурой, приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии, процессы перемагничивания будут в равной степени определяться межслойным обменным взаимодействием и особенностями магнитной анизотропии. В этом случае будет наблюдаться зависимость кривых намагничивания от направления приложения внешнего магнитного поля по отношению к осям анизотропии и могут, проявятся новые эффекты, связанные с наличием в ФМ слоях магнитной анизотропии 2-го или 4-го порядка.

Традиционной задачей синтеза и исследования обменно-связанных сверхрешеток является получение магниточувствительных наноматериалов с наибольшим магнитосопротивлением или эффективным сочетанием функциональных характеристик. Несмотря на накопленный 30-летний опыт в изучении ГМС сверхрешеток интерес к их

исследованию сохраняется благодаря сочетанию свойств, представляющих интерес для их практического использования, а также благодаря относительной простоте изготовления как самих сверхрешеток, так и промышленных магнитных сенсоров на их основе. В магниторезистивных характеристик задачах оптимизации конкретных типов сверхрешеток важную роль играет материал буферного слоя. Использование буферного слоя на поверхности подложки способствует формированию особой кристаллической структуры в нем и в последующих слоях многослойной структуры, приводит к шероховатости подложки и улучшению структуры интерфейсов. уменьшению Особенности структуры слоев и интерфейсов, в свою очередь, влияют на магнитный порядок в сверхрешетке и на магнитотранспортные свойства. При нахождении эффективного материала буферного слоя у сверхрешеток могут быть получены высокие значения магнитосопротивления в сочетании с малым гистерезисом и высокой чувствительностью, что является важным набором характеристик для магниточувствительных материалов. В связи с этим, научно обоснованная разработка способов оптимизации практически значимых функциональных характеристик обменносвязанных сверхрешеток является актуальной задачей.

Цель диссертационной работы:

Установление закономерностей поведения магнитных и магнитотранспортных свойств, связанных с наличием магнитной анизотропии в антиферромагнетиках и многослойных наноструктурах, разработка эффективных методов управления их анизотропией и гистерезисом и получение высокочувствительных материалов на основе эффекта гигантского магнитосопротивления.

Достижение поставленной цели требовало решения следующих задач.

<u>Задачи исследования:</u>

1. Исследовать магнитные и магнитотранспортные свойства монокристаллов слоистых антиферромагнетиков FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ и разработать теоретические модели для описания наблюдаемых экспериментальных данных.

 С использованием методов молекулярно-лучевой эпитаксии и прецизионного магнетронного напыления разработать лабораторные технологии приготовления многослойных наноструктур с управляемой анизотропией.

3. Провести экспериментальные исследования кривых намагничивания и магнитосопротивления сверхрешеток Fe/Cr с различным типом магнитной анизотропии.

4. Изучить влияние различных типов магнитной анизотропии на магнитные и магнитотранспортные свойства металлических спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием.

5. Исследовать особенности изменения структуры, гистерезиса, магнитотранспортных свойств трех типов сверхрешеток Co₉₀Fe₁₀/Cu, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu в зависимости от толщины и состава буферного слоя.

Научная новизна работы заключается в следующем.

1. Получены экспериментальные данные о кривых намагничивания и магнитосопротивлении антиферромагнетиков FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂. Предложены теоретические модели, учитывающие изменение концентраций магнитных фаз в магнитном поле, хорошо описывающие полученные экспериментальные данные.

2. Впервые выращены сверхрешетки (210)[Fe/Cr] с выраженной одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев. Показано, что при направлении магнитного поля вдоль «легкой оси» наблюдается многоступенчатый характер полевых зависимостей намагниченности и магнитосопротивления, обусловленный множественными спин-флип переходами. Визуализирована доменная структура в отдельных слоях Fe сверхрешеток.

3. В металлических спиновых клапанах различных композиций установлены условия реализации безгистерезисного режима перемагничивания свободного слоя. Приготовлены спиновые клапаны, сочетающие малый гистерезис и высокую магниторезистивную чувствительность.

4. Показано, что субнанометровые изменения толщины буферного слоя Сг в сверхрешетках Co₉₀Fe₁₀/Cu приводят к многократному изменению ширины петли магнитного гистерезиса. Установлено, что исчезновение аксиальной текстуры <111> в слоях сверхрешётки приводит к резкому усилению гистерезиса.

5. Установлено, что использование буферного слоя «пермаллой-хром» состава (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ приводит к повышению магнитосопротивления сверхрешеток Co₉₀Fe₁₀/Cu, а буферного слоя Ta/(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ – к ослаблению гистерезиса и уменьшению поля магнитного насыщения в сверхрешетках Co₉₀Fe₁₀/Cu, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu.

6. Для оптимизированных сверхрешеток Co₉₀Fe₁₀/Cu получены рекордные для металлических сверхрешеток значения магнитосопротивленя.

определяется Теоретическая и практическая значимость работы разработанными теоретическими подходами для описания магнитных, гальваномагнитных свойств многоосных антиферромагнетиков, адекватно описывающих экспериментальные данные; полученными данными о малоизученных процессах послойного перемагничивания сверхрешеток Fe/Cr, что является важными для физики магнитных явлений. Разработаны подходы для управления анизотропией и гистерезисом металлических спиновых клапанов и магнитных сверхрешеток. Эффективность разработанных подходов подтверждается приготовленными магниточувствительными наноструктурами с высокими характеристиками, превышающими достигнутый уровень в зарубежных аналогах. Магнитные наноструктуры с оптимизированными характеристиками, приготовленные в рамках ряда договоров с отечественными предприятиями радиоэлектронной промышленности, в настоящее время используются для разработки новых изделий магнитоэлектроники.

Методология и методы исследования

Выполненные исследования имеют комплексный характер. Они включают: построение ряда теоретических моделей, приготовление магнитных наноструктур методами молекулярно-лучевой эпитаксии и прецизионного магнетронного напыления, разработку технологии изготовления экспериментальных образцов и микрообектов с использованием высоковакуумного и литографического оборудования, разработку методов исследования многослойных наноструктур, изготовление вспомогательного оборудования и измерительных установок, а также разработку специальных методов оптимизации функциональных характеристик магниточувствительных материалов и приготовлнение наноструктур с характеристиками, представляющими интерес для практических приложений.

Основные результаты и положения, выносимые на защиту

1. В монокристаллах FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ в области температур существования коллинеарного антиферромагнитного порядка обнаружены нелинейные изменения намагниченности с магнитным полем, которые носят как обратимый, так и необратимый характер, связанный со смещениями доменных границ. Предложено теоретическое описание наблюдаемых закономерностей. Разработана теоретическая модель, хорошо описывающая полученные экспериментальные данные для продольного и поперечного магнитосопротивлений монокристалла FeGe₂. Показана возможность определения концентраций магнитных фаз из магниторезистивных данных.

2. В сверхрешетках (211)MgO/[Fe/Cr] с выраженной одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев обнаружен многоступенчатый характер полевых зависимостей намагниченности и магнитосопротивления, обусловленный множественными спин-флип переходами. Визуализирована доменная структура в различных слоях Fe. Показано, что вероятной причиной послойного перемагничивания такого рода сверхрешеток является изменение от слоя к слою упругих напряжений, обусловленных различием в параметрах решетки подложки и слоев сверхрешетки.

3. Для серии приготовленных спиновых клапанов установлена количественная зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла рассеяния текстуры <111>. Показано, что чем более совершенная текстура <111> сформирована в спиновом клапане, тем меньше гистерезис перемагничивания свободного слоя.

4. Выявлены условия получения безгистерезисного перемагничивания свободного слоя в спиновых клапанах различных композиций. Предложен способ получения скрещенной конфигурации магнитной анизотропии с помощью спин-флоп состояния в синтетическом антиферромагнетике.

5. Установлено, что субнанометровые изменения толщины буферного слоя Сг в сверхрешетках Cr/[Co₉₀Fe₁₀/Cu]_n приводят к многократному изменению ширины петли магнитного гистерезиса. Показано, что исчезновение аксиальной текстуры <111> в слоях сверхрешётки приводит к резкому усилению гистерезиса.

6. С помощью комплексного метода оптимизации функциональных характеристик при использовании буферного слоя Ta/(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ приготовлены сверхрешетки CoFe/Cu с рекордной для всех типов обменно-связанных металлических сверхрешеток величиной магнитосопротивления – 81% при комнатной температуре.

<u>Личный вклад автора</u>

Основные результаты, изложенные в диссертации, получены автором в кооперации с сотрудниками лаборатории электрических явлений ИФМ УрО РАН. Часть результатов получена совместно с сотрудниками других лабораторий ИФМ УрО РАН и представителями институтов: ИФТТ РАН, ИФП РАН, Института Лауэ-Ланжевена (ILL, Гренобль). Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач исследований, разработке экспериментальных методик, создании устройств и измерительных установок, участии в освоении технологии магнетронного напыления наноструктур, в проведении исследований структуры, магнитных и магниторезистивных свойств значительной части образцов, обработке экспериментальных данных и подготовке статей в соавторстве с коллегами. Теоретические расчеты проводились совместно с К.Б. Власовым, В.В.

Устиновым и Н.Г. Бебениным. Исследования магнитных и гальваномагнитных свойств антиферромагнетиков – совместно с Р.И. Зайнуллиной. Нейтронные исследования сверхрешеток Fe/Cr – совместно с В.В. Лаутер-Пасюк. Рост сверхрешеток Fe/Cr на установке «Катунь-С» – совместно с Л.Н. Ромашевым. Визуализация доменной структуры – совместно с В.С. Горнаковым. Приготовление образцов методом магнетронного напыления – совместно с Л.И. Наумовой и В.В. Проглядо. Исследования микроструктуры методами просвечивающей электронной микроскопии выполнены Т.П. Кринициной. Изготовление микрообъектов методами литографии проведено сотрудниками ЦКП «Нанотехнологии спинтроники» в ИФМ УрО РАН.

Степень достоверности результатов

Представленные в работе экспериментальные исследования были проведены с использованием современных аттестованных приборов, апробированных методик и эталонных образцов. Полученные результаты не противоречат экспериментальным и теоретическим данным других исследователей, опубликованным в открытой печати.

Апробация результатов

Результаты, включенные в диссертацию, были представлены и обсуждены на: Euro-Asian Symposium «Trend in MAGnetism», EASTMag–2001, 2007, 2010), 2013, 2016; International Symposium on Metallic Multilayers –1998 (Vancouver), -2001 (Aachen), -2007 (Perth),-2013 (Kyoto); Moscow International Symposium on Magnetism (MISM) – 2002, 2005, 2008, 2011, 2014, 2017; Meждународной конференции «Новые магнитные материалы микроэлектроники» - 1996, 2002, 2004, 2006, 2009; Международной конференции по магнетизму (ISM) - 2003 (Рим), - 2006 (Куоto), - 2012 (Busan); -2015 (Barselona); Международном симпозиуме «Нанофизика и наноэлектроника» - 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017; Международной конференции «Функциональные материалы» ICFM-2009; International Symposium "Nanostructures: Physics and Technology"–2011, 2014, 2105; 4-й Международной научно-технической конференции «Технологии микро- и наноэлектроники в микро- и наносистемной технике», 2014 (Москва).

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин», № 01201463330) в Институте физики металлов УрО РАН. При частичной финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (мегагрант №14.Z50.31.0025, гранты, НШ.6172.2012.2, НШ-1540.2014.2); проектов РФФИ (№ 13-02-00749, № 16-02-00061), проекта Президиума УрО РАН "Фундаментальные основы технологий наноструктур и наноматериалов", проекта № 12-П-2-1051 «Технологический дизайн и физическая кинетика магнитных металлических и полупроводниковых наногетероструктур», проекта

№ 15-9-2-22 «Физические основы нанотехнологий латерально-ограниченных и туннельных магниторезистивных гетероструктур», и ряда других проектов и договоров.

Основные результаты опубликованы в 34 статьях. Из них в Перечень ВАК входят 33 статьи, опубликованные в рецензируемых журналах и индексируемых системой цитирования Web of Science. Список работ автора представлен в конце диссертации.

<u>Структура и объем диссертации</u>. Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений, списка работ автора, списка использованной литературы. Общий объём диссертации составляет 256 страниц, включая 8 таблиц и 176 рисунков. Список литературы включает 236 наименований на 20 страницах.

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Содержание диссертации соответствует пункту 1 «Разработка теоретических моделей, объясняющих взаимосвязь магнитных свойств веществ с их электронной и атомной структурой, природу их магнитного состояния, характер атомной и доменной магнитных структур, изменение магнитного состояния и магнитных свойств под влиянием различных внешних воздействий, пункту 3 «Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств» и содержит исследования, относящиеся к пункту 5 «Разработка различных магнитных материалов, технологических приёмов, направленных на улучшение их характеристик, приборов и устройств, основанных на использовании магнитных явлений и материалов» паспорта специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений.

1 ПРОЦЕССЫ НАМАГНИЧИВАНИЯ И МАГНИТОСОПРОТИВЛЕНИЕ МАГНИТОМНОГООСНЫХ АНТИФЕРРОМАГНЕТИКОВ

Описанные в главе 1 экспериментальные результаты по исследованию массивных антиферромагнетиков и теоретические модели, используемые для описания процессов намагничивания и гальваномагнитных свойств, базируются на предположении о существовании в изучаемых объектах антиферромагнитной доменной структуры, которая может изменяться в относительно слабом магнитном поле напряженностью в единицы килоэрстед. Наблюдение доменов в антиферромагнетиках является довольно сложной экспериментальной задачей. решение которой требует использования высокочувствительных оптических, магнитооптических или других методов. R проведенных исследованиях такие методы не применялись. Однако, как будет показано ниже. рамках единых представлений 0 доменной структуре изучаемых В антиферромагнетиков хорошее получено согласие между теоретическими И экспериментальными результатами для целого ряда свойств. А именно, развитые теоретические модели позволили описать полевые зависимости намагниченности, обратимой восприимчивости магнитосопротивления монокристаллов И двух антиферромагнетиков (FeGe₂ и Fe_{0.95}C_{0.05}Ge₂) при намагничивании вдоль двух кристаллографических направлений, а также указанные зависимости, измеренные при различных температурах. При этом определенные из эксперимента численные значения материальных постоянных, входящих в соответствующие выражения для описания магнитных свойств, были использованы и для описания гальваномагнитных свойств образцов того же состава. Сравнение теоретических и полученных экспериментальных вылелить физические результатов позволило механизмы, обуславливающие формирование антиферромагнитной доменной структуры и влияющие на процессы смещения доменных границ в исследованных антиферромагнетиках.

Существование в антиферромагнетиках доменной структуры является, на сегодняшний день, хорошо установленным фактом. Образование доменных стенок в антиферромагнетиках увеличивает обменную энергию, энергию анизотропии И магнитоупругую В отличие ферромагнетиков образование энергию. ОТ антиферромагнитных доменов не компенсирует прироста энергии за счет уменьшения внешних магнитных полей, поскольку у антиферромагнетика они отсутствуют. Это указывает антиферромагнетиков на то, что доменная структура идеальных

термодинамически неустойчива. Однако опыт показывает, что в большинстве антиферромагнетиков домены существуют.

Экспериментальное изучение доменной структуры антиферромагнетиков было начато примерно с 1960 г. Для визуализации доменной структуры со слабым контрастом разработаны и успешно применены различные экспериментальные методы. Так, например, антиферромагнитная доменная структура в NiO исследовалась с помощью оптических и нейтронных методов [1-3]. Позднее, с помощью магнитной рентгеновской дифракции в комбинации с фокусирующей рентгеновской оптикой исследовалась доменная структура в монокристалле Cr [4]. В эпитаксиальных пленках LaFeO₃ на подложках (100)SrTiO₃ антиферромагнитные домены наблюдали методом высокоразрешающей фотоэлектронной эмиссионной микроскопии, использующей рентгеновский магнитный линейный дихроизм [5]. Особое внимание в настоящее время уделяется исследованиям различными методами антиферромагнитных доменов в мультиферроиках [6].

Образование доменной структуры в антиферромагнетиках может быть обусловлено тем, что в процессе охлаждения вещества при переходе через температуру Нееля (T_N) антиферромагнитный порядок возникает одновременно в нескольких зародышах и характеризуется набором направлений вектора антиферромагнетизма, обусловленный кристаллографической симметрией. В процессе роста этих зародышей возникают области, на границах между которыми регулярное антиферромагнитное чередование магнитных моментов нарушается, что приводит к образованию доменной границы. В одноосных кристаллах с анизотропией типа «легкая плоскость» существует несколько осей антиферромагнетизма (3 – в тригональных кристаллах, 4 – в тетрагональных, 6 – в гексагональных). За счет спонтанной магнитострикции в этом случае образование антиферромагнитного упорядочения сопровождается существенным понижением кристаллографической симметрии. При этом кроме S-доменов со 180-градусными соседствами могут возникать домены, в которых векторы антиферромагнетизма повернуты на 120°, 90° и 60° (Т-домены). Простейший случай, в котором образуются домены с 90° соседствами, может реализоваться в антиферромагнетике тетрагональной симметрии с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости. Этот случай выделяется тем, что в образце могут возникать только два типа доменов, что упрощает как постановку эксперимента по изменению концентраций магнитных фаз с помощью внешнего магнитного поля, так и упрощает подход в построении теоретической модели, описывающей экспериментальные результаты.

В данной главе рассмотрены эффекты, обусловленные влиянием процессов смещения доменных границ, протекающих в относительно слабых магнитных полях, на кривые намагничивания и магнитосопротивление массивных антиферромагнетиков тетрагональной симметрии с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости. На примере одноосных антиферромагнетиков в п. 1.1 введены основные понятия и определения, которые будут использоваться далее в тексте. В п. 1.2 приведены положения подхода, разработанного Кондорским для описания процессов теоретического намагничивания ферромагнетиков, содержащих магнитные домены. Данный подход, использующий понятия концентраций магнитных фаз, применен в п. 1.3 для описания кривых намагничивания, а также обратимой и необратимой дифференциальной восприимчивости антиферромагнетиков тетрагональной симметрии с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости. В п. 1.4 приведены основные литературные данные о свойствах антиферромагнетиков FeGe2 и Fe0.95Co0.05Ge2, использованных для экспериментальных исследований процессов намагничивания. В пунктах 1.5-1.7 приведены результаты исследований магнитных свойств монокристаллов FeGe₂ и Fe0.95Co0.05Ge2 и указаны величины экспериментально определенных материальных констант, входящих теоретические выражения, а также графики их температурного изменения. В п.1.8 описана теоретическая модель, разработанная для описания четных гальваномагнитных эффектов в антиферромагнетиках тетрагональной симметрии с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости. В модели учет процессов смещения доменных границ реализован с помощью введения в рассмотрение концентраций магнитных фаз. Описаны результаты исследований магнитосопротивления монокристалла FeGe₂, полученные при различных направлениях магнитного поля, и проведено сравнение экспериментальных полевых зависимостей магнитосопротивления с теоретическими кривыми. В п. 1.9 сформулированы основные выводы к главе 1.

1.1 Кривые намагничивания антиферромагнетиков

Теоретическое исследование процессов намагничивания в различных антиферромагнетиках проводились по двум основным направлениям. В первом направлении на основе феноменологического подхода изучались кривые намагничивания одноосных магнитооднородных антиферромагнетиков без учета доменной структуры. Во втором – на основе феноменологического, а также микроскопического рассмотрения, изучалось распределение намагниченности в антиферромагнетиках с доменной структурой. При этом анализировалось влияние магнитного поля и упругих напряжений на распределение намагниченности в антиферромагнетиках с различной магнитной и кристаллической симметрией.

Результаты исследований кривых намагничивания одноосных антиферромагнетиков без учета доменной структуры представлены в большом количестве работ и монографий, среди которых можно указать, например, монографии Боровика-Романова [7, 8], Турова [9, 10], Вонсовского [11] и другие. В этих работах, в частности, введены определения, понятия и параметры, используемые для описания зависимости намагниченности от напряженности магнитного поля **I**(**H**). Ниже приведена информация по данным вопросам в минимально необходимом для дальнейшего рассмотрения объеме.

Рассмотрим двухподрешеточный антиферромагнетик с намагниченностями магнитных подрешеток I_1 и I_2 . Введем два векторных параметров порядка: $I = I_1 + I_2$ и $L = I_1 - I_2$. Вектор I характеризует суммарную намагниченность магнитных подрешеток и в отсутствие магнитного поля для антиферромагнетика равен нулю. Вектор L является вектором антиферромагнетизма. Его направление определяет ось антиферромагнетизма, а в нулевом магнитном поле при T = 0, его модуль равен удвоенной величине намагниченности каждой из подрешеток: $L_0 = 2I_0$. В ненулевом магнитном поле у антиферромагнетика появится результирующий магнитный момент. На рисунке 1.1 изображены простейшие случаи взаимного расположения векторов намагниченности подрешеток и вектора H. В случае (а) при приложении магнитного поля вдоль вектора L изменяются модули векторов I_1 и I_2 , что характеризует парапроцесс. Намагниченность в этом случае характеризуется параллельной по отношению к H восприимчивостью χ_{\parallel} . В случае (б) в магнитном поле происходит изменение угла между намагниченностями подрешеток – процесс сгиба векторов намагниченностей подрешеток. Намагниченность в этом случае характеризуется перпендикулярной восприимчивостью χ_{\perp} .



Рисунок 1.1. Процессы намагничивания антиферромагнетиков: а) парапроцесс; б) сгиб векторов намагниченностей магнитных подрешеток относительно друг друга.

Простые качественные соображения показывают [7, 8], что должно существовать два критических поля, при которых изменяется магнитная структура антиферромагнетика В процессе намагничивания. При приложении магнитного поля вдоль оси антиферромагнетизма в некотором поле H_0 разность магнитных энергий при параллельной и перпендикулярной взаимной ориентации внешнего поля и направления спонтанных намагниченностей подрешеток $-(\chi_{\perp}-\chi_{\parallel})H_0^2$ будет равной энергии анизотропии. Очевидно, что при $H > H_0$ намагниченность подрешеток будет всегда устанавливаться перпендикулярно приложенному полю (при $\chi_{\perp} > \chi_{\parallel}$). Поэтому в поле H_0 будет происходить опрокидывание магнитных подрешеток, которое было предсказано Неелем и впервые наблюдалось при изучении магнитной восприимчивости антиферромагнитного соединения CuCl·2H₂O. Второе критическое поле $H_{\kappa p}$ – это поле, в котором магнитная энергия становится равной межподрешеточной обменной энергии. Поле $H_{\kappa p}$ обычно имеет величину $(10^6 - 10^7)$ Э.

На рисунке 1.2 для одноосного антиферромагнетика изображена зависимость намагниченности от напряженности магнитного поля, приложенного вдоль оси ферромагнетизма. Из рисунка видно, что в поле H_0 , в котором происходит опрокидывание магнитных подрешеток, резко изменяется величина намагниченности. Пунктиром показана область метастабильных состояний, которая может существовать для антиферромагнетиков вблизи поля опрокидывания и приводить к наличию гистерезиса в узкой области магнитных полей ΔH при перемагничивании.



Рисунок 1.2. Схематичная зависимость намагниченности одноосного антиферромагнетика от напряженности магнитного поля, приложенного вдоль оси антиферромагнетизма; В_S – функция Бриллюэна.

Кривая намагничивания, представленная на рисунке 1.2, относится к магнитооднородным (однодоменным) антиферромагнетикам. Однако, как было указано во введении, антиферромагнетики разбиваются на домены, разделенные границами. При действии внешнего магнитного поля эти границы могут смещаться обратимым или необратимым образом. Следовательно, в антиферромагнетиках при намагничивании должны существовать изменения восприимчивости и явление гистерезиса, связанные с обратимыми и необратимыми смещениями междоменных границ.

Разработке теории доменной структуры в антиферромагнетиках положили начало работы Фарзтдинова [12-15], Мицека [16], Барьяхтара [17]. Подробный обзор результатов исследований доменной структуры антиферромагнетиков и влияния на нее магнитного поля и упругих напряжений представлен в монографии Фарзтдинова [18]. В этой работе приведена классификация возможных типов доменных границ В различных антиферромагнетиках и проанализированы условия существования доменных границ и их устойчивость. На основе теории доменной структуры рассмотрены задачи нахождения распределения намагниченности в многодоменных антиферромагнетиках с различной кристаллической симметрией. При этом рассматривались, как правило, модели с плоскопараллельной доменной структурой. В частности, для одноосных антиферромагнетиков с доменами, разделенными 180 – градусными границами, проанализировано влияние внешнего магнитного поля на распределение намагниченности. Оказалось, что при $H < H_0$ (H_0 – поле опрокидывания магнитных подрешеток) при различных направлениях магнитного поля относительно векторов антиферромагнетизма могут подмагничиваться либо домены, либо границы между доменами. При этом отношения объемов, занимаемых доменами с антипараллельными векторами L, не будут изменяться в процессе намагничивания. В некоторых случаях могут изменяться лишь толщины границ, разделяющих 180 – градусные домены [18]. В опрокидывания подрешеток магнитных полях выше магнитных векторы антиферромагнетизма будут располагаться перпендикулярно приложенному полю. В этом случае 180 – градусные домены также сохраняются, и не меняется соотношение объемов, занимаемых различными доменами. Таким образом, при намагничивании одноосных антиферромагнетиков со 180 – градусной доменной структурой процессы смещения междоменных границ не происходят. Что касается многоосных антиферромагнетиков, то Фарзтдинов в [18] лишь указывает на возможность изменения в магнитном поле соотношения объемов доменов, разделенных 60 – или 120 – градусными границами, однако процессы смещения доменных границ и их влияние на кривые намагничивания антиферромагнетиков в широком интервале магнитных полей Фарзтдиновым в [18] не рассматривалось.

Следует отметить ряд работ, в которых ранее изучались кривые намагничивания антиферромагнетиков с учетом процессов смещения доменных границ. В работах Мицека [19], Шапира [20, 21], Барьяхтара [22] было высказано предположение о возможности возникновения переходной антиферромагнитной структуры в области фазового перехода первого рода опрокидывания подрешеток. В этих работах предложен механизм протекания фазового перехода в области метастабильных состояний (изображенной пунктирными линиями на рисунке 1.2 вблизи поля опрокидывания подрешеток): образование новой, энергетически более выгодной фазы с $\mathbf{L} \perp \mathbf{H}$ и разрастание этой фазы под действием магнитного поля во всем объеме образца за счет процессов смещения 90 градусных границ. Мицеком и сотрудниками [19, 23] был предложен также механизм зародышеобразования неколлинеарной фазы – расщепление 180 – градусной доменной границы на две 90 – градусные. На рисунке 1.3 представлена схема образования зародыша неколлинеарной фазы. На рисунке 1.4 приведена теоретическая кривая намагничивания антиферромагнетика с 180 – градусной плоскопараллельной доменной структурой [23] при различных модельных параметрах. Видно, что в области полей, где происходят процессы смещения 90 – градусных границ вблизи фазового перехода, происходит плавное изменение намагниченности.

Промежуточное состояние в антиферромагнетиках исследовались не только в одноосных антиферромагнетиках, но и в других классах: орторомбических антиферромагнетиках в области опрокидывания подрешеток [21, 17], в метамагнетиках в области метамагнитного перехода и в области перехода Морина в гематите. В этих

работах процессы смещения доменных границ также рассматривались как механизм протекания фазовых переходов, поэтому эти процессы сказываются на кривых намагничивания лишь в узком интервале магнитных полей вблизи поля опрокидывания магнитных подрешеток. Вдали же от фазового перехода, согласно Фарзтдинову [18], в антиферромагнетиках не могут существовать 90 – градусные границы, поэтому и процессы смещения таких границ в магнитном поле им не рассматривались.

Следует отметить, что упомянутые выше теоретические работы по исследованию процессов намагничивания в антиферромагнетиках с доменной структурой носят модельный характер. В них рассматриваются идеальные доменные структуры, состоящие, например, из плоскопараллельных доменов, разделенных 90° и 180° границами. Изучение таких моделей дает сложные теоретические зависимости намагниченности от напряженности магнитного поля, включающие в себя подбор параметров, определяющих конкретную доменную структуру: ширину домена, период доменной структуры, соотношение объемов различных магнитных фаз, величины констант анизотропии второго и четвертого порядка и др. Определение этих параметров для конкретного антиферромагнетика представляет собой отдельную задачу, включающую использование различных экспериментальных методик. К тому же в реальных антиферромагнетиках всегда имеются различные дефекты структуры, делающие доменную структуру более сложной, чем рассматриваемые в теории модели. Эти обстоятельства затрудняют сравнение полученных теоретических выражений с экспериментально обнаруженными закономерностями. Поэтому для описания реальных антиферромагнетиков, в которых могут протекать процессы смещения доменных границ, более простым и эффективным может оказаться подход, развитый Гейзенбергом, Акуловым, Кондорским и другими.



Рисунок 1.3. Схема образования зародыша неколлинеарной фазы из 180 – градусной доменной границы, согласно [15]. Стрелки указывают направление векторов антиферромагнетизма.



Рисунок 1.4. Кривые намагничивания одноосных антиферромагнетиков при учете процессов смещения 90 – градусных доменных границ вблизи поля опрокидывания магнитных подрешеток, согласно [22]; случаи а) и б) приведены для различных значений констант кристаллографической магнитной анизотропии второго и четвертого порядка.

Данный подход использует понятие концентрации магнитных фаз и применяется для описания различных обратимых и необратимых магнитных свойств ферромагнетиков. Ниже остановимся на основных положениях теории обратимых процессов смещения доменных границ.

1.2 Теория обратимых процессов смещения доменных границ ферромагнетиков

Теория строится на таких общих понятиях, как концентрация магнитных фаз, энергия доменов в поле внешних сил, поверхностная энергия доменной границы и т.д. [11]. Общие положения теории обратимых процессов смещения границ, сформулированные для ферромагнетиков, остаются справедливыми также и для описания аналогичных процессов в антиферромагнетиках. В связи с этим ниже приводятся основные положения этой теории, которые будут использованы при рассмотрении магнитных свойств антиферромагнетиков.

Каждому равновесному магнитному состоянию ферромагнетика соответствует определенное распределение доменов, в каждом из которых направление спонтанной намагниченности совпадает при H = 0 с одним из направлений легкого намагничивания. Если в ферромагнетике имеется Z осей легкого намагничивания, то в нем можно выделить 2Z магнитных фаз, каждая из которых характеризуется единственным направлением спонтанной намагниченности. Каждая магнитная фаза занимает некоторый

объем, для характеристики которого вводят понятие концентрации магнитных фаз (n_i) - относительного объема, занимаемого данной фазой. Сумма объемов, занимаемых всеми магнитными фазами, равна полному объему образца, поэтому можно записать $\sum_{i=1}^{2Z} n_i = 1$. Магнитное состояние ферромагнетика определяется заданием значений концентраций всех магнитных фаз n_i . Во внешнем магнитном поле будет такое распределение магнитных фаз, которое соответствует минимуму свободной энергии ферромагнетика. Из последнего следует, что в процессе намагничивания домены энергетически более выгодной фазы будут разрастаться, поглощая домены энергетически менее выгодных фаз. Таким образом, при изменении внешнего магнитного поля будут изменяться концентрации магнитных фаз. Для описания процесса намагничивания ферромагнетика необходимо определить зависимости концентраций магнитных фаз от величины и направления магнитного поля.

Расположение границ между доменами различных фаз определяется из условий минимума суммы поверхностной энергии границ, объемной магнитоупругой энергии доменов и энергии внутренних магнитных полей рассеяния. Если принять, что в равновесном состоянии внутренние поля рассеяния малы, то 180 – градусные границы будут располагаться в местах кристалла с минимумами граничной энергии, а 90 – градусные границы – в местах, где упругие напряжения меняют знак.

При наличии внешних сил положение границы площадью S_{ik} , разделяющей соседней фазы *i* и *k*, определяются из условия равновесия между внешними и внутренними силами. Смещение границы между этими фазами может произойти в том случае, если по разные стороны от границы плотность свободной энергии F_{ex} этих сил будет различна. Если на участке dS_{ik} граничной поверхности S_{ik} действует внешнее давление $F_{ik} = (F_{ex})_k - (F_{ex})_i$, то участок сместится на расстояние δv_{ik} . Полная работа этого давления по всей границе S_{ik} равна:

$$\int_{S_{ik}} \left[\left(F_{ex} \right)_i - \left(F_{ex} \right)_k \right] \delta \nu_{ik} dS_{ik} .$$
(1.1)

Работа внешних сил должна покрывать возрастание объемной внутренней свободной энергии F_{in} , связанной с силами магнитоупругой анизотропии, которое равно:

$$\int_{S_{ik}} \left[\left(F_{in} \right)_i - \left(F_{in} \right)_k \right] \delta v_{ik} dS_{ik} .$$
(1.2)

Кроме того, часть работы (1.1) идет на компенсацию изменений поверхностной энергии, определяемых выражением:

$$\delta \int_{S_{ik}} \gamma_{ik} dS_{ik} , \qquad (1.3)$$

где γ_{ik} - плотность граничной энергии.

В общем случае при смещении доменных границ изменение интеграла (1.3) может происходить в силу следующих трех причин:

1) Благодаря локальным изменениям плотности граничной энергии γ_{ik} , вызванных тем, что граничный слой сместится в новые участки кристалла, где могут быть иные значения внутренних напряжений, константы анизотропии, интеграла обмена и т.п., от которых зависит γ_{ik} . Эта часть изменения имеет вид

$$\int_{S_{ik}} \frac{\partial \gamma}{\partial \nu_{ik}} \delta \nu_{ik} dS_{ik} .$$
(1.4)

2) Благодаря изменениям площади поверхности S_{ik}, вызванным изменением ее кривизны при смещении:

$$\int_{S_{ik}} \gamma_{ik} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)_{ik} \delta \nu_{ik} dS_{ik} , \qquad (1.5)$$

где R_1 и R_2 - главные радиусы кривизны в данной точке поверхности S_{ik} ;

3) Благодаря изменению величины площади поверхности S_{ik} , вызванному деформацией ограничивающего ее контура Γ_{ik} из-за наличия, например, немагнитных включений:

$$\oint_{\Gamma_{ik}} (\gamma_{ik})_{\Gamma_{ik}} \left(\delta \nu_{ik} \right)_{\Gamma_{ik}} d\Gamma_{ik}$$
(1.6)

Полное изменение свободной энергии при виртуальных смещениях всех границ между различными магнитными фазами, в силу (1.1) – (1.6), равно

$$\delta F = \sum_{i < k} \left[\int_{S_{ik}} \left\{ \left(F_{ex} \right)_i - \left(F_{ex} \right)_k + \left(F_{in} \right)_i - \left(F_{in} \right)_k + \frac{\partial \gamma}{\partial \nu_{ik}} + \gamma_{ik} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)_{ik} \right\} \delta \nu_{ik} dS_{ik} + \oint_{\Gamma_{ik}} \left(\gamma_{ik} \right)_{\Gamma_{ik}} \left(\delta \nu_{ik} \right)_{\Gamma_{ik}} d\Gamma_{ik} d\Gamma_{i$$

Из условия равновесия внешних и внутренних сил $\delta F = 0$ находится связь между величиной смещения δv_{ik} и изменением внешнего поля:

$$\delta \boldsymbol{\nu}_{ik} = C_{ik} \delta [(F_{ex})_i - (F_{ex})_k], \qquad (1.8)$$

где

$$\frac{1}{C_{ik}} = \frac{\partial}{\partial v_{ik}} \left[\left(F_{in} \right)_i - \left(F_{in} \right)_k + \frac{\partial \gamma}{\partial v_{ik}} + \gamma_{ik} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)_{ik} \right] + \gamma_{ik} \frac{\partial^2 \ln S_{ik}}{\partial v_{ik}^2} .$$
(1.9)

Полное изменение *n_i* концентрации *i*-ой магнитной фазы при смещениях доменных границ за счет изменения концентраций соседних магнитных фаз равно:

$$\delta n_i = \sum_{i < k} \int_{S_{ik}} C_{ik} \delta \left[\left(F_{ex} \right)_i - \left(F_{ex} \right)_k \right] dS_{ik} .$$
(1.10)

Введем вместо истинных значений C_{ik} средние значения \overline{C}_{ik} , взятые по все поверхности S_{ik} соответствующих фаз. В этом случае выражение (1.10) можно представить в виде:

$$\delta n_i = \sum_{i < k} \overline{C}_{ik} \delta \left[\left(F_{ex} \right)_i - \left(F_{ex} \right)_k \right] dS_{ik} .$$
(1.11)

Если в материале нет тенденций к группировке доменов каких-то определенных пар магнитных фаз i и k, то, согласно Кондорскому [24], можно предположить, что все S_{ik} пропорциональны соответствующим концентрациям фаз n_k . Кроме того, они пропорциональны концентрации рассматриваемой фазы n_i . Таким образом,

$$S_{ik} = \mathcal{E}_{ik} n_i n_k \,. \tag{1.12}$$

Теперь выражение (1.11) с учетом (1.12) перепишется в виде:

$$\delta n_i = \sum_{i < k} A_{ik} n_i n_k \delta \left[\left(F_{ex} \right)_i - \left(F_{ex} \right)_k \right] dS_{ik} , \qquad (1.13)$$

где $A_{ik} = C_{ik} \varepsilon_{ik}$.

Используя последнее выражение (1.13) для случая, когда все магнитные фазы n_k , отличные от n_i , эквивалентны между собой, Браун показал, что концентрация n_i является однозначной функцией энергии данной фазы в магнитном поле и определяется выражением:

$$n_{i} = \frac{\exp\{-A[(F_{ex})_{i} - C_{i}]\}}{\sum_{k} \exp\{-A[(F_{ex})_{k} - C_{k}]\}},$$
(1.14)

где $C_{i,k}$ - постоянные интегрирования, определяемые исходным распределением (при H = 0) магнитных фаз. Для образца с обратимым изменением намагниченности, в котором нет магнитной текстуры, при отсутствии внешнего поля ($F_{ex} = 0$) все n_i равны между собой. В этом случае все $C_{i,k} = 0$. Для образцов с необратимым намагничиванием выражение (1.14) также описывает обратимые процессы. Однако $C_k = 0$ лишь для

начального обратимого изменения от размагниченного состояния. При изменении от какого-нибудь другого состояния C_k имеют другие значения, определяемые начальным распределением n_i в этом состоянии. Необратимые процессы переводят образец от одного ряда C_k к другому.

Следует отметить, что подобное (1.14) выражение для зависимости концентрации магнитных фаз (без констант C_i) от величины внешних сил было получено из статистической теории Гайзенбером и Акуловым. Оно представляет собой наиболее вероятное распределение для концентрации магнитной фазы n_i при условиях постоянства объема и свободной энергии ферромагнетика относительно внешних сил.

Если смещение доменных границ в ферромагнетике вызвано внешним магнитным полем, то можно записать

$$\delta[(F_{ex})_k - (F_{ex})_i] = I_S(h_i - h_k) \delta \mathcal{H}, \qquad (1.15)$$

где I_s - спонтанная намагниченность ферромагнетика, $h_{i,k}$ - косинусы углов между векторами I_s в фазах i,k и направлением изменения поля δH . Рассмотрим случаи, когда изменение намагниченности ферромагнетика определяется процессами смещения доменных границ, и когда процессами вращения можно пренебречь (слабые поля для магнитных ферромагнетиков). В этом случае изменение слагающей результирующей намагниченности вдоль поля δH аддитивно складывается из изменений намагниченности для каждой пары магнитных фаз i и k (единицы объема) при изменении магнитного поля на величину δH :

$$\delta I_{ik} = I_S (h_i - h_k) \delta V_{ik} \tag{1.16}$$

Подставляя в (1.16) выражение для δv_{ik} (1.8) и, учитывая (1.13), (1.14) и (1.15), получим выражение, описывающее изменение обратимой восприимчивости с полем [37]:

$$\chi^{\text{obp}} = \frac{\partial I}{\partial H} = I_S^2 \sum_{i < k} \overline{C}_{ik} \varepsilon_{ik} n_i n_k (h_k - h_i)^2 , \qquad (1.17)$$

где полевая зависимость χ^{obp} определяется полевой зависимостью концентраций магнитных фаз $n_{i,k}(H)$ согласно (1.14). Коэффициенты \overline{C}_{ik} и ε_{ik} могут зависеть от структуры материала и от способа получения исходного магнитного состояния. Для их определения или оценки величины для конкретных исследуемых ферромагнетиков обычно используются дополнительные модельные предположения, справедливость которых проверяется сравнением экспериментальных и теоретических полевых зависимостей обратимой восприимчивости.

1.3 Кривые намагничивания и обратимая восприимчивость антиферромагнетиков с двумя осями антиферромагнетизма. Теория.

В п. 1.1 отмечалось, что в одноосных антиферромагнетиках могут существовать домены, разделенные 180⁰-ми границами. Во внешнем магнитном поле такие домены энергетически эквивалентны, поэтому изменение магнитного поля не приводит к смещению доменных границ и процессы намагничивания в многодоменном одноосном антиферромагнетике протекают таким образом, как если бы этот антиферромагнетик был Для многоосных антиферромагнетиков наличие нескольких осей однодоменным. антиферромагнетизма приводит к ряду существенных отличий. Во-первых, в них могут доменов co 180⁰-м упорядочением существовать как соседства векторов антиферромагнетизма, так и соседства с неколлинеарным (60⁰, 90⁰, и др.) упорядочением векторов антиферромагнетизма. Во-вторых, при неколлинеарном расположении векторов антиферромагнетизма внешнее магнитное поле можно направить таким образом, чтобы домены были энергетически неэквивалентными. В этом случае магнитное поле будет оказывать давление на доменные границы и вызывать их смещение. Энергетически более выгодные домены при увеличении магнитного поля будут увеличиваться в объёме и поглощать энергетически менее выгодные домены, подобно тому, как это происходит в многодоменных ферромагнетиках. В-третьих, процессы смещения доменных границ могут быть как обратимые, так и необратимые. Наличие необратимых процессов смещения доменных границ должно обуславливать появление магнитного гистерезиса и существование различных ветвей на кривой намагничивания: а) исходной или «девственной» кривой намагничивания, б) нисходящей ветви петли гистерезиса, и в) восходящей ветви петли гистерезиса. В-четвертых, по аналогии с ферромагнетиками, можно ожидать, что характерные магнитные поля, в которых могут протекать процессы смещения доменных границ, будут значительно меньше полей, необходимых для внутридоменных процессов вращения векторов антферромагнетизма, а также полей опрокидывания магнитных подрешеток в одноосных антиферромагнетиках. В-пятых, процессы намагничивания многоосных антиферромагнетиках могут качественно отличаться от подобных процессов в ферромагнетиках. А именно, в них возможна «анизотропия процессов намагничивания», когда при одном направлении магнитного поля будут протекать обратимые и необратимые процессы смещения доменных границ, а при другом направлении поля – только обратимые процессы вращения. Ниже проведено теоретическое рассмотрение процессов намагничивания в указанном типе антиферромагнетиков, представленное в оригинальных работах [26–28].

Рассмотрим антиферромагнетик тетрагональной симметрии. Исследуем случай магнитооднородного (однодоменного) распределения векторов I₁ и I₂ намагниченности подрешеток, a следовательно, векторов антиферромагнетизма $\mathbf{L} = \mathbf{I}_1 - \mathbf{I}_2$ И результирующей намагниченности $I = I_1 + I_2$. Как будет показано ниже, зависимости, полученные при этом рассмотрении, окажутся справедливыми для монокристаллов реальных многодоменных антиферромагнетиков при намагничивании их в симметричном по отношению к осям антиферромагнетизма направлениях. При H = 0 по определению $\mathbf{L} = \mathbf{L}^0$. Ориентация вектора \mathbf{L}^0 определяется из минимума энергии I = 0И кристаллографической магнитной анизотропии:

$$F_{A} = \frac{1}{2}K_{2}\cos^{2}\theta + \frac{1}{4}K_{4}^{'}\cos^{4}\theta + \frac{1}{4}K_{4}^{''}\sin^{4}\theta \cdot \cos 4\varphi , \qquad (1.18)$$

где θ и ϕ азимутальный и полярный углы для вектора \mathbf{L}^0 в системе координат, в которой ось Z направлена вдоль оси [001], а ось X – параллельна оси [100]; K_2 , K_4 , $K_4^{"}$ - константы кристаллографической магнитной анизотропии. Здесь не учитывается магнитоупругая анизотропия.

Рассмотрим случай, когда вектор L^0 лежит в базисной плоскости (001). Равновесные направления вектора антиферромагнетизма L^0 в базисной плоскости определяются из условия $\partial F / \partial \varphi = 0$. При этом получим решения двух типов:

$$\varphi_1 = \kappa \cdot 90^0, \kappa = 0, 1, 2, 3, \dots, \text{ при } K_4^" < 0$$
 (1.19)

$$\varphi_2 = 45^0 + \kappa \cdot 90^0$$
, $\kappa = 0, 1, 2 \dots$, при $K_4^" > 0$ (1.20)

Первое решение соответствует случаю, когда вектор L^0 направлен вдоль оси [100], а второе решение – L⁰ || [110]. Эти направления ([100] и [110]) являются осями антиферромагнетизма. Таким образом, в обоих случаях в базисной плоскости имеются четыре энергетически эквивалентных направления вектора L^0 (рисунок 1.5). Наличие вырождения по направлению показывает, такого что В общем случае В антиферромагнетике рассматриваемой симметрии могут существовать домены, разделенные как 180⁰, так и 90⁰ доменными границами.



Рисунок 1.5. Возможные направления векторов \mathbf{L}_{i}^{0} в базисной плоскости при различных знаках константы магнитной анизотропии $K_{4}^{"}$.

Учтем наличие доменной структуры в реальном антиферромагнетике и исследуем его поведение во внешнем магнитном поле.

Под действием внешнего магнитного поля в *i*-ом домене возникает намагниченность **I**_i. Плотность энергии *i*- ого домена в магнитном поле **H** записывается в виде:

$$(F_{H})_{i} = -\mathbf{I}_{i} \cdot \mathbf{H}, \quad \mathbf{I}_{i} = \chi_{i} \cdot \mathbf{H}$$
$$\chi_{i} = \chi_{\parallel} \cdot \cos^{2} \psi_{i} + \chi_{\perp} \cdot \sin^{2} \psi_{i}, \qquad (1.21)$$

где ψ_i – угол между \mathbf{L}_i^0 и **H**, χ_{\parallel} и χ_{\perp} - параллельная и перпендикулярная по отношению к **H** восприимчивости.

Из выражений (1.21) следует, что изменение угла между \mathbf{L}^0 и **H** на 180⁰ не меняет энергию антиферромагнетика. Таким образом, если в антиферромагнетике имеются домены, разделенные 180⁰ границами, то в магнитном поле плотности энергии таких доменов будут равны между собой, а на доменную границу не будет оказываться никакого давления, вызывающего ее смещения. Многодоменный антиферромагнетик в этом случае будет вести себя в магнитном поле таким образом, как если бы он был однодоменным. Другая ситуация будет при 90⁰ соседствах доменов. Выражения (1.21) показывают, что энергии таких доменов могут быть как равными, при направлении магнитного поля в направлении, симметричном относительно векторов \mathbf{L}_i^0 ($\psi = 45^0 + \kappa \cdot 90^0$, $\kappa = 0, 1, 2 \dots$), так и различными – при других направлениях магнитного поля. Следовательно, в случае наличия в реальном антиферромагнетике 90⁰ доменов магнитное поле можно направить таким образом, что плотности энергии доменов (F_H), будут равными, и доменные границы смещаться не будут. При других направлениях магнитного поля плотности

энергии таких доменов будут отличаться друг от друга, что может приводить к смещению доменных границ. Из выражений (1.21) также следует, что плотность энергии рассматриваемого антиферромагнетика не меняется при изменении угла ψ_i на 180⁰, поэтому из четырех возможных вариантов равновесных (при H = 0) направлений векторов \mathbf{L}_i^0 для дальнейшего описания кривых намагничивания достаточно рассматривать только две энергетически неэквивалентных перпендикулярных конфигурации векторов \mathbf{L}_1^0 и \mathbf{L}_2^0 :



Рисунок 1.6. Минимальный набор из двух качественно отличных конфигураций векторов \mathbf{L}_1^0 и \mathbf{L}_2^0 в антиферромагнитных доменах для каждого знака $K_4^{"}$.

Для описания кривых намагничивания рассматриваемых антиферромагнетиков с двумя перпендикулярными осями антиферромагнетизма в базисной плоскости удобно ввести в рассмотрение концентрации магнитных фаз n_1 и n_2 , под которыми понимаются относительные объемы, занимаемые доменами с L_1^0 и L_2^0 , соответственно. Результирующую намагниченность многодоменного антиферромагнетика можно выразить как сумму намагниченностей от каждого из двух типов доменов [27]:

$$\mathbf{I} = n_1(H) \cdot \mathbf{I}_1 + n_2(H) \cdot \mathbf{I}_2 \tag{1.22}$$

Полевая зависимость намагниченностей I_1 и I_2 определяется на основе термодинамики равновесных систем путем минимизации плотности свободной энергии. Полевые зависимости концентраций магнитных фаз $n_1(H)$ и $n_2(H)$ определяются путем минимизации полной свободной энергии.

Для нахождения функций $n_1(H)$ и $n_2(H)$ используем модель, разработанную для описания кривых намагничивания в ферромагнетиках с учетом процессов смещения доменных границ, вызванных внешним магнитным полем. Основные положения теории изложены в п. 1.2. Данный подход может быть применен и для многодоменных многоосных антиферромагнетиков.

Для рассматриваемого типа антиферромагнетиков с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости имеется две магнитные фазы. Во внешнем магнитном поле свободная энергия $(F_{ex})_i = (F_H)_i$ определяется выражением (1.21). Принимая во внимание (1.12) и (1.14), получим выражения для зависимости концентрации каждой из двух фаз от напряженности магнитного поля [26]:

$$n_{1} = \frac{1}{1 + \exp\left[\left(\frac{H}{H^{*}}\right)^{2} - a\right]}, \quad n_{2} = 1 - n_{1}, \quad (1.23)$$
$$(H^{*})^{2} = \frac{n_{1}^{0} n_{2}^{0}}{\overline{C}_{12} S_{12}^{0} (\chi_{2} - \chi_{1})}. \quad (1.24)$$

В (1.23) учтено, что сумма концентраций двух магнитных фаз равна единице, а коэффициент пропорциональности \mathcal{E}_{12} в (1.12) выражен через начальное (при H = 0) значение площади междоменных границ S_{12}^0 и начальные концентрации магнитных фаз n_1^0 и n_2^0 , т.е. $\varepsilon_{12} = S^0 / n_1^0 n_2^0$. В общем случае величина $(\overline{C}_{12})^{-1}$ в (1.24) для многодоменного антиферромагнетика, также как и для многодоменного ферромагнетика, может определяться различными типами неоднородностей, согласно (1.9). При этом можно предположить, что неоднородности свободной энергии многодоменного антиферромагнетика, связанные с изменением радиуса кривизны границы или изменением площади границы (предпоследнее и последнее слагаемые в (1.9)) будут играть менее значимую роль в сравнении с таковой в ферромагнетике, однако такого рода предположения на данном этапе рассмотрения не влияют на вид полевой зависимости обратимой восприимчивости, так как поле H^* в (1.23) выступает в качестве параметра, определяемого из эксперимента. Величина «а» в (1.23) является «константой» интегрирования, не зависящей от магнитного поля. Однако, как будет показано ниже, данная величина определяется начальной восприимчивостью, которая в реальном антиферромагнетике может зависеть от величины магнитного поля. Ниже также будет предложен экспериментальный метод определения данной зависимости.

Рассмотрим процессы намагничивания антиферромагнетика тетрагональной симметрии в магнитном поле **H**, лежащем в базисной плоскости. Ограничимся двумя предельными случаями, которые легко могут быть реализованы в эксперименте.

В первом случае **Н** направлено вдоль направления, симметричного относительно осей антиферромагнетизма («симметричное» намагничивание). Как будет ниже показано,

наличие доменной структуры в этом случае не проявляется и многоосный антиферромагнетик ведет себя в магнитном поле как одноосный антиферромагнетик.

Во втором случае **Н** направлено вдоль одной из осей антиферромагнетизма («продольное» намагничивание). Наличие доменной структуры в этом случае проявляется наиболее явном виде. Смещение доменных границ приводит к качественным отличиям в процессах намагничивания многоосных антиферромагнетиков в сравнении с одноосными.

а) «Симметричное» намагничивание.



Рисунок 1.7. Взаимная ориентация вектора магнитного поля **H** и вектора антиферромагнетизма \mathbf{L}_i относительно кристаллографической оси [100] в магнитной фазе сорта *i*(a); равновесное расположение векторов \mathbf{L}_i относительно оси [100] при $K_4^{"} > 0$ (б) и $K_4^{"} < 0$ (в).

Пусть β – угол между вектором **H** и осью [100] (рисунок 1.7(а)). Тогда $\psi_i = \varphi_i - \beta$. Ориентация осей антиферромагнетизма \mathbf{L}_i^0 задается выражениями:

$$\varphi_1 = 45^\circ + k \cdot 180^\circ$$

 $\varphi_2 = -45^\circ + k \cdot 180^\circ$ для $K_4^" > 0$ (рисунок 1.7 (б)),

или

$$\left. \begin{array}{l} \varphi_{1} = 0^{0} + k \cdot 180^{0} \\ \varphi_{2} = 90^{0} + k \cdot 180^{0} \end{array} \right\}$$
для $K_{4}^{"} < 0$ (рисунок 1.7 (в))

«Симметричное» намагничивание имеет место в случае, когда магнитное поле **H** направлено вдоль оси [100] ($\beta = 0$), в первом случае, и **H** направлено вдоль оси [110] ($\beta = 45^{\circ}$), во втором случае. В обоих случаях из условия $\frac{\partial [(F_A)_i + (F_H)_i]}{\partial \varphi_i} = 0$ получим:

$$\cos^2 \varphi_1 = \cos^2 \varphi_2 = \frac{1}{2} \left[1 - \left(\frac{H}{H_0} \right)^2 \right],$$
 при $H \le H_0,$
 $\varphi_1 = \varphi_2 = 90^0;270^0$ при $H \ge H_0.$

Принимая во внимание (1.21), для I_1 и I_2 получим:

$$I_{1} = I_{2} = \begin{cases} \frac{1}{2} \left[\chi_{\perp} + \chi_{\parallel} + (\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}) \left(\frac{H}{H_{0}} \right)^{2} \right] H, & H \le H_{0}, \\ \chi_{\perp} H, & H \ge H_{0}, \end{cases}$$
(1.25)

где

$$H_0^2 = \frac{2K_4}{\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}} .$$
 (1.26)

Из (1.25) получим выражения для дифференциальной магнитной восприимчивости:

$$\chi = \begin{cases} \frac{1}{2} \left[\chi_{\perp} + \chi_{\parallel} + 3(\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}) \left(\frac{H}{H_0} \right)^2 \right], & H \le H_0 \\ \chi_{\perp} & H \ge H_0 \end{cases}$$
(1.27)

Из равенства величин намагниченности двух фаз (1.25) следует, что концентрации этих фаз не изменяются в магнитном поле, т.е. $n_i = n_i^0$, причем $n_1^0 + n_2^0 = 1$, где n_1^0 и $n_2^0 - 1$ H = 0. Следовательно, концентрации магнитных фаз при «симметричное» намагничивание происходит только за счет внутридоменных обратимых процессов. При $H \leq H_0$ намагниченность определяется парапроцессом, т.е. изменением модулей векторов намагниченности подрешеток, характеризуемым восприимчивостью χ_{\parallel} , сгибом векторов намагниченности подрешеток относительно друг друга, характеризуемым (χ_{\perp}) и вращением вектора антиферромагнетизма \mathbf{L} , определяемым H_0 . В поле H_0 заканчиваются процессы вращения L, а восприимчивость χ меняется скачком, т.е. имеет место фазовый переход второго рода. Кривые I(H) и $\chi(H)$ являются безгистерезисными.

б) «Продольное» намагничивание.

Пусть $\mathbf{L}_{1}^{0} \parallel \mathbf{H}$ в фазе i = 1 (вектор магнитного поля направлен вдоль вектора антиферромагнетизма \mathbf{L}_{1}^{0} в фазе 1) и $\mathbf{L}_{2}^{0} \perp \mathbf{H}$ в фазе i = 2.

Из условия $\frac{\partial [(F_A)_i + (F_H)_i]}{\partial \varphi_i} = 0$ для фазы i = 1 получим:

$$\begin{split} \varphi_1 &= 0^0; 180^0 \qquad H \leq H_0 \; , \\ \varphi_1 &= 90^0; 270^0 \qquad H \geq H_0 \; , \end{split}$$

а для фазы i = 2:

$$\varphi_2 = 90^\circ; 270^\circ$$
 .

Следовательно, для намагниченностей I_1 и I_2 в выражении (1.22) получим:

$$I_1 = \chi_{\parallel} H, \quad H \le H_0$$
 (1.28 (a))

$$I_1 = \chi_{\perp} H, \quad H \ge H_0$$
 (1.28 (6))

$$I_2 = \chi_\perp H \tag{1.29}$$

В этом случае поле H_0 также определяется выражением (1.26) и является полем спин-флоп перехода: фазовый переход первого рода должен иметь место при $H = H_0$ в фазе i = 1. Однако, такой фазовый переход может не произойти из-за процессов смещения доменных границ, которые протекают таким образом, чтобы при увеличении магнитного поля увеличивалась концентрация магнитной фазы, обладающей меньшей свободной энергией. Например, в случае $\chi_{\perp} > \chi_{\parallel}$ энергия фазы с $\mathbf{L}_{1}^{0} \parallel \mathbf{H}$ будет выше, чем фазы с $\mathbf{L}_{2}^{0} \perp \mathbf{H} : (-\chi_{\perp} \cdot H^{2}) < (-\chi_{\parallel} \cdot H^{2})$, поэтому при увеличении напряженности магнитного поля концентрация магнитной фазы, характеризуемой восприимчивостью χ_{\parallel} , будет уменьшаться $(n_1 \to 0)$, а концентрация магнитной фазы, характеризуемой восприимчивостью χ_{\perp} , будет увеличиваться до максимального значения ($n_1 \rightarrow 1$). Если процессы смещения доменных границ будут протекать в относительно слабых магнитных полях ($H^* \ll H_0$), то спин-флоп переход в поле $H = H_0$ в фазе i = 1 не произойдет ввиду отсутствия этой фазы.

В магнитном поле в общем случае могут протекать как обратимые, так и необратимые смещения доменных границ. Следовательно, полевые зависимости концентрации магнитных фаз $n_1(H)$ и $n_2(H)$ могут отличаться для девственной кривой и для ветвей петли магнитного гистерезиса.

Найдем выражения для результирующей «обратимой намагниченности» $I^{ob}(H)$ и обратимой восприимчивости χ^{ob} , обусловленными обратимыми процессами смещения доменных границ. Для «продольного» намагничивания имеем: $n_1^0 = n_{\parallel}^0$, $n_2^0 = n_{\perp}^0$, $\chi_1 = \chi_{\parallel}$, $\chi_2 = \chi_{\perp}$. Из (1.21) – (1.23), (1.28) и (1.29) получим:

$$I^{oo}(H) = \frac{\chi_{\perp} \cdot H}{1 + \exp\left[-\left[\left(\frac{H}{H^*}\right)^2 - a\right]\right]} + \frac{\chi_{\parallel} \cdot H}{1 + \exp\left[\left(\frac{H}{H^*}\right)^2 - a\right]},$$
(1.30)

где поле H^* определяется выражением (1.24). Так как H^* не зависит от H при «продольном» намагничивании, то для дифференциальной восприимчивости $\chi^{o\delta} = \frac{\partial I^{o\delta}}{\partial H}$ получим:

$$\chi^{o\delta} = \frac{(\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}) \left(\frac{H}{H^*}\right)^2}{1 + \cosh\left[\left(\frac{H}{H^*}\right)^2 - a\right]} + \frac{\chi_{\perp}}{1 + \exp\left[-\left[\left(\frac{H}{H^*}\right)^2 - a\right]\right]} + \frac{\chi_{\parallel}}{1 + \exp\left[\left(\frac{H}{H^*}\right)^2 - a\right]} .$$
(1.31)

Величина «*a*» зависит от исходной восприимчивости $\chi^{o\delta}(0)$ при H = 0 и определяется выражением:

$$a = \ln \frac{\chi_{\perp} - \chi^{o\delta}(0)}{\chi^{o\delta}(0) - \chi_{\parallel}}$$
(1.32)

Обратимые процессы смещения доменных границ протекают наиболее интенсивно вблизи поля H^* . Дифференцированием выражения (1.37) можно получить уравнение, связывающее поле H^* с полем H^{max} , при котором обратимая восприимчивость максимальна [28]:

$$\left(\frac{H^{\max}}{H^*}\right)^2 = \frac{3}{2} \operatorname{coth}\left[\left(\frac{H^{\max}}{H^*}\right)^2 - a\right]$$
(1.33)

При выводе соотношений (3.12) полагалось, что постоянная интегрирования (a) не зависит от напряженности магнитного поля. Между тем из-за существования необратимых процессов смещения границ эта величина может зависеть от H. Поэтому выражение (1.33) справедливо лишь для случая a = const, а теоретическая зависимость (1.31) для обратимой восприимчивости может претендовать в общем случае лишь на качественное описание.

Заметим также, что при исследованиях магнитных характеристик веществ в случаях, когда происходят обратимые и необратимые смещения доменных границ под действием магнитного поля, обычно не используют понятия обратимой намагниченности, так как эту характеристику трудно выделить из общего изменения намагниченности. По этой причине выше термин «обратимая намагниченность» взят в кавычки, а формула (1.30) для $I^{o6}(H)$ была использована для получения выражения (1.31) для обратимой восприимчивости, которая измеряется экспериментально. Ниже в п. 1.5 будет проведено сравнение полученных в данном параграфе теоретических зависимостей с экспериментальными, измеренными для монокристаллов FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂.

1.4 Структура и физические свойства антиферромагнетика FeGe2

Для экспериментального изучения особенностей перемагничивания многоосных антиферромагнетиков, в которых могут протекать обратимые и необратимые процессы смещения доменных границ, необходимо провести измерения кривых намагничивания на антиферромагнетика, обладающего структурными и магнитными монокристаллах свойствами. соответствующими антиферромагнетика, типу многодоменного рассмотренному в п. 1.3. А именно, необходимо использовать антиферромагнетик, имеюший антиферромагнетизма плоскости. лве оси базисной Таким В антиферромагнетиком является, например, соединение FeGe₂. Ряд физических свойств данного антиферромагнетика хорошо изучен. Интерес исследователей к изучению FeGe2 обусловлен как наличием у него необычных физических свойств, так и возможностью выращивания больших и совершенных монокристаллов, которые могут выступать в качестве модельных объектов для проведения различных экспериментов. Из исследованных свойств FeGe₂ приведем литературные данные о структурных, магнитных, магнитоупругих и электрических свойствах данного антиферромагнетика.

Изучение кристаллической структуры показали [29, 30], что FeGe₂ обладает объемноцентрированной тетрагональной структурой с пространственной группой I4/mcm (D_{4h}^{18}) и параметрами решетки, равными: a = b = 5.908 Å и c = 4.955 Å . На рисунке 1.8 изображена элементарная ячейка FeGe₂ [30]. Видно, что слои атомов железа в плоскости (001) чередуются с параллельными им слоями атомов германия, причем атомы железа образуют цепочки в направлении [001] тетрагональной решетки.



Рисунок 1.8. Кристаллическая и магнитная структуры FeGe₂ согласно [31]. Плюсы и минусы относятся к коллинеарной магнитной структуре. Положение атомов Fe: (0, 0, 0); $(0, 0, \frac{1}{2})$; $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$; $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$. Положение атомов Ge: $(x, \frac{1}{2} + x, \frac{1}{4})$, $(\frac{1}{2} - x, x, \frac{1}{4})$, $(\overline{x}, \frac{1}{2} - x, \frac{1}{4})$, $(\frac{1}{2} + x, \frac{1}{4})$, $(\frac{1}{2} + x, \frac{1}{4})$; x = 0.158.
Согласно нейтронографическим исследованиям [30, 31, 40, 41, 42], а также другим физически методам исследований [32–39] установлено, что в FeGe₂ наблюдаются два магнитных фазовых перехода: переход первого рода при температуре $T_1 = 265$ К и переход второго рода при $T_2 = 287$ К (рис. 1.9). Эти фазовые переходы определяют три температурных области с различными магнитными структурами. Выше T_1 соединение FeGe₂ является парамагнетиком (ПМ). В промежутке между T_1 и T_2 имеется геликоидальная магнитная структура, которая представляет собой волну спиновой плотности в базисной плоскости (001) [30, 31]. Ниже температуры T_1 дигерманид железа обладает коллинеарной антиферромагнитной структурой с магнитными моментами атомов железа, лежащими в базисной плоскости (001). Магнитная ячейка относится к разряду примитивной тетрагональной.



Рисунок 1.9. Температурные области существования различного магнитного упорядочения в FeGe₂: коллинеарная антиферромагнитная структура – при $T < T_1$, геликоидальная структура – при $T_1 < T < T_2$, парамагнитная структура – при $T > T_2$.

В работе [30] авторы определили величину магнитного момента атомов Fe, которая оказалась равной 1.2 μ_B . Направления же магнитных моментов в базисной плоскости определить не удалось. В нейтронографических исследованиях Дорофеева, Меньшикова и др. [31] проведен симметрийный анализ полученных ими экспериментальных данных для FeGe₂. В частности ими было показано, что коллинеарная магнитная структура при T < 265 К может быть описана с помощью двух магнитных мод в направлениях [110] и [110] для атомов Fe в положениях (0.0.0) и (0.0.1/2), соответственно. Аналогичные результаты были получены в [43].

Симметрийный анализ магнитной структуры FeGe₂ был проведен также в работе [59], согласно которой магнитные моменты атомов Fe в плоскости (001) могут быть ориентированы либо вдоль [100], либо вдоль [110] направлений.

В каждой из перечисленных выше температурных областей были проведены многочисленные исследования различных физических свойств FeGe₂. Остановимся на магнитных и магнитоупругих свойствах дигерманида железа, в которых проявлялись

особенности, связанные с наличием доменной структуры в температурной области существования в нем коллинеарной антиферромагнитной структуры.

На возможность существования доменной структуры в FeGe₂ при температурах ниже Т₁ впервые указывалось в работе Штольц [29]. Экспериментально было обнаружено влияние доменной структуры на упругие постоянные FeGe₂ в работе Пиратинской [45]. В этой работе представлены результаты исследования влияния величины и направления магнитного поля на скорость распространения звуковых колебаний при температуре Т = 78 К в магнитных полях до 20 кЭ. В частности было обнаружено, что при циклическом изменении магнитного поля от H = 0 до H = 15кЭ, приложенном вдоль направления [110], на полевой зависимости скорости продольного ультразвука наблюдается гистерезис в области магнитных полей до 3 кЭ. В этой же области магнитных полей было обнаружено влияние термомагнитной обработки на скорость продольного ультразвука. В работе [45] приведены также результаты магнитных измерений. Было показано, что в базисной плоскости при T = 78 К наблюдается анизотропия магнитной восприимчивости, которая (анизотропия) уменьшается с увеличением магнитного поля и исчезает в поле H =13.5 кЭ. Полярные диаграммы восприимчивости показали наличие в базисной плоскости магнитной анизотропии четвертого порядка с максимальной восприимчивостью вдоль осей [110] и [110].

По электрическим свойствам соединение FeGe₂ относится к металлам. В [45] комнатной температуре электросопротивление показано. что при удельное поликристаллических образцов FeGe₂ равно $\delta = 1.75 \cdot 10^{-5}$ ом·см. С понижением температуры электросопротивление монотонно уменьшается с небольшим изгибом $\rho(T)$ вблизи температуры фазового перехода T₁. В области температур от 100 К до 200 К удельное электросопротивление изменяется примерно по линейному закону с $2 \cdot 10^{-2}$ K⁻¹. коэффициентом Относительное температурным около остаточное электросопротивление ($\delta = \rho_{293K} / \rho_{4.2K}$), которое отражает степень кристаллического совершенства монокристалла, для FeGe₂ равнялось $\delta = 34$.

Кроме данных о различных свойствах соединения FeGe₂ в литературе имеются результаты исследований соединений на основе FeGe₂, в которых часть атомов железа замещена атомами кобальта. Согласно [46], при таком замещении образуется протяженная область твердых растворов Fe_{1-x}Co_xGe₂ ($x \le 0.40$). При увеличении содержания кобальта в данных твердых растворах установлено следующее: 1) кристаллическая структура остается такой же, как у FeGe₂, но в области низких температур имеются небольшие орторомбические искажения; 2) температуры фазовых переходов сдвигаются в область

более низких температур; 3) происходит уменьшение размеров зерен кристаллитов; 4) увеличивается остаточное сопротивление.

Из перечисленных свойств системы твердых растворов следует, что замещение атомов Fe атомами Co приводит к увеличению дефектности кристаллической структуры и увеличению упругих напряжений. В пользу последнего говорит тот факт, что попытки вырастить монокристаллы с большим содержанием кобальта не увенчались успехом. Максимальная концентрация Co, при которой удалось вырастить относительно большие монокристаллы, оказалась равной x = 0.05 [46]. Для монокристалла твердого раствора Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ величина относительного остаточного сопротивления ($\delta = \rho_{293K}/\rho_{4.2K}$) оказалась почти на порядок меньше, чем было указано в [46] для монокристалла FeGe₂ без добавления кобальта.

Таким образом, на основе проведенных ранее исследований можно выделить следующие свойства соединения FeGe₂:

наличие коллинеарного антиферромагнитного порядка ниже температуры Т₁=
 265 К;

– наличие анизотропии четвертого порядка при намагничивании в базисной плоскости с максимальной восприимчивостью вдоль осей [110] и [110], что говорит о наличии двух взаимно перпендикулярных осей анизотропии в базисной плоскости (001);

– нелинейный участок на кривой намагничивания, гистерезис на полевой зависимости скорости продольного ультразвука и влияние на эту характеристику термомагнитной обработки при **H** [[110] в области полей H < 3кЭ, что указывает на возможность существования в соединении FeGe₂ доменной структуры, изменяющейся под действием внешнего магнитного поля. Кроме того, FeGe₂ является антиферромагнетиком с металлической проводимостью. Поэтому монокристаллы данного соединения могут служить модельными объектами для изучения также и гальваномагнитных свойств многоосных антиферромагнетиков, простейшим случаем которых являются антиферромагнетики антиферромагнетиков.

1.5 Обратимые процессы намагничивания в FeGe2

Для проведения измерений магнитных свойств антиферромагнетика FeGe₂ от монокристалла был вырезан образец в форме параллелепипеда размерами 4.5 x 4.5 x 6 мм. Длинная грань образца ориентирована вдоль кристаллографического направления [001], а грань квадратного основания вырезана вдоль направления [110]. Измерения кривых намагничивания монокристалла FeGe₂ в полях до 18 кЭ и температурном интервале (77–300) К были проведены на вибрационном магнитометре при направлениях магнитного поля в базисной плоскости вдоль направлений [100] и [110]. Среднее квадратичное отклонение результатов измерений не превышало 0,1 %. Заданная температура поддерживалась с точностью \pm 0,1 К.

На рисунке 1.10 приведена кривая намагничивания I(H) монокристалла FeGe₂, измеренная при T = 77 К при приложении поля вдоль направления, симметричного относительно осей антиферромагнетизма (**H** [[110]). Экспериментальные данные отмечены точками, кривая построена по формуле (1.25). Определение входящего в (1.25) параметра H_0 проводилось по методу наименьших квадратов.

На рисунке 1.11 приведена рассчитанная по формулам (1.27) кривая для дифференциальной восприимчивости, а точками отмечены значения восприимчивости, полученные дифференцированием экспериментальной кривой I(H).



Рисунок 1.10 Кривая намагничивания FeGe₂, измеренная при **H** [[100] и *T* = 77 К. Сплошная кривая – расчет на основе (1.25), ○ – эксперимент.



Рисунок 1.11. Зависимость дифференциальной $\chi^{\partial u \phi}$ восприимчивости от *H* при **H** [[100], *T* = 77 К. Сплошная кривая – расчет на основе (1.27), \circ – эксперимент.

Кривые I(H) и $\chi^{\partial u\phi}(H)$ обратимы, а именно, они получаются одинаковыми как при увеличении, так и при уменьшении поля H, а также после охлаждения в поле H с температур $T > T_2$. В поле $H = H_0$ наблюдается магнитный фазовый переход второго рода. Измерения при разных температурах показали, что более высоким температурам соответствуют менее вогнутые кривые I(H). Хорошее соответствие экспериментальных данных теоретическим кривым указывает на то, что при намагничивании вдоль направления, симметричного относительно осей антиферромагнетизма (**H** [[110]), процесс намагничивания обусловлен только внутридоменными процессами. Отсутствие гистерезиса и эффекта влияния термомагнитной обработки обусловлены тем, что при вышеуказанной ориентации поля не происходит процессов смещения границ.

Из кривой намагничивания, представленной на рисунке 1.10, можно определить материальные постоянные χ_{\perp} , χ_{\perp} и K_4 . Значение χ_{\perp} определяется по линейному участку кривой намагничивания при $H > H_0$. Из выражения (1.27) следует, что начальная восприимчивость $\chi(0)$ равна полусумме восприимчивостей χ_{\perp} и $\chi_{\perp}: \chi(0) = (\chi_{\perp} + \chi_{\parallel})/2$. Измерение начальной восприимчивости в области слабых магнитных полей и учет найденного значения χ_{\perp} дает возможность определить χ_{\parallel} . После подстановки χ_{\perp} и χ_{\parallel} в (1.25) оставшийся неизвестный параметр H_0 определяется по методу наименьших квадратов при сравнении теоретической зависимости I(H) с экспериментальными

данными на нелинейном участке кривой намагничивания. По найденной таким способом величине H_0 , с учетом (1.26), определяется константа анизотропии K_4 . Проведенные измерения I(H) при разных температурах позволили также определить температурные зависимости $H_0(T)$, $\chi_{\perp}(T)$, $\chi_{\parallel}(T)$ и $K_4(T)$, которые приведены на рисунках (1.12 – 1.14). Из полученных результатов следует, что при $T \rightarrow T_1$ разность $\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}$ не обращается в нуль, в то время как H_0 и K_4 стремятся к нулю. Можно предположить, что магнитный фазовый переход первого рода при T_1 в FeGe₂ обусловлен изменением знака константы кристаллографической магнитной анизотропии K_4 .



Рисунок 1.12. Температурные зависимости перпендикулярной χ_{\perp} (кривая 1) и параллельной χ_{\parallel} (кривая 2) восприимчивостей монокристалла FeGe₂. Магнитное поле приложено в базисной плоскости вдоль [100].



Рисунок 1.13. Температурная зависимость поля H_0 , определенного по методу наименьших квадратов с использованием выражения (1.25) и кривых намагничивания, измеренных при **H** [[100].



Рисунок 1.14. Температурная зависимость константы кристаллографической магнитной анизотропии K₄ соединения FeGe₂. Численные значения для K₄ получены из выражения (1.26) с учетом данных для разности восприимчивостей $\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}$ и значений поля H_0 , определенных при различных температурах.

Таким образом, при намагничивании вдоль симметричного направления по отношению к двум осям анизотропии в базисной плоскости в FeGe₂ происходят обратимые процессы вращения векторов антиферромагнетизма. При этом кривые намагничивания и полевые зависимости для дифференциальной восприимчивости, измеренные при различных температурах, хорошо описываются полученными выражениями (1.25) и (1.27), соответственно.

Рассмотрим случай направления магнитного поля в базисной плоскости вдоль одной из осей антиферромагнетизма (Н [[110]). Как было указано в п. 1.3, в этом случае два типа доменов в антиферромагнетике будут энергетически неэквивалентными. Для одного типа магнитном поле доменов энергия В будет определяться перпендикулярной восприимчивостью $F_1 = -\chi_{\perp} H^2$, в то время как для второго типа доменов – параллельной восприимчивостью $F_2 = -\chi_{\parallel} H^2$. В виду того, что $\chi_{\perp} > \chi_{\parallel}$, домены, характеризуемые перпендикулярной восприимчивостью, являются энергетически более выгодными. В магнитном поле на доменные границы будет оказываться давление, приводящее к их смещению. В результате смещения границ энергетически более выгодные домены, характеризуемые χ_{\perp} , будут увеличиваться в объеме и поглощать домены, характеризуемые χ_{\parallel} . Изменение концентраций магнитных фаз в магнитном поле будет проявляться в нелинейном изменении намагниченности. Кроме того, из-за существования необратимых процессов смещения доменных границ на кривых намагничивания может наблюдаться гистерезис, обуславливающий существование трех ветвей на кривой

намагничивания: девственной кривой, нисходящей и восходящей ветвей петли гистерезиса. Три ветви кривой намагничивания действительно были обнаружены при намагничивании монокристалла FeGe₂ в случае **Н** [110] (рисунок 1.15). Под девственной кривой намагничивания в данном случае понимается кривая, полученная после нагрева образца до температуры, выше температуры Нееля, и его охлаждения до температуры измерения в нулевом магнитном поле (кривая 1). В этом случае наблюдается наиболее сильное отклонение намагниченности от линейного изменения. Выражения (1.22) и (1.30) были исходно записаны для обратимой намагниченности, которая не определяется экспериментально непосредственно из данных для намагниченности. Однако, в достаточно большом магнитном поле, когда процессы смещения доменных границ уже закончились, в образце остается только энергетически наиболее выгодная фаза. Следовательно, при $H >> H^*$ концентрации магнитных фаз будут равны $n_{\parallel} = 0$ и $n_{\perp} = 1$, а намагниченность (1.29) будет изменяться линейно: $I = \chi_1 H$. При последующем никлическом уменьшении И увеличении напряженности магнитного поля намагниченность FeGe2 воспроизводимым образом изменяется по нисходящей и восходящей ветвям петли гистерезиса (рисунок 1.15, кривые 2 и 3, соответственно). При перемагничивании (изменение поля в пределах от + Н до - Н) возникает перетянутая петля гистерезиса, двумя лепестками которой в квадрантах H > 0, I > 0 и H < 0, I < 0, являются рассмотренные выше циклические петли, полученные в пределах изменения поля от 0 до *H*.



Рисунок 1.15. Кривые намагничивания FeGe₂ для случая **H** [[110], измеренные при *T* =77 К. 1 — девственная кривая намагничивания, 2 и 3 – нисходящая и восходящая ветви петли гистерезиса.



Рисунок 1.16. Схема определения дифференциальной $\chi^{\partial u\phi}$ и обратимой $\chi^{o\delta}$ Восприимчивость восприимчивостей. рассчитывается как отношение $\Delta I / \Delta H$ при уменьшении поля от значения H до $H - \Delta H$ (знак "-" - для нисходящей ветви петли гистерезиса и "+" – для восходящей ветви $\Delta H = (30-60)$ Э. петли гистерезиса). Стрелками указана последовательность изменения напряженности магнитного поля.

Для проверки применимости полученного в п. 1.3 выражения для полевой восприимчивости (1.31) необходимо зависимости обратимой было провести соответствующие измерения для каждой ветви петли гистерезиса соединения FeGe2. На дифференциальной рисунке 1.16 показан способ определения обратимой И восприимчивостей по данным намагниченности. Перед измерением при заданной температуре обратимой восприимчивости на девственной кривой намагничивания образец сначала нагревался до температуры, превышающей температуру Нееля для $FeGe_2$ (T_N = 287 К), а именно, до T = 300 К, при которой образец выдерживался в течении 30 мин. Затем образец охлаждался в нулевом магнитном поле до температуры измерения.

В виду того, что в FeGe₂ из-за наличия гистерезиса наблюдаются три кривые намагничивания, целесообразно ввести дополнительный индекс (*α* = 1, 2, 3), указывающий на принадлежность измеряемых характеристик к конкретной кривой намагничивания. Заметим также, что полная дифференциальная восприимчивость является суммой ее обратимой и необратимой частей:

$$\chi_{\alpha}^{o\delta} = \Delta I_{\alpha} / \Delta H_{\alpha} ; \quad \chi_{\alpha}^{\partial u\phi} = \chi_{\alpha}^{o\delta} + \chi_{\alpha}^{\mu o} \quad . \tag{1.34}$$

Измерение обратимой восприимчивости FeGe₂, относящейся к девственной кривой намагничивания ($\alpha = 1$), показало, что экспериментальные точки не ложатся на теоретическую кривую, описываемую выражением (1.31). А именно, теоретическая кривая, «привязанная» в малых полях к значению начальной восприимчивости, а в больших полях – к значению перпендикулярной восприимчивости, имеет максимум (рисунок 1.17, кривая 1), заметно превышающий экспериментальные точки.

45



Рисунок 1. 17. Зависимость $\chi^{o6}(H)$ на девственной кривой намагничивания FeGe₂ при **H** [[110], *T* = 77 К. 1 – без учета зависимости a(H), 2 – с учетом зависимости a(H). Сплошные кривые – расчет на основе (1.31)–(1.32), о – эксперимент.

Такое расхождение между теорией и экспериментом обусловлено тем обстоятельством, что из-за необратимых процессов смещения доменных границ исходное распределение магнитных фаз по объему образца будет меняться в зависимости от величины магнитного поля, при котором измеряется обратимая восприимчивость. Такие изменения не учитывались при выводе формулы (1.30) и (1.31), в которых постоянная интегрирования не зависит от магнитного поля. Однако, согласно (1.32) данная величина определяется через начальную восприимчивость. Если магнитное поле сначала увеличить до некоторого значения H_q (например, до $H_q = 1$ кЭ) и уменьшить до нуля, то начальная восприимчивость изменится, что было обнаружено экспериментально. Используя указанный подход, можно определить изменение начальной восприимчивости при пошаговом увеличении поля H_q в интервале (0-3) кЭ и для каждого значения начальной восприимчивости вычислить величину $a(H_a)$, используя выражение (1.32). Определенная таким образом зависимость a(H) показана на рисунок 1.18. С учетом определенной зависимости $\chi^{oo}(H)$ выражение для обратимой восприимчивости (1.31) хорошо описывает экспериментальные данные, что показано на рисунок 1.17, кривая 2. При этом значение поля $H^* = 1.55$ кЭ, входящего в выражение (1.31), было найдено по методу наименьших квадратов.

Заметим, что при циклическом изменении напряженности магнитного поля в диапазоне (0-3) кЭ начальная восприимчивость для восходящей и нисходящей ветвей

46

петли гистерезиса (рисунок 1.15) является единой и не меняется от того, до какого поля H_q намагничивается образец. Это означает, что для этих двух ветвей петли гистерезиса величина «*a*» является константой и можно ожидать хорошего совпадения теоретических и экспериментальных данных для обратимой восприимчивости. На рисунке 1.19 показан общий график для полевых зависимостей обратимой восприимчивости, относящимся к трем кривым намагничивания $\chi_{\alpha}^{o6}(H)$. Для наглядности экспериментальные точки показаны только для девственной кривой (1) и для нисходящей ветви (2). Видно, что для кривой (2) наблюдается хорошее совпадение экспериментальных точек и расчетной кривой по формуле (1.31). Из сравнения теоретических и экспериментальных

зависимостей $\chi_{\alpha}^{o6}(H)$, измеренных при T = 77 К, были получены следующие параметры: $H_{1}^{*} = 1.55$ кЭ, $n_{\perp}^{0} = n_{\parallel}^{0} = 0.5$; $H_{2}^{*} = 0.96$ кЭ; $H_{3}^{*} = 1.5$ кЭ; $(n_{\perp}^{0})_{2} = (n_{\parallel}^{0})_{3} = 0.88$.



Рисунок 1.18. Зависимости параметра $\chi^{o\delta}(H)$ на девственной кривой намагничивания FeGe₂ при **H** [110] и Экспериментальные T = 77 K. точки определены в каждом поле H_q по значениям начальной восприимчивости частных петель гистерезиса, снятых до поля H_a . Для вычисления значений $a(H_a)$ использовано выражение (1.32).



Рисунок 1.19. Зависимость $\chi_{\alpha}^{ob}(H)$ FeGe2, измеренные для: 1 –девственной кривой намагничивания, 2 – нисходящей и 3 – восходящей ветви петли гистерезиса. **H** [[110], T = 77 К. Сплошные кривые – расчет на основе (1.31), (1.32), точки – эксперимент.

Измерения $\chi_1^{o^6}(H)$, проведенные при различных температурах, позволили определить зависимости исходной (при H = 0) концентрации магнитной фазы $n_{\perp}^{0}(T)$ и поля $H^*(T)$. Оказалось, что $n_{\perp}^{0}(T) = 0.5$ при всех температурах $T < T_1$. Это означает, что при охлаждении образца от температуры, превышающей температуру Нееля, до произвольной температуры $T < T_1$ в нулевом магнитном поле в исследованном образце FeGe₂ образуется приблизительно равные исходные концентрации магнитных фаз: $n_{\perp}^{0}(T) \cong n_{\parallel}^{0}(T)$.

Проведенные исследования обратимой восприимчивости при различных температурах позволил выявить температурную зависимость поля $H^*(T)$. Вид данной зависимости представлен на рисунке 1.20 сплошной кривой (1). В работе [26] проведен качественный анализ данной температурной зависимости, который позволил высказать некоторые суждения о вероятном механизме задержки смещения доменных границ. Согласно (1.24) и (1.9) имеем:

$$(H^*)^2 \sim \overline{C}_{12}^{-1} = \frac{\partial}{\partial v_{ik}} \left[\left(F_{in} \right)_i - \left(F_{in} \right)_k + \frac{\partial \gamma}{\partial v_{ik}} + \gamma_{ik} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)_{ik} \right] + \gamma_{ik} \frac{\partial^2 \ln S_{ik}}{\partial v_{ik}^2} .$$
(1.35)

Первое слагаемое обусловлено, во-первых, неоднородностью разности внутренних энергий соприкасающихся доменов, возникающей из-за наличия внутренних напряжений, во-вторых, неоднородностью плотности граничной энергии, в-третьих неоднородностью изменения площади поверхности границы S_{ik} , вызванной изменением ее кривизны (натяжение Лапласа). Второе слагаемое обусловлено изменением площади поверхности границы S_{ik} , вызванное деформацией ограничивающего ее контура. Это слагаемое следует учитывать для магнитных материалов, в которых имеются, например, немагнитные включения.

Заметим, что $F_i \sim \lambda \sigma_i$ и первое слагаемое $\gamma \sim \sqrt{(K_4 + \lambda \sigma_i)A}$ (см., например [18]). Постоянная обменного взаимодействия A ~ $(I_s/I_0)^2$, где I_s , и I_0 — намагниченности подрешеток соответственно при T и T = 0, λ — магнитострикция в базисной плоскости, σ_i - внутренние напряжения. Если напряжения обусловлены существованием 90градусных соседств доменов, то $\sigma_i = E\lambda$, где E - модуль упругости. В FeGe₂ при T = 77 K константа $K_4 \sim 10^4$ эрг/см³, $\lambda \sim 10^{-5}$, $E \sim 10^{12}$ дн/см², отсюда $\lambda \sigma_i \sim 10^2$ эрг/см³. В широком диапазоне температур выполняется неравенство: $K_4 >> \lambda \sigma_i$.

Положим, что неоднородность F_i и γ обусловлена неоднородностью σ_i . Тогда

$$\frac{\partial F_i}{\partial n} \sim \lambda \frac{\partial \sigma_i}{\partial n}; \quad \frac{\partial \gamma}{\partial n} \sim \frac{A\lambda}{\gamma} \frac{\partial \sigma_i}{\partial n}; \quad \frac{\partial^2 \gamma}{\partial n^2} \sim \frac{A\lambda}{\gamma} \frac{\partial^2 \sigma_i}{\partial n^2}$$

При вычислении $\partial^2 \gamma / \partial n^2$ учтено, что σ_i находится в состоянии, в котором γ минимальна. В этом случае, согласно (1.35), получим:

$$(H^*)^2 = (H^*)_1^2 + (H^*)_2^2 + (H^*)_3^2.$$

Слагаемое $(H^*)_1 \sim [\lambda/(\chi_{\perp} - \chi_{II})]^{\frac{1}{2}}$ обусловлено неоднородностью магнитоупругой энергии, слагаемое $(H^*)_2 \sim [A\lambda/\gamma(\chi_{\perp} - \chi_{II})]^{\frac{1}{2}}$ — неоднородностью γ и слагаемое $(H^*)_3 \sim [\gamma/(\chi_{\perp} - \chi_{II})]^{\frac{1}{2}}$ обусловлено изменением площади границ. Зависимости этих слагаемых от температуры представлены на рисунке 1.20. Зависимость $\lambda(T)$ взята из [47], а $I_s/I_0(T)$ определялась по функции Бриллюэна. Начала кривых $(H^*)_1(T), (H^*)_2(T)$ и $(H^*)_3(T)$ совмещены с экспериментальной $H^*(T)$ при T = 77 К. Температурный ход кривых $(H^*)_1(T)$ и $(H^*)_3(T)$ наиболее близок к ходу экспериментальной кривой $H^*(T)$. Поэтому вероятной причиной задержки движения доменных границ может быть как неоднородность магнитоупругой энергии, так и неоднородность площади доменных границ.



Рисунок 1.20. Температурная зависимость поля H^* (кривая 1). Расчетные температурные зависимости слагаемых $H^*(T)$, если энергия смещения границ обусловлена: неоднородностью магнитоупругой энергии – H_1^* , изменением площади доменных границ – H_3^* и неоднородность $\gamma - H_2^*$. Исходные значения H^* совмещены при T = 77 К.

1.6 Необратимые процессы намагничивания в FeGe2

Как отмечалось в п. 1.5, в антиферромагнетике FeGe₂ с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости (001) при намагничивании вдоль одной из осей антиферромагнетизма (**H** [[110]) наблюдаются как обратимые, так и необратимые процессы смещения доменных границ. Это проявляется, в частности, в наличии гистерезиса на кривой намагничивания, который обуславливает существование трех кривых намагничивания: девственной кривой намагничивания, нисходящей и восходящей ветвей петли гистерезиса. Необратимые процессы смещения доменных границ, в свою очередь, обуславливают существование необратимой восприимчивости. Экспериментально необратимая восприимчивость определяется из (1.34) как разность между полной дифференциальной восприимчивостью и обратимой восприимчивостью.

На рисунке 1.21 приведены полевые зависимости необратимой восприимчивости, измеренные на каждой из ветвей на кривой намагничивания. Видно, что для малой $(H << H^*)$ и большой $(H >> H^*)$ напряженности магнитного поля необратимая восприимчивость близка к нулю, а при некотором поле H^0_{α} наблюдается максимум на зависимости $\chi^{H^0}_{\alpha}(H)$.

Сопоставляя значения полей H^*_{α} , полученные при анализе обратимой восприимчивости ($H^*_1 = 1.55$ кЭ, $H^*_2 = 0.96$ кЭ; $H^*_3 = 1.5$ кЭ), с максимумами кривых, показанных на рисунке 1.21, можно сделать вывод о том, что поля $H^*_{\alpha} \approx H^o_{\alpha}$ для каждой кривой.



Рисунок 1.21. Полевые зависимости необратимой восприимчивости $\chi_{\alpha}^{\mu o}$ FeGe₂, измеренные при *T* = 77К и **H** [[110]. Кривая 1 соответствует девственной кривой намагничивания (*α* = 1), кривые 2 и 3 – нисходящей и восходящей ветвям петли гистерезиса (*α* = 2, 3).

Для ферромагнетиков в полях, равных коэрцитивной силе H_c , необратимая восприимчивость максимальна. При этом под коэрцитивной силой можно понимать полуразность полей, при которых необратимая восприимчивость достигает максимумов на нисходящей и восходящей ветвях петли гистерезиса. По аналогии, в случае антиферромагнетиков, в которых притекают необратимые процессы смещения доменных границ, под коэрцитивной силой также можно понимать полуразность полей, при которых необратимая восприимчивость достигает максимумов на нисходящей и восходящей ветвях петли гистерезиса.

$$H_c = \frac{H_3^0 - H_2^0}{2} \tag{1.36}$$

Для FeGe₂ оказалось, что $H_c = 270$ Э.

По аналогии с понятием остаточной намагниченности для ферромагнетика можно ввести в рассмострение понятие остаточной концентрации магнитных фаз n^{ocm} , выразив ее через концентрацию магнитной фазы $(n_{\parallel}^{0})_{2}$ или $(n_{\parallel}^{0})_{3}$ в поле H = 0 на нисходящей или восходящей ветвях петли гистерезиса. Заметим, также что $(n_{\parallel}^{0})_{2} = (n_{\parallel}^{0})_{3}$.

$$n^{ocm} = 2(n_{\parallel}^{0})_{2} \tag{1.37}$$

Множитель 2 введен для того, чтобы n^{ocm} изменялась в тех же пределах, как и относительная остаточная намагниченность в случае ферромагнетика: $0 < n^{ocm} < 1$.

Значения концентраций магнитных фаз при *H* = 0 определим через значения начальной восприимчивости:

$$(n^{ocm})_{\alpha} = \frac{\chi_{\perp} - \chi_{\alpha}(0)}{\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}}$$
(1.38)

Величины H_c и n^{ocm} определяют форму и площадь петли гистерезиса. При $n^{ocm} \rightarrow 0$ площадь петли стремится к нулю, ветви петли гистерезиса смыкаются в прямую, являющуюся продолжением зависимости $I(H) = \chi_{\perp} H$ на область $H \ll H^*$. При $n^{ocm} = 1$ площадь петли максимальна. Оказалось, что в FeGe₂ значение $n^{ocm} = 0.24$.

Как было указано выше, из эксперимента значения полей H^* и H^0 , характеризуемых, соответственно, обратимые и необратимые процессы смещения доменных границ, для FeGe₂ оказались близки друг к другу. На основе анализа данного экспериментального результата в [28] были сделан вывод о том, что доменная структура в FeGe₂ обусловлена распределением упругих напряжений, а доменные границы расположены в местах, где напряжения меняют знак. Наличие трех различных максимумов необратимой восприимчивости в полях H_1^0 , H_2^0 и H_3^0 , а также более высокое значение восприимчивости на девственной кривой намагничивания в [28] объяснено на основе представлений о двух необратимых процессах, к которым относятся (1) скачки Баркгаузена, вызванные неоднородностью антиферромагнетика, и (2) процессы аннигиляции 90-градусных доменных границ. Для существования первого процесса и связанных с ним необратимой восприимчивости и гистерезиса необходимо, чтобы в сжатых и растянутых областях существовали добавочные экстремумы $\sigma(x)$. Аннигиляция части 90-градусных границы в процессе намагничивания антиферромагнетика происходит в случае сближения двух 90-градусных границ с параллельным направлением L, что происходит при намагничивании по девственной кривой. Если же векторы L антипараллельны, то встретившиеся 90-градусные границы образуют 180-градусную границу, которая является двумерным зародышем перемагничивания. При понижении Н такие 180-градусные границы снова распадаются на две 90-градусные границы, в результате чего в нулевом магнитном поле частично остается фаза n_{\parallel} , значение $n^{ocm} > 0$. На кривой намагничивания в этом случае остается нелинейный участок с начальной восприимчивостью $\chi_0 < \chi_\perp$.

В магнитоодноосных ферромагнетиках в процессе намагничивания при сближении двух 180-градусных границ также возможны процессы аннигиляции, как и образование 360-градусных з-границ, могущих служить двумерными зародышами перемагничивания [47]. Однако в отличие от антиферромагнетиков в ферромагнетиках (например, в кобальте) при их перемагничивании вдоль оси легкого намагничивания относительная остаточная намагниченность близка к единице. Это отличие обусловлено, по-видимому, тем, что при сближении 90-градусных границ в антиферромагнетике возникает отталкивающая сила между ними, обусловленная неоднородностью магнитоупругой энергии, в то время как она отсутствует при сближении 180-градусных границ из-за четности явления магнитострикции. В соответствии с этим 360-градусные з-границы делаются неустойчивыми при H < 0, в то время как двумерные зародыши перемагничивания в антиферромагнетиках устойчивы лишь в полях, превышающих H^* .

1.7 Процессы намагничивания антиферромагнетика Fe0,95C00,05Ge2

В предыдущем пункте было высказано предположение, что в FeGe₂ как доменная структура, так и процессы смещения границ определяются распределением внутренних напряжений. Для подтверждения этого предположения и дальнейшей детализации факторов, определяющих размеры доменов, а также величину необратимой восприимчивости, необходимо исследовать объекты, имеющие одинаковые с FeGe₂ кристаллическую решетку и тип магнитной структуры, но отличающиеся интенсивностью упругих напряжений и структурно чувствительным характеристикам.

Ниже представлены результаты исследования зависимостей намагниченности, обратимой и необратимой восприимчивостей от напряженности магнитного поля монокристалла твердого раствора Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂. Монокристалл выращен по методу Чохральского на кафедре общей физики УрФУ (УПИ). Проведенные ранее исследования показали, что при замещении атомов Fe атомами Co в твердом растворе Fe0.95Co0.05Ge2 происходит понижение температур магнитных фазовых переходов: $T_1 \approx 235 \text{ K}$, $T_2 \approx 265 \text{ K}$ [49]. Выбор данного соединения обусловлен тем, что, как было указано в п. 1.3, замещение атомов железа атомами кобальта увеличивает внутренние упругие напряжения в кристалле. Об этом, в частности, говорит тот факт, что попытки вырастить совершенный монокристалл с содержанием кобальта более 5% не увенчались успехом. Это означает, что в процессе роста из-за больших напряжений монокристалл распадается на отдельные кристаллиты и переходит в поликристалл. По данной причине из ряда твердых растворов Fe_{1-x}Co_xGe₂ соединение Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ выступает в качестве монокристалла с магнитной и кристаллической структурой, аналогичной FeGe₂, что дает основание для применения подходов в исследовании магнитных характеристик, описанные в пунктах 1.5 и п. 1.6 для FeGe2. При этом Fe0.95Co0.05Ge2 обладает максимально возможными для твердых Fe_{1-x}Co_xGe₂ внутренними разрушающими растворов напряжениями, не монокристаллическое состояние. Наличие более сильных упругих напряжений, чем в FeGe₂. должно сказываться на структурно-чувствительных характеристиках, используемых для описания кривых намагничивания и обратимой восприимчивости. Ниже приведены результаты таких исследований и сравнение указанных характеристик, полученных для монокристаллов FeGe2 и Fe0.95Co0.05Ge2 [48].

На рисунке 1.22 приведены кривые намагничивания монокристалла $Fe_{0,95}Co_{0,05}Ge_2$, снятые при T = 77 К при направлении поля вдоль кристаллографических осей [110] (кривая 1) и [100] (кривая 2). Сплошная кривая 2 построена по формуле (1.25), когда H приложено вдоль направления, симметричного к осям антиферромагнетизма. Видно

хорошее соответствие между экспериментальными данными (точки на кривой 2) и расчетной кривой. На рисунке 1.23 приведены зависимости от H обратимой $\chi^{o \delta p}$ (кривая 1) и необратимой $\chi^{\mu o}$ (кривая 2) дифференциальных восприимчивостей, снятых при намагничивании вдоль оси [110]. Измерения выполнены для девственной кривой намагничивания. Сплошная кривая 1 на рисунке 1.23 рассчитана по формуле (1.31) для случая, когда **H** приложено вдоль оси антиферромагнетизма.



Рисунок 1.22 Кривые намагничивания монокристалла Fe_{0,95}Co_{0,05}Ge₂ при *T* = 77 К для случаев: 1 – **H** || [110]; 2 – **H** || [110]. Сплошная кривая 2 – расчет на основе (1.25); \circ – эксперимент.



Рисунок 1.23. Полевые зависимости обратимой $\chi^{o \delta p}$ (кривая 1) и необратимой χ^{Ho} (кривая 2) восприимчивостей монокристалла Fe_{0,95}Co_{0,05}Ge₂. Измерения проведены для девственной кривой намагничивания при T = 77 К и **H** || [110]. Сплошная кривая 1 – расчет на основе (1.31); \circ – эксперимент.

При построении расчетной кривой на рисунке 1.23 учтена экспериментально полученная для $Fe_{0,95}Co_{0,05}Ge_2$ зависимость $\chi^{o\delta}(H)$ по методике, описанной в п. 1.5. Видно, что наблюдается хорошее соответствие между экспериментальными данными (точки на кривой 1) и расчетной кривой для обратимой восприимчивости.

В таблицах 1.1 и 1.2 приведены значения параметров, определенные по данным магнитных измерений при намагничивании вдоль осей [100] (таблица 1.1) и [110] (таблица. 1.2), для монокристаллов FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂.

Таблица 1.1.

Параметры, определенные по данным магнитных измерений при намагничивании вдоль оси [100] для монокристаллов Fe_{1-x}Co_xGe₂ (*x*=0; 0,05)

Fe _{1-x} Co _x Ge ₂	<i>Н</i> ₀ , кЭ	χ_{\perp} 10^{-5} эме/см 3	<i>X</i> _⊥ − <i>X</i> _∥ 10 ⁻⁵ эме/см ³	<i>K</i> ₄ , эрг/см ³
x = 0	12,3	10,6	8,4	636
<i>x</i> = 0,05	15,2	8,6	6,6	762

Таблица 1.2.

Параметры, определенные по данным магнитных измерений при намагничивании вдоль оси [110] для монокристаллов Fe_{1-x}Co_xGe₂ (*x*=0; 0,05)

Fe _{1-x} Co _x Ge ₂	<i>Н</i> [*] , кЭ	<i>Н</i> ⁰ , кЭ	H^*/H^0	<i>X</i> ^{но} 10 ⁻⁵ эме/см ³
x = 0	1,55	1,4	1,1	4,6
<i>x</i> = 0,05	4,04	2,9	1,39	2,1

Из данных таблицы 1.2 видно, что как H^* , так и H^0 растут с увеличением концентрации Со, однако H^* растет быстрее, чем H^0 . Отношение H^*/H^0 становится больше единицы. Из анализа полученных результатов в [48] сделан вывод, что синхронное увеличение H^* и H^0 в Fe_{1-x}Co_xGe₂ может быть связано как с уменьшением с ростом *x* разности $\chi_{\perp} - \chi_{\parallel}$, так и с увеличением упругих напряжений $\lambda \sigma_0$.

В заключение рассмотрения магнитных свойств и их взаимосвязи с процессами смещения доменных границ в антиферромагнетиках с двумя осями аниферромагнетизма следует отметить, что приведенные в п. 1.5 – 1.7 экспериментальные результаты, опубликованные в работах [26-28], а также рассмотренные простейшие модельные подходы, позволившие получить качественное и количественное описание магнитных характеристик данного типа материалов, были использованы другими исследователями для развития более подробных теоретических моделей, основанных на микроскопическом рассмотрении механизмов обратимых и необратимых смещений доменных границ в многоосных антиферромагнетиках [50-53]. В частности, в работе Шамсутдинова и др. [52] были проанализированы условия устойчивости доменных границ при различных амплитудах внутренних напряжений в антиферромагнетиках тетрагональной симметрии. Было показано, что при закреплении 90-градусных доменных границ на дефекте и отрыве от дефекта при увеличении магнитного поля две 90-градусные доменные границы могут сливаться в одну 180-градусную доменную стенку. Существование такого сценария предполагалось в п. 1.6 при качественном рассмотрении смешения доменных границ в магнитном поле на основе модели распределения упругих напряжений, показанной на рисунке 1.22. Оценки для критических полей потери устойчивости 90-градусной и 180градусной доменных границ, выполненные на основе полученных в [52] формул, дали значения 1.4 кЭ и 0.84 кЭ, соответственно, что хорошо коррелирует со значениями H_1^0 и H_2^0 для FeGe₂ (п. 1.6, рисунок 1.21). Важным теоретическим результатом работы [52], расширяющим дополняющим представления 0 процессах намагничивания И тетрагональных антиферромагнетиков, изложенные в данной диссертации, является вывод о том, что в наблюдаемый гистерезис могут внести существенный вклад спонтанные дальнодействующие магнитострикционные напряжения, возникающие при образовании

90-градусной доменной структуры.

1.8 Четные гальваномагнитные эффекты в многоосных антиферромагнетиках

В предыдущих параграфах (п.п. 1.3, 1.5–1.7) описаны особенности магнитных свойств антиферромагнетиков, в которых могут протекать обратимые и необратимые процессы смещения 90-градусных доменных границ под действием магнитного поля. В рассмотренном выше случае антиферромагнетика тетрагональной симметрии с двумя взаимно перпендикулярными осями антиферромагнетизма в базисной плоскости изменение концентраций магнитных фаз от напряженности магнитного поля позволяет переходить от двухфазного состояния с концентрациями n_{\parallel} и n_{\perp} к однофазному (однодоменному) состоянию, в котором, например, $n_{\parallel} = 0$ и $n_{\perp} = 1$. Каждое однодоменное состояние всего образца и состояние внутри отдельных доменов характеризуется определенным направлением вектора антиферромагнетизма относительно направления внешнего магнитного поля. В общем случае электрическое сопротивление доменов с **L** || **H** и **L** \perp **H** будет различным, следовательно, изменение концентраций магнитных фаз под действием магнитного поля будет приводить к дополнительному изменению сопротивления многодоменного образца. Таким образом, для описания четных гальваномагнитных эффектов в рассматриваемом типе антиферромагнетиков необходимо учитывать как внутридоменные процессы, так и изменение концентраций магнитных фаз в магнитном поле.

1.8.1 Одноосные антиферромагнетики

Феноменологический метод описания кинетических явлений антиферромагнетиков, основные положения которого были развиты в работах Турова Е.А. и Шаврова В.Г. [54], основан на использовании неравновесной термодинамики и свойств симметрии кристаллов. В монографиях Турова Е.А. [9] данные подходы были успешно применены для описания также оптических И акустических свойств антиферромагнетиков. Большой материал по использованию симметрийного подхода для описания различных физических свойств антиферромагнетиков, включая антиферромагнетики тетрагональной симметрии, представлен также в монографии коллектива авторов [10]. Ниже остановимся лишь на кинетических свойствах антиферромагнетиков [54], причем в том объеме, в котором это потребуется для описания гальваномагнитных свойств многоосных антиферромагнетиков.

В металлах между термодинамическими силами *E* и соответствующими потоками *j* имеет место соотношение

$$E_i = \rho_{ik} j_k \tag{1.39}$$

Здесь j – плотность электрического тока, ρ_{ik} – тензор электропроводности. Параметрами, определяющими магнитное состояние антиферромагнетиков, являются векторы: магнитной индукции **B**, ферромагнетизма **I**, и антиферромагнетизма **L**. Кинетические коэффициенты в (1.39) в отсутствие пространственной дисперсии в антиферромагнетиках в силу принципа Онсагера обладают следующими свойствами симметрии:

$$\boldsymbol{\rho}_{ik}(\mathbf{B},\mathbf{I},\mathbf{L}) = \boldsymbol{\rho}_{ik}(-\mathbf{B},-\mathbf{I},-\mathbf{L}). \tag{1.40}$$

Гальваномагнитные явления возникают при помещении среды, по которой течет электрический ток, во внешнее магнитное поле или если в ней имеется спонтанное магнитное упорядочение. Если возмущения, вносимые этими факторами, относительно слабо влияют на электрические свойства, то тензор удельного электросопротивления можно разложить в ряд по возрастающим степеням компонент векторов **B**, **I**, **L** и ограничиться членами не выше второго порядка:

$$\rho_{ik} = \rho_{ik}^{(0)} + \Delta \rho_{ik}^{(1)} + \Delta \rho_{ik}^{(2)} , \qquad (1.41)$$

где

$$\Delta \rho_{ik}^{(1)} = R_{ikm}^{B} B_{m} + R_{ikm}^{I} I_{m} + R_{ikm}^{L} L_{m}, \qquad (1.42)$$

$$\Delta \rho_{ik}^{(2)} = \alpha_{ikmn}^{BB} B_m B_n + \alpha_{ikmn}^{II} I_m I_n + \alpha_{ikmn}^{LL} L_m L_n + \alpha_{ikmn}^{BI} B_m I_n + \alpha_{ikmn}^{BL} B_m L_n + \alpha_{ikmn}^{IL} I_m L_n, \quad (1.43)$$

где R_{ikm} и α_{ikmn} представляют собой материальные кинетические постоянные. Слагаемое $\rho_{ik}^{(0)}$ соответствует обычному закону Ома.

Для определения конкретного вида тензоров в (1.42) и (1.43), т.е. наличия или отсутствия того или иного гальваномагнитного эффекта в магнетиках с различной магнитной структурой, необходимо потребовать инвариантности соотношений (1.41) – (1.43) относительно операций кристаллографической симметрии и выполнения соотношений Онсагера (1.40).

В разложении (1.41) – (1.43) предполагается однородное распределения векторов В, I, L, поэтому данное рассмотрение применимо либо для магнетиков, находящихся в однодоменном состоянии, либо в пределах отдельных доменов.

1.8.2 Многодоменные антиферромагнетики

Из всей совокупности гальваномагнитных эффектов рассмотрим изменение электрического сопротивления в магнитном поле, когда напряженность электрического поля определяется в направлении вектора плотности тока **j**. В этом случае квадратичные гальваномагнитные эффекты для однодоменного состояния, согласно (1.41) – (1.43), описываются выражением:

$$\rho_{ik} = \rho_{ik}^{(0)} + \alpha_{ikmn}^{BB} B_m B_n + \alpha_{ikmn}^{II} I_m I_n + \alpha_{ikmn}^{LL} L_m L_n + \alpha_{ikmn}^{BI} B_m I_n + \alpha_{ikmn}^{BL} B_m L_n + \alpha_{ikmn}^{IL} I_m L_n \quad (1.44)$$

Вектор **В** из-за малости магнитной восприимчивости антиферромагнетиков можно заменить на вектор напряженности магнитного поля **H** :

$$\rho_{ik} = \rho_{ik}^{(0)} + \alpha_{ikmn}^{HH} H_m H_n + \alpha_{ikmn}^{II} I_m I_n + \alpha_{ikmn}^{LL} L_m L_n + \alpha_{ikmn}^{HI} H_m I_n + \alpha_{ikmn}^{HL} H_m L_n + \alpha_{ikmn}^{IL} I_m L_n \quad (1.45)$$

Рассмотрим антиферромагнетики тетрагональной симметрии с двумя взаимно перпендикулярными осями антиферромагнетизма в базисной плоскости (100) [56]. Пусть вектор плотности тока ј направлен вдоль одной из осей антиферромагнетизма. Выберем эту ось за ось Х координатной системы. Рассмотрим три случая: 1) вектор Н направлен вдоль той же оси – продольное магнитосопротивление, 2) вектор **Н** направлен вдоль перпендикулярной оси антиферромагнетизма другой взаимно _ поперечное магнитосопротивление в плоскости антиферромагнетизма, 3) вектор Н направлен перпендикулярно плоскости антиферромагнетизма – поперечное магнитосопротивление в антиферромагнетизма. направлении, перпендикулярно плоскости Выберем ЭТО направление за ось Z.

Для антиферромагнетиков тетрагональной симметрии с учетом соотношений Онсагера для кинетических явлений в случае, когда вектор **H** направлен перпендикулярно плоскости антиферромагнетизма ($H_x = H_y = 0$, $I_x = I_y = 0$), согласно (1.45), получим

$$\Delta \rho_{xx}^{z} = \alpha_{1133}^{HH} H_{x}^{2} + \alpha_{1133}^{II} I_{x}^{2} + \alpha_{1133}^{HM} H_{x} I_{x} + \alpha_{1111}^{LL} L_{x}^{2} + \alpha_{1122}^{LL} L_{y}^{2}$$
(1.46)

В случае, когда **H** лежит в плоскости антиферромагнетизма ($H_z = 0, I_z = 0, L_z = 0$):

$$\Delta \rho_{xx}^{xy} = \alpha_{1111}^{HH} H_x^2 + \alpha_{1122}^{HH} H_y^2 + \alpha_{1111}^{II} I_x^2 + \alpha_{1122}^{II} I_y^2 + \alpha_{1111}^{HI} H_x I_x + \alpha_{1122}^{HI} H_y I_y + \alpha_{1111}^{LL} L_x^2 + \alpha_{1122}^{LL} L_y^2 + \alpha_{1112}^{HL} H_x L_y + \alpha_{1121}^{HL} H_y L_x + \alpha_{1112}^{IL} I_x L_y + \alpha_{1121}^{IL} I_y L_x$$
(1.47)

Векторы I и L являются функциями H, вид которых может быть найден из термодинамической теории и соображений симметрии. При этом I является нечетной, а L – четной функцией H. Поэтому выражения (1.46) и (1.47) описывают как нечетные, так и четные по H эффекты. В дальнейшем ограничимся исследованиями только четного

эффекта магнитосопротивления. Для сокращения текста слово «четный» и нижние индексы (*xx*) у $\Delta \rho_{xx}$ будем опускать.

Учтем, что антиферромагнетик обладает доменной структурой. Введем в рассмотрение концентрации магнитных фаз n_1 и n_2 , в которых вектор L ориентирован соответственно перпендикулярно и параллельно **j**. В рассматриваемых случаях, когда при H = 0 в антиферромагнетике существуют 90-градусные соседства доменов, возможно различное пространственное расположение доменов относительно друг друга, но в каждом домене реализуется один из двух вариантов расположения вектора антиферромагнетизма и вектора плотности тока – L || **j** или L \perp **j**.

На рисунке 1.24 представлены два качественно различающиеся расположения соседних доменов. Полагаем, что удельное сопротивление ρ_1 и ρ_2 доменов, образующих фазы с концентрациями n_1 и n_2 , также отличаются друг от друга. При расположении доменов по типу (I) сопротивления включены параллельно. Объем образца с двумя доменами, изображенного на рисунке 1.24, равен $\ell \cdot (S_1 + S_2)$. Объемы, занимаемые доменами 1 и 2, являются соответственно $V_1 = \ell \cdot S_1$ и $V_2 = \ell \cdot S_2$, а относительные объемы, занимаемые этими доменами – $n_1 = S_1/(S_1 + S_2)$ и $n_2 = S_2/(S_1 + S_2)$. Для параллельного соединения сопротивлений проводников имеем:



Рисунок 1.24. Схема соединений сопротивлений доменов: I – параллельное соединение; II – последовательное соединение. Стрелки показывают направление векторов L в доменах 1 и 2. На рисунке также показаны: длина домена (ℓ) и площадь поперечного сечения (*S*).

$$\frac{1}{\rho \frac{\ell}{(S_1 + S_2)}} = \frac{1}{\rho_1 \frac{\ell}{S_1}} + \frac{1}{\rho_2 \frac{\ell}{S_2}} , \qquad (1.48)$$

откуда получим:

$$\rho = \frac{\rho_1 \rho_2}{\rho_2 \frac{S_1}{(S_1 + S_2)} + \rho_1 \frac{S_2}{(S_1 + S_2)}} = \frac{\rho_1 \rho_2}{\rho_2 n_1 + \rho_1 n_2} , \qquad (1.49)$$

где ρ - удельное сопротивление образца с двумя доменами.

При расположении по типу (II) сопротивления включены последовательно, следовательно:

$$\rho = n_1 \rho_1 + n_2 \rho_2 \tag{1.50}$$

Пусть в магнитном поле

$$\rho_{1} = \rho^{0} + \Delta \rho_{1} , \ \rho_{2} = \rho^{0} + \Delta \rho_{2}, \qquad (1.51)$$

$$\Delta \rho_{1} = \rho_{1}^{0} + \Delta \rho_{1}(H) \; ; \; \Delta \rho_{2} = \rho_{2}^{0} + \Delta \rho_{2}(H) \tag{1.52}$$

где ρ^0 - удельное сопротивление, не связанное с магнитным упорядочением, $\rho_{1,2}^0$ - сопротивления, обусловленные магнитным упорядочением при H = 0, $\Delta \rho_{1,2}$ - добавки к удельному сопротивлению доменов 1 и 2 в магнитном поле, описываемые выражением (1.47).

С учетом (1.49) и (1.50) с учетом (1.51), (1.52) выражения примут вид:

$$\rho = \rho^{0} + n_{1}\Delta\rho_{1} + n_{2}\Delta\rho_{2} - \frac{n_{1}n_{2}(\Delta\rho_{1} - \Delta\rho_{2})^{2}}{\rho^{0} + n_{2}\Delta\rho_{1} + n_{1}\Delta\rho_{2}}, \qquad (1.53)$$

$$\rho = \rho^0 + n_1 \Delta \rho_1 + n_2 \Delta \rho_2 \tag{1.54}$$

Видно, что изменение сопротивления в магнитном поле будет описываться единым выражением (1.54) и не будет зависеть от типа соединения доменов, если пренебречь последним слагаемым в выражении (1.53). Так как концентрации магнитных фаз по порядку величины близки к единице, то условие малости последнего слагаемого в (1.53) можно записать в виде:

$$(\Delta \rho_1 - \Delta \rho_2)^2 \ll \rho^0 + \Delta \rho_1 + \Delta \rho_2 \tag{1.55}$$

Ниже на примере реального антиферромагнетика с взаимно перпендикулярными векторами антиферромагнетизма будет показано, что разность ($\Delta \rho_1 - \Delta \rho_2$) сопротивлений доменов в нулевом магнитном поле в ~10³ раз меньше результирующего сопротивления монокристалла, что указывает на справедливость соотношений (1.55).

Таким образом, введение в рассмотрение концентраций магнитных фаз позволяет перейти от модели двух доменов идеальной формы, изображенных на рисунке 1.26, к описанию сопротивления многодоменных с помощью выражения (1.54), с одной стороны. С другой стороны, выражение (1.54) описывает изменение сопротивления в магнитном поле как через зависимости $\Delta \rho_1(H)$ и $\Delta \rho_2(H)$, описываемые внутри отдельных доменов с помощью выражения (1.47), так и через полевые зависимости концентраций магнитных фаз $n_1(H)$ и $n_2(H)$.

Рассмотрим сначала случай поперечного магнитосопротивления, когда вектор **H** перпендикулярен плоскости антиферромагнетизма. Для рассматриваемого случая имеем $\rho_{1,2} = (\rho_{1,2})_t^z$, $n_{1,2} = (n_{1,2})_t^z$, где индекс *t* означает, что **H** \perp **L** (поперечный эффект), а индекс *z* – **H** перпендикулярен плоскости антиферромагнетизма.

Из симметрии задачи следует, что в фазе 1 и в фазе 2 – $I_z = \chi_{\perp}^z H_z$, где χ_{\perp}^z перпендикулярная по отношению к **H** восприимчивость, когда вектор **H** перпендикулярен плоскости антиферромагнетизма.

Учтем, что $n_1 + n_2 = 1$, $L^2 = L_0^2 - I^2$, $I_z = \chi_{\perp}^z H_z$, где L_0 - модуль вектора антиферромагнетизма. В фазе 1: $L_x = 0$, $L_y = L$, а в фазе 2: $L_x = L$, $L_y = 0$. Кроме того, при данной ориентации **H** концентрации магнитных фаз не зависят от *H* и остаются равными исходным (при H = 0) $n_1(0)$ и $n_2(0)$.

Исходя из вышеперечисленных условий, соотношений (1.41) и (1.51), получим для поперечного сопротивления

$$\rho_t^z = \rho^0 + \Delta \rho_0 + B_t^z H_z^2 , \qquad (1.56)$$

где

$$\Delta \rho_0 = \left(\alpha_{1122}^{LL} n_1(0) + \alpha_{1111}^{LL} n_2(0) \right) L_0^2$$
(1.57)

$$B_t^z = \alpha_{1133}^{HH} + \alpha_{1133}^{HI} \chi_{\perp}^z + \left(\alpha_{1133}^{II} - \alpha_{1111}^{IL} n_2(0) - \alpha_{1122}^{LL} n_1(0)\right) \left[\chi_{\perp}^z\right]^2$$
(1.58)

Для магнитосопротивления получим:

$$\left[\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right]_t^z = \frac{\rho_t^z(H) - \rho_0}{\rho_0} = \frac{1}{\rho_0} B_t^z H_z^2 , \qquad (1.59)$$

где $\rho_0 = \rho^0 + \Delta \rho_0$ - исходное (при H = 0) удельное сопротивление.

Сопротивление в исходном состоянии за счет $\Delta \rho_0$, согласно (1.54), и коэффициент B_t^z , согласно (1.58), оказываются зависящими от исходной концентрации магнитных фаз

и материальных постоянных. Поэтому зависимость магнитосопротивления от H_z определяется лишь внутридоменными процессами. Из этих процессов участвует процесс сгиба намагниченностей подрешеток относительно друг друга (χ_{\perp}), а также процессы, не связанные с магнитным упорядочением и определяемые постоянной α_{1133}^{HH} .

Рассмотрим теперь продольное и поперечное магнитосопротивление, когда поле **H** лежит в плоскости антиферромагнетизма и направлено вдоль одной и другой из осей антиферромагнетизма. В этом случае необходимо учитывать существование при заданном *H* неоднозначных магнитных состоянии, проявляющихся, в частности, в гистерезисе кривых намагничивания рассматриваемых антиферромагнетиков.

Для описания зависимостей магнитосопротивления от магнитного поля, соответствующих девственной кривой и ветвям петли гистерезиса, удобно использовать единое определение магнитосопротивления:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho_0} = \frac{\rho(H) - \rho_0}{\rho_0} , \qquad (1.60)$$

где ρ_0 – удельное сопротивление образца при H = 0 в состоянии, полученном при охлаждении образца в нулевом магнитном поле от $T > T_N$ до температуры измерения. В этом состоянии концентрации магнитных фаз равны $n_1(0)$ и $n_2(0)$.

Введем обозначения для $n_{1,2}$ и $\rho_{1,2}$ при описании соответственно продольное (ℓ) и поперечного (t) магнитосопротивлений в плоскости антиферромагнетизма $(xy) : (n_{1,2}^{\ell})^{xy}$, $(\rho_{1,2})^{xy}_{\ell}$, $(n_{1,2}^{t})^{xy}$, $(\rho_{1,2})^{xy}_{\ell}$. Далее для всех величин, определяющих эффекты в плоскости антиферромагнетизма, для сокращения записи индекс *xy* будем опускать.

Рассмотрим продольное магнитосопротивление. Для магнитной фазы с концентрацией n_1^{ℓ} имеем: $L_y^2 = L_0^2 - (\chi_{\perp}H)^2$, $I_x = \chi_{\perp}H_x$, а для фазы с концентрацией n_2^{ℓ} : $L_x = L_0$, $I_x = \chi_{\parallel}H_x$, где χ_{\perp} и χ_{\parallel} - параллельная и перпендикулярная к **H** восприимчивости в плоскости антиферромагнетизма. Согласно (1.47) и (1.54) получим:

$$\rho_{\ell} = \rho^{0} + \left(\alpha_{1122}^{LL}n_{1}^{\ell} + \alpha_{1111}^{LL}n_{2}^{\ell}\right)L_{0}^{2} + \left(\alpha_{1111}^{HH}n_{1}^{\ell} + B_{1}^{\ell}n_{1}^{\ell} + B_{2}^{\ell}n_{2}^{\ell}\right)H_{x}^{2}, \qquad (1.61)$$

где коэффициенты $B_{1,2}^{\ell}$ не зависят от H и определяются материальными термодинамическими постоянными:

$$B_{1}^{\ell} = \alpha_{1111}^{HI} \chi_{\perp} + (\alpha_{1111}^{II} - \alpha_{1122}^{LL}) \chi_{\perp}^{2}; \quad B_{2}^{\ell} = \alpha_{1111}^{HI} \chi_{\parallel} + \alpha_{1111}^{II} \chi_{\parallel}^{2}.$$
(1.62)

При выводе соотношения (1.61) предполагалось, что во всех доменах векторы антиферромагнетизма не меняют своей ориентации при намагничивании в плоскости антиферромагнетизма. Такое предположение справедливо для антиферромагнетиков, у которых $H^* << H_0$. Для них в полях $H^* < H < H_0$ домены, в которых L параллелен или антипараллелен H и при $H = H_0$ должен был бы происходить скачкообразный поворот вектора L на 90⁰, за счет смещения границ поглощаются доменами, в которых L \perp H.

Рассмотрим сначала полевую зависимость магнитосопротивления, соответствующего девственной кривой намагничивания.

Для продольного магнитосопротивления, согласно (1.54) и (1.61) получим:

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell} = \frac{\rho_{\ell} - \rho_0}{\rho_0} = \frac{1}{\rho_0} \left\{ \left(\alpha_{1111}^{HH} + B_1^{\ell} n_1^{\ell} + B_2^{\ell} n_2^{\ell}\right) H_x^2 + \left(\alpha_{1122}^{LL} \left[n_1^{\ell} - n_1(0)\right] + \alpha_{1111}^{LL} \left[n_2^{\ell} - n_2(0)\right] \right) L_0^2 \right\}$$
(1.63)

Аналогично для поперечного магнитосопротивления при намагничивании в плоскости антиферромагнетизма будем иметь:

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_t = \frac{\rho_t - \rho_0}{\rho_0} = \frac{1}{\rho_0} \left\{ \left(\alpha_{1122}^{HH} + B_1^t n_1^t + B_2^t n_2^t\right) H_y^2 + \left(\alpha_{1122}^{LL} \left[n_1^t - n_1(0)\right] + \alpha_{1111}^{LL} \left[n_2^t - n_2(0)\right] \right) L_0^2 \right\}$$
(1.64)

$$B_{1}^{t} = \alpha_{1122}^{HI} \chi_{\parallel} + \alpha_{1122}^{II} \chi_{\parallel}^{2}, \quad B_{2}^{t} = \alpha_{1122}^{HI} \chi_{\perp} + \left(\alpha_{1122}^{II} - \alpha_{1111}^{LL}\right) \chi_{\perp}^{2}$$
(1.65)

В области полей $H >> H^*$, когда процессы смещения 90-градусных границ закончены и во всем образце вектор антиферромагнетизма перпендикулярен приложенному полю ($\mathbf{L} \perp \mathbf{H}$), имеем соответственно для продольного ($n_1^{\ell} = 1, n_2^{\ell} = 0$) и поперечного магнитосопротивления ($n_1^{t} = 0, n_2^{t} = 1$):

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell} = A_{\ell} + \frac{1}{\rho_0} \left(\alpha_{1111}^{HH} + B_1^{\ell}\right) H_x^2, \qquad (1.66a)$$

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_t = A_t + \frac{1}{\rho_0} \left(\alpha_{1122}^{HH} + B_1^t\right) H_y^2, \qquad (1.666)$$

$$A_{\ell} = \frac{1}{\rho_0} \left(\alpha_{1122}^{LL} - \alpha_{1111}^{LL} \right) L_0^2 n_2(0), \qquad (1.67a)$$

$$A_{t} = -\frac{1}{\rho_{0}} \left(\alpha_{1122}^{LL} - \alpha_{1111}^{LL} \right) L_{0}^{2} n_{1}(0).$$
 (1.676)

Заметим, что A_{ℓ} и A_{τ} являются экстраполированными величинами магнитосопротивления из больших значений поля на нулевое значение магнитного поля (рисунок 1.25). Заметим, что эти величины имеют разные знаки. Из (1.67 a, б) следует, что

$$\frac{n_2(0)}{n_1(0)} = -\frac{A_\ell}{A_\ell}$$

С учетом того, что $n_1(0) + n_2(0) = 1$, получим следующие соотношения для определения исходных концентраций магнитных фаз через экстраполированные значения магнитосопротивления:



Рисунок 1.25. Схематичные графики для продольного (1) и поперечного (2) магнитосопротивлений, описываемых выражениями (1.66 а) и (1.66 б) для случая $H >> H^*$.

С учетом (1.67а) и (1.67б) выражения (1.63) и (1.64) можно представить в виде:

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell} = \frac{1}{\rho_0} \left(\alpha_{1111}^{HH} + B_1^{\ell} n_1^{\ell} + B_2^{\ell} n_2^{\ell}\right) H_x^2 + (A_\ell - A_\ell) \left[n_2(0) - n_2^{\ell}\right]$$

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell} = \frac{1}{\rho_0} \left(\alpha_{1122}^{HH} + B_1^{\ell} n_1^{\ell} + B_2^{\ell} n_2^{\ell}\right) H_y^2 - (A_\ell - A_\ell) \left[n_1(0) - n_1^{\ell}\right]$$
(1.69)

В главе 1.3 были установлены зависимости от напряженности магнитного поля концентраций магнитных фаз, в которых $L \parallel H$ и $L \perp H$. Для рассматриваемых в (1.69) концентраций магнитных фаз можно записать:

$$n_{2}^{\ell} = \frac{1}{1 + \exp\left\{\left(\frac{H}{H^{*}}\right)^{2} + a^{\ell}\right\}}, \qquad n_{1}^{\ell} = 1 - n_{2}^{\ell};$$
$$n_{1}^{t} = \frac{1}{1 + \exp\left\{\left(\frac{H}{H^{*}}\right)^{2} + a^{\ell}\right\}}, \qquad n_{2}^{t} = 1 - n_{1}^{t}, \qquad (1.70)$$

где H^* – значение поля, определяемое из зависимости от H обратимой восприимчивости на девственной кривой; $a^{\ell,t}$ – константы, определяемые концентрациями магнитных фаз при H = 0. Из (1.68) и (1.70) следует, что

$$a^{\ell} = -a^{t} = \ln\left(-\frac{A_{t}}{A_{\ell}}\right) \tag{1.71}$$

Выражения (1.69) совместно с (1.70) и (1.71) описывают полевую зависимость продольного и поперечного магнетосопротивлений с учетом процессов смещения доменных границ при намагничивании по девственной кривой.

Перейдем теперь к описанию полевой зависимости магнетосопротивления, соответствующего нисходящей ветви петли гистерезиса.

Рассмотрим сначала продольное магнетосопротивление. Из-за существования необратимых процессов смещения границ концентрация фазы n_2^{ℓ} , в которой **L** || **H**, на нисходящей ветви петли гистерезиса уменьшится при H = 0 на величину $\Delta n_2(0)$ по сравнению с исходной концентрацией $n_2(0)$ на девственной кривой. Это приведет к изменению магнетосопротивления при H = 0 на величину Δ_{ℓ} . Из (1.69) имеем

$$\Delta_{\ell} = \left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell}\Big|_{H=0} = (A_{\ell} - A_{\ell})\Delta n_2(0)$$
(1.72)

Поэтому для определения остаточных концентраций магнитных фаз (при *H* = 0) согласно (1.68) и (1.72) получим

$$(n_{2}^{\ell})_{ocm} = n_{2}(0) - \Delta n_{2}(0) = \frac{A_{\ell} - \Delta_{\ell}}{A_{\ell} - A_{t}} \quad ; \quad (n_{1}^{\ell})_{ocm} = 1 - (n^{\ell})_{ocm}$$
(1.73)

Аналогичным образом можно определить остаточные концентрации магнитных фаз для поперечного магнетосопротивления:

$$(n_1^t)_{ocm} = \frac{A_t - \Delta_t}{A_t - A_\ell}; \quad (n_2^t)_{ocm} = 1 - (n_1^t)_{ocm}$$
(1.74)

где

$$\Delta_t = (A_\ell - A_t) \Delta n_1(0)$$

Найденным величинам $(n_1^t)_{ocm}$ и $(n_2^t)_{ocm}$ будут соответствовать, согласно (1.70), значения $a_{mucx}^{\ell,t}$:

$$a_{\mu\nu\alpha}^{\ell} = \ln \frac{\Delta_{\ell} - A_{\ell}}{A_{\ell} - \Delta_{\ell}}, \qquad a_{\mu\nu\alpha}^{\prime} = \ln \frac{\Delta_{\ell} - A_{\ell}}{A_{\ell} - \Delta_{\ell}}$$
(1.75)

Формулы (1.69) остаются справедливыми для описания изменения с полем магнетосопротивления на нисходящей ветви петли гистерезиса, только в этом случае концентрации фаз определяются значениями $a_{nucx}^{\ell,t}$ и соответствующей величиной H_{nucx}^* для нисходящей ветви петли гистерезиса.

Анализ постоянных $B_{1,2}^{\ell,t}$, входящих в соотношения (1.69), позволяет судить о том, какими внутридоменными процессами определяется магнетосопротивление.

Как видно из (1.66 а, б) для девственной кривой и нисходящей петли гистерезиса в полях $H >> H^*$ для продольного и поперечного магнетосопротивлений в плоскости антиферромагнетизма имеет место квадратичная зависимость от H. При этом, согласно (1.62) и (1.65) магнетосопротивление определяется сгибом намагниченностей подрешеток относительно друг друга и процессами, не зависящими от магнитного упорядочения $(\alpha_{1111}^{HH}, \alpha_{1122}^{HH})$. В области слабых полей зависимость магнетосопротивления от H определяется одновременно процессами смещения границ (зависимостями $n_{1,2}(H)$) и внутридоменными процессами. Помимо этого оно определяется процессами, не связанными с магнитным упорядочением $(\alpha_{1111}^{HH}, \alpha_{1122}^{HH})$.

Аналогичное рассмотрение можно провести и для восходящей ветви петли гистерезиса. В этом случае остаточные концентрации магнитных фаз будут такими же, как на нисходящей ветви, однако характерное поле H_{socx}^* на восходящей ветви будет отличаться от H_{sucx}^* на нисходящей ветви.

Экспериментальные исследования магнитосопротивления проводились на монокристалле FeGe₂. Как следует из анализа кривых намагничивания, проведенного в п. 1.3, в этом соединении при температурах ниже $T_1 = 265$ к имеются две взаимно антиферромагнетизма перпендикулярные оси в базисной плоскости (001). ориентированные вдоль кристаллографических направлений [110] и [110]. Пропуская электрический ток вдоль оси [110], в FeGe₂ можно выделить два типа доменов с L || J и $\mathbf{L} \perp \mathbf{J}$. рассматривались в которые И предложенной выше теории. Лля экспериментального изучения магнитосопротивления представляли интерес такие случаи ориентации магнитного поля, для которых выше были получены теоретические выражения $\Delta \rho / \rho_0(H)$. Поэтому зависимость магнитосопротивления от H при $\mathbf{J} \parallel [110]$ исследовалось для случаев: 1) $\mathbf{H} \| [110] \| \mathbf{L}$ (продольное); 2) $\mathbf{H} \| [1\overline{10}] \| \mathbf{L}$ (поперечное); 3) Н∥[001]⊥L (поперечное магнитосопртивление при намагничивании перпендикулярно плоскости антиферромагнетизма).



Рисунок 1.26. Зависимость поперечного магнитосопро-тивления FeGe₂ от квадрата напряженности магнитного поля, измеренные при **H** || [001] и *T*=106 К. Точками показаны экспериментальные данные.

На рисунке 1.26 представлена кривая зависимости поперечного магнитосопротивления при ориентации поля **H** вдоль тетрагональной оси [001] при *T* = 106 K [56]. Как видно из рисунка, в соответствии с теорией наблюдается линейная зависимость от квадрата напряженности магнитного поля.

На рисунке 1.27 приведены зависимости от *H* продольного $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell}$ (кривая 1) и поперечного в плоскости $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell}$ (кривая 3) магнитосопротивлений, соответствующих девственной кривой намагничивания, измеренные при *T* = 106 К.

Для выделения четного эффекта зависимости магнитосопротивления от H с соблюдением условия, чтобы исходные концентрации магнитных фаз оставались одинаковыми в исходном состоянии (при H = 0), была осуществлена следующая процедура измерений. Образец охлаждался в нулевом магнитном поле от температуры, превышающей температуру Нееля ($T_2 = 287$ K), до температуры измерения. Измерения полевой зависимости сопротивления производились при увеличении H. Поле выключалось. Затем образец вновь нагревался до $T > T_N$, охлаждался в нулевом магнитном поле до температуры измерения. Измерения сопротивления сопротивления от H осуществлялись также при увеличении модуля H, но при ориентации H в противоположном направлении. Величины ($\Delta \rho / \rho_0$)_{*t*,*t*} определялись как полусумма вышеупомянутых величин, измеренных при противоположных ориентациях H.



Рисунок 1.27. Зависимости от напряженности магнитного поля продольного $\left(\Delta
ho/
ho_{_0}
ight)_\ell$ (кривые 1,2) и поперечного в плоскости антиферромагнетизма $(\Delta \rho / \rho_0)_t$ (кривые 3,4) магнитосопротивлений FeGe2 при T=106 К. Кривые 1 и 3 соответствуют девственной кривой намагничивания, кривые 2,4 - нисходящей ветви петли гистерезиса. Сплошные кривые – расчет на основе формул (1.76), (∘ и •) – эксперимент.

Остановимся подробнее на построении расчетных кривых.

Проведенные исследования $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}$ в парамагнитной области (*T* > 300K) показали, что магнитосопротивление, не связанное с магнитным упорядочением, меньше $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}$ при *T* = 106 K в ~10² раз. Поэтому при построении расчетных кривых по формулам (1.69) можно пренебречь членами, не зависящими от магнитного упорядочения $(a_{1111}^{HH}, a_{1122}^{HH})$. Выражения (1.69) тогда примут вид

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_{0}}\right)_{\ell} = \frac{1}{\rho_{0}} \left(B_{1}^{\ell} n_{1}^{\ell} + B_{2}^{\ell} n_{2}^{\ell}\right) H_{x}^{2} + (A_{\ell} - A_{\ell}) \left[n_{2}(0) - n_{2}^{\ell}\right]$$

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_{0}}\right)_{t} = \frac{1}{\rho_{0}} \left(B_{1}^{t} n_{1}^{t} + B_{2}^{t} n_{2}^{t}\right) H_{y}^{2} - (A_{\ell} - A_{\ell}) \left[n_{1}(0) - n_{1}^{\ell}\right]$$
(1.76)

Для построения расчетных кривых значения $\frac{1}{\rho_0}B_1^{\ell,t}$ и $\frac{1}{\rho_0}B_2^{\ell,t}$, A_ℓ и A_t определялись из экспериментальных кривых. Исходя из (1.70), A_ℓ и A_t находились экстраполяцией на поле H = 0 (рисунок 1.25) кривых $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}(H)$, снятых в полях $H >> H^*$. Они оказались равными $A_\ell = 10.9 \cdot 10^{-4}$, $A_t = -7.8 \cdot 10^{-4}$. Из этих величин были определены, согласно (1.68) и (1.71), исходные концентрации магнитных фаз: $n_1(0) = 0.42$ и $n_2(0)$

=0.58, а также константы $a^{\ell,t}$. При известных $a^{\ell,t}$ и H^* вычислялись зависимости от H концентраций магнитных фаз $n_{1,2}^{\ell,t}$ следуя (1.70). Для H^* бралась величина $H^* = 1.55$ кЭ, найденная из кривой зависимости обратимой восприимчивости от H (п. 1.5).

Величины $\frac{1}{\rho_0}B_1^\ell$ и $\frac{1}{\rho_0}B_2^t$ определялись методом наименьших квадратов по экспериментальным кривым $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}(H)$ в области полей $H >> H^*$, где слагаемые с B_1^ℓ и B_2^t стремятся к нулю и зависимости магнетосопротивлений от H в (1.76) являются квадратичными (рисунок 1.25).

После подстановки найденных величин в выражение (1.76) остаются неизвестными коэффициенты $\frac{1}{\rho_0}B_2^\ell$ и $\frac{1}{\rho_0}B_1^\prime$. Для их определения по методу наименьших квадратов использовались экспериментальные данные во всей области исследуемых полей, включая слабые поля, где имеют место процессы смещения доменных границ.

На рисунке 1.27 приведены также кривые полевых зависимостей продольного (кривая 2) и поперечного (кривая 4) магнитосопротивлений, соответствующих нисходящей ветви петли гистерезиса $(\Delta \rho / \rho_0)_{\mu \mu c x}$. Измерения сопротивления в магнитном поле в этом случае проводились при уменьшении *H* от максимального значения до нуля. Такие же измерения сопротивления осуществлялись при противоположном направлении поля. Величины магнитосопротивления определялись как полусумма соответствующих величин при противоположных направлениях **H**.

Расчетные кривые построены по формулам (1.76), в которых величины $A_{\ell,t}, \frac{1}{\rho_0}B_{1,2}^{\ell,t}$ и $n_{1,2}(0)$ были уже найдены по кривым магнитосопротивления, соответствующим девственной кривой намагничивания. Зависимости $n_{1,2}^{\ell,t}(H)$ определялись по (1.70) с учетом (1.75). Величины Δ_{ℓ} и Δ_{t} , найденные по экспериментальным кривым, оказались равными $\Delta_{\ell} = 3 \cdot 10^{-4}$ и $\Delta_{t} = -3 \cdot 10^{-4}$. Для поля H^* бралась величина $H^* = 0.96$ кЭ, найденная из зависимости от H обратимой восприимчивости на нисходящей ветви петли гистерезиса.

Из кривых магнитосопротивлений, соответствующих нисходящей ветви, с учетом (1.67) и (1.68) определены остаточные концентрации магнитных фаз: $(n_1^{\ell})_{res} = 0.58, (n_2^{\ell})_{res} = 0.42, (n_1^{\ell})_{res} = 0.25, (n_2^{\ell})_{res} = 0.75.$

Как видно из рисунка 1.27, наблюдается хорошее согласие между расчетными и экспериментальными кривыми как для магнитосопротивлений $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}$, соответствующих девственной кривой намагничивания (кривые 1,3), так и для кривых, соответствующих нисходящей ветви петли гистерезиса (кривые 2,4).

Полученные в п.1.8 результаты свидетельствуют о том, что использованный подход для описания гальваномагнитных свойств антиферромагнетиков с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости, учитывающий изменение концентраций магнитных фаз, адекватно описывает изменение магнитосопротивление монокристалла FeGe₂ для исследованных трех случаев направления магнитного поля: $\mathbf{H} \parallel [110] \parallel \mathbf{L}$; $\mathbf{H} \parallel [001] \perp \mathbf{L}$. Следует также отметить, что в данном подходе концентрации магнитных фаз могут быть получены из магниторезистивных данных.

В указанном подходе можно получить также выражения для продольного и поперечного магнитосопротивлений для случая направления магнитного поля вдоль симметричного относительного осей антиферромагнетизма направления ($\mathbf{H} \parallel [100]$). При этом, как показали вычисления, указанные выражения содержат тот же набор материальных постоянных ($\chi_{\perp}, \chi_{\parallel}, H^*, H_0$) и кинетических коэффициентов, что и в рассмотренных выше случаях. Это, в принципе, позволяет описать соответствующие дополнительные экспериментальные полевые зависимости магнитосопротивления. Однако в этом случае полученные формулы для магнитосопротивления входят слагаемые в 4-й и 6-й степени по магнитному полю, и как показали проведенные исследования, точности определения различных материальных постоянных, входящих в формулы, не достаточно для удовлетворительного описания соответствующих экспериментальных данных. По этой причине полученные теоретические и экспериментальные результаты исследования магнитосопротивления для случая $\mathbf{H} \parallel [100]$ в данной работе не приводятся.

1.8.3 Температурные зависимости кинетических постоянных

В п.1.8.2 показано, что используя материальные постоянные, определенные из анализа кривых намагничивания и обратимой восприимчивости антиферромагнетика FeGe₂ с двумя осями антиферромагнетизма в базисной плоскости, а также используя полученные выражения для магнитосопротивления, учитывающие изменение концентраций магнитных фаз от магнитного поля, можно описать экспериментальные кривые для продольного и поперечного магнитосопротивления и получить численные значения кинетических постоянных, входящих в соответствующие выражения. При этом в

предыдущем пункте были использованы экспериментальные данные для магнитосопротивления, полученные только при одной температуре в *T*=106 К. Если провести подобные исследования при различных температурах, то можно определить температурные зависимости кинетических постоянных.

Ниже приведены результаты исследования зависимостей от величины поля *Н* продольного и поперечного магнитосопротивления в базисной плоскости в интервале температур от 86 до 220 К в монокристалле FeGe₂ [58]. Анализ этих зависимостей позволил установить величины и знаки кинетических постоянных разных типов, а также определить их температурные зависимости. Упомянутые сведения о кинетических постоянных могут оказаться полезными для выяснения их физической природы и для построения микроскопической теории магнитосопротивления в антиферромагнетиках.

Для последующего анализа в выражениях (1.69) можно ввести сокращенные обозначения, уменьшающие число используемых индексов у кинетических постоянных, а именно:

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_{\ell} = \frac{1}{\rho_0} \left\{ \left(\alpha_1^{BB} + B_1^{\ell} n_1^{\ell} + B_2^{\ell} n_2^{\ell}\right) H_x^2 + \alpha^{LL} \left(n_1^{\ell} - n_1(0)\right) L^2 \right\},$$
(1.77)

$$B_1^{\ell} = \left(\alpha_1^{BM} + \alpha_1^{MM} \chi_{\perp}\right) \chi_{\perp}, B_2^{\ell} = \left(\alpha_1^{BM} + \alpha_1^{MM} \chi_{\parallel}\right) \chi_{\parallel};$$
(1.78)

$$\left(\frac{\Delta\rho}{\rho_0}\right)_t = \frac{1}{\rho_0} \left\{ \left(\alpha_2^{BB} + B_1^t n_1^t + B_2^t n_2^t\right) H_y^2 + \alpha^{LL} \left(n_1^t - n_1(0)\right) L^2 \right\};$$
(1.79)

$$B_1^t = \left(\alpha_2^{BM} + \alpha_2^{MM} \chi_{\parallel}\right) \chi_{\parallel}, B_2^t = \left(\alpha_2^{BM} + \alpha_2^{MM} \chi_{\perp}\right) \chi_{\perp}.$$
(1.80)

Величины $\alpha_{1,2}^{BB}$, $\alpha_{1,2}^{BM}$, $\alpha_{1,2}^{MM}$, $\alpha_{1,2}^{LL}$, - кинетические постоянные, характеризующие эффекты *BB*-, *BM*-, *MM* и *LL*-типов и выражающиеся через коэффициенты разложения тензора удельного электросопротивления (1.44). Введена сокращенная запись индексов:

$$\alpha_{1111} = \alpha_1, \ \alpha_{1122} = \alpha_2 \ \text{M} \ \alpha^{LL} = \alpha_{1122}^{LL} - \alpha_{1111}^{LL}.$$

Из (1.78) и (1.80) можно определить следующие кинетические постоянные:

$$\alpha_1^{BM} = -\frac{B_1^{\ell} \chi_1^2 - B_2^{\ell} \chi_{\perp}^2}{\chi_{\perp} \chi_{\parallel} (\chi_{\perp} - \chi_{\parallel})}, \qquad (1.81)$$

$$\alpha_2^{BM} = \frac{B_1^t \chi_\perp^2 - B_2^t \chi_\parallel^2}{\chi_\perp \chi_\parallel (\chi_\perp - \chi_\parallel)},\tag{1.82}$$

$$\boldsymbol{\alpha}_{1}^{MM} = -\frac{B_{1}^{\ell} \boldsymbol{\chi}_{\parallel} - B_{2}^{\ell} \boldsymbol{\chi}_{\perp}}{\boldsymbol{\chi}_{\perp} \boldsymbol{\chi}_{\parallel} (\boldsymbol{\chi}_{\perp} - \boldsymbol{\chi}_{\parallel})}, \qquad (1.83)$$
$$\alpha_2^{MM} = -\frac{B_1^t \chi_\perp - B_2^t \chi_{\Pi}}{\chi_\perp \chi_\parallel (\chi_\perp - \chi_\parallel)}.$$
(1.84)

Из (1.67а) и (1.67.б) получим

$$\alpha^{LL} = \frac{\rho_0 (A_\ell - A_\iota)}{L^2}.$$
 (1.85)

При рассмотрении продольного и поперечного магнитосопротивлений в базисной плоскости необходимо учитывать существование при заданном H неоднозначных магнитных состояний. Намагничивание может происходить по девственной кривой, а также по восходящей и нисходящей ветвям петли гистерезиса. Этим процессам соответствуют разные зависимости $\Delta \rho / \rho_0$ от H, каждая из которых может быть использована для определения одних и тех же кинетических постоянных. Ниже приведены результаты исследования магнитосопротивления, соответствующего девственной кривой намагничивания.

Кривые зависимостей от H продольного $\left(\Delta \rho / \rho_0\right)_\ell$ и поперечного в базисной плоскости $(\Delta \rho / \rho_0)_t$ магнитосопротивлений в монокристалле FeGe₂ были сняты при температурах: 86, 106, 150, 177, 195, 219 К. На рисунках 1.28 и 1.29 представлены некоторые из них. Сплошные кривые – расчетные, точки – экспериментальные данные. Величины $B_{1,2}^{\ell,t}$ определялись при каждой температуре из экспериментальных кривых $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,l}(H)$ по методу наименьших квадратов в пренебрежении членом $\alpha_{1,2}^{BB}$, обусловленным магнитным полем. Оценки показывают, что этот вклад в исследуемом монокристалле намного меньше вкладов, вызванных магнитным упорядочением. Величины $(1/\rho_0)B_1^\ell$ и $(1/\rho_0)B_2^\ell$ определялись методом наименьших квадратов по экспериментальным кривым $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}(H)$ в области полей $H >> H^*$, где зависимости магнитосопротивления от Н являются квадратичными. Для определения по методу наименьших квадратов величин $(1/\rho_0)B_2^t$ и $(1/\rho_0)B_1^t$ использовались экспериментальные данные во всей области исследуемых полей, включая слабые поля, где имеют место процессы смещения доменных границ. Значения А_ℓ и A_ℓ найдены экстраполяцией на H = 0 кривых $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}(H)$, снятых в полях $H >> H^*$. Исходные концентрации магнитных фаз $n_1(0)$ и $n_2(0)$ определялись с помощью (1.68) по значениям A_ℓ и A_ℓ .





Рисунок 1.28. Зависимости от магнитного поля продольного магнитосопротивления $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell}$ в FeGe₂ при температурах: 1 – 86; 2 – 106; 3 – 135; 4 – 150; 5 – 195 К. Сплошные кривые – расчет, точки – эксперимент.

Рисунок 1.29. Зависимости от магнитного поля поперечного магнитосопротивления $(\Delta \rho / \rho_0)_t$ в FeGe₂ при температурах: 1 – 86; 2 – 106; 3 – 135; 4 – 150; 5 – 195 К. Сплошные кривые – расчет, точки – эксперимент.



Рисунок 1.30. Температурная зависимость кинетических постоянных α_1^{BM} (кривая 1), α_2^{BM} (кривая 2).



Рисунок 1.31. Температурная зависимость кинетических постоянных α_1^{MM} (кривая 1), α_2^{MM} (кривая 2).

74



Рисунок 1.32. Температурная зависимость кинетической постоянной α^{LL} .

На рисунках 1.30 – 1.32 представлены температурные зависимости кинетических постоянных α_1^{BM} и α_2^{BM} , α_1^{MM} , α_2^{MM} и α^{LL} . Необходимые для вычисления этих постоянных значения χ_{\perp} и χ_{\parallel} при соответствующих температурах взяты из данных по исследованию кривых намагничивания, выполненных при различных температурах (п. 1.3), а L(T) вычислялось, следуя [57]. Из этих рисунков видно, что постоянные α_1^{BM} , α_2^{BM} , α_1^{MM} и α_2^{MM} в пределах ошибок измерений не зависят от температуры, тогда как для α^{LL} наблюдается нелинейная температурная зависимость.

Из приведенных выше экспериментальных результатов, по крайней мере для FeGe₂, можно установить следующее.

Ограничение лишь членами, квадратичными по термодинамическим переменным разложения тензора удельного электросопротивления, оказалось достаточным для описания полевых зависимостей магнитосопротивления в исследованном интервале температур.

Магнитосопротивление антиферромагнетика FeGe₂ определяется эффектами четырех типов: *BB*, *BM*, *MM* и *LL*. Первый из эффектов не связан с магнитным упорядочением и им можно пренебречь из-за его малого вклада в $(\Delta \rho / \rho_0)_{\ell,t}(H)$. Остальные три типа эффектов (*BM*, *MM* и *LL*) проявляются в одинаковой степени.

1.9 Выводы к главе 1

1. Показано, что в тетрагональных антиферромагнетиках с коллинеарной магнитной структурой и двумя взаимно перпендикулярными осями антиферромагнетизма в базисной плоскости процессы намагничивания могут быть как обратимыми, так и необратимыми.

2. Предложена модель для описания кривых намагничивания и полевой зависимости обратимой восприимчивости, хорошо описывающая соответствующие экспериментальные данные для монокристаллов FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂. Определены численные значения всех, фигурирующих в теории, материальных постоянных ($\chi_{\perp}, \chi_{\parallel}, K_4, H^*, H_0$) и их температурные зависимости.

3. Проведенный анализ обратимой и необратимой восприимчивости монокристаллов $FeGe_2$ и $Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge_2$ указывает на то, что исходная доменная структура в данных антиферромагнетиках определяется внутренними напряжениями, а процессы смещения границ обусловлены неоднородностями внутренних напряжений.

4. Проведены исследования магнитосопротивления монокристалла FeGe₂ при различных температурах в интервале от 86 К до 230 К. Предложена теоретическая модель, хорошо описывающая экспериментальные зависимости для продольного и поперечного магнитосопротивлений, полученные при различных температурах. Установлено, что на основе магниторезистивных данных можно определить значения концентраций магнитных фаз.

5. Определены численные значения кинетических постоянных, фигурирующих в теории. Установлено, что постоянные α_1^{BM} , α_2^{BM} , α_1^{MM} и α_2^{MM} в исследованном интервале температур в пределах ошибок измерений не зависят от температуры, тогда как для α^{LL} наблюдается нелинейная температурная зависимость.

Результаты, представленные в 1 главе, опубликованы в работах [26, 27, 28, 48, 56, 58].

2 ЭФФЕКТЫ АНИЗОТРОПИИ В СВЕРХРЕШЕТКАХ Fe/Cr

Во второй главе приведен краткий литературный обзор по результатам исследований магнитных металлических сверхрешеток, обладающих гигантским магнитосопротивлением (ГМС). Внимание уделено разработанным моделям и подходам, используемым для описания магнитных и магниторезистивных свойств обменносвязанных сверхрешеток. Из обзора литературных данных, в частности, следует, что изучению эффектов, связанных с наличием магнитной анизотропии в плоскости слоев сверхрешеток, уделялось незначительное внимание. В главе приведены данные нейтронографических исследований сверхрешеток Fe/Cr, показывающие возможность неоднородного перемагничивания сверхрешеток, содержащих небольшое число толстых ферромагнитных слоев. Приведены данные магнитных измерений сверхрешеток Fe/Cr, выращенных на монокристаллических подложках (100)MgO, в которых наблюдается эффект смены эффективных осей анизотропии при изменении напряженности магнитного поля. Особое внимание уделено исследованию магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешеток (210)Fe/Cr, выращенных на подложках (211)MgO и обладающих выраженной одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев. Показано, что в случае намагничивания вдоль легкой оси в них наблюдается многоступенчатый характер изменения намагниченности и магнитосопротивления, связанный с послойным перемагничиванием отдельных слоев Fe в многослойной структуре. Приведены данные о росте и характеризации аналогичных сверхрешеток (210)Fe/Cr, отличающихся толщиной слоев Fe и Cr и обладающих различным сценарием перемагничивания отдельных слоев. Выявлена зависимость характера процессов перемагничивания при изменении направления магнитного поля в плоскости слоев, проявляющегося в монотонной или многоступенчатой полевой зависимости намагниченности и магнитосопротивления. Сформулированы условия, необходимые для наблюдения множественных спин-флип переходов. Описаны результаты визуализации доменной структуры сверхрешеток, обладающих множественными спин-флип переходами. Полученные при этом данные также указывают на возможность перемагничивания многослойной структуры путем последовательного перемагничивания отдельных слоев. Из анализа контраста визуализированных доменных границ в отдельных слоях Fe определен сценарий перемагничивания для конкретной сверхрешетки. Отмечена роль индуцируемых подложкой (211)MgO упругих напряжений в сверхрешетках (210)Fe/Cr с одноосной анизотропией. Приведены данные по влиянию отжига на сценарий перемагничивания сверхрешеток с множественными спин-флип переходами.

2.1 Магнитные металлические сверхрешетки с эффектом гигантского магнитосопротивления

Магнитные металлические наноструктуры являются искусственными многослойными наноматериалами и относятся к объектам металлической спинтроники, синтез и активные исследования которых продолжаются уже около 30 лет. Периодические наноструктуры, в которых чередуются слои магнитных и немагнитных материалов с характерными толщинами в несколько нанометров, относятся к типу сверхрешеток. Одним из дополнительных свойств, по которому отличают сверхрешетки от прочих наноструктур, является сопряжение параметров кристаллической решетки соседних слоев, для которого используется термин «эпитаксия», означающий ориентированный рост одного кристалла на поверхности другого. При наличии эпитаксиального сопряжения и периодического расположения слоев различных материалов используется термин «сверхрешетка». В иных случаях используется более общее название объектов – многослойные наноструктуры. Однако в многочисленных статьях, касающихся исследований магнитных, транспортных, оптических и других свойств периодических наноструктур, в том числе и не обладающих совершенной кристаллической структурой и выраженной эпитаксией, также широко используется термин сверхрешетка. Ниже для периодических наноструктур данный термин будет использоваться вне зависимости от того, имеется или нет эпитаксиальное сопряжение параметров кристаллической структуры напыленных или выращенных слоев различных материалов.

Интерес к изучению металлических многослойных наноматериалов с эффектом гигантского магнитосопротивления (ГМС) обусловлен двумя основными причинами. Первая связана с возможностью значительного изменения их функциональных характеристик с помощью выбора технологических режимов приготовления, путём вариации композиции наноструктуры, толщины отдельных ферромагнитных и немагнитных слоев, а также с помощью внешних воздействий, что также обеспечивает разнообразие их физических свойств, представляющих интерес для фундаментальных исследований. Второй причиной является возможность использования ГМС наноструктур в широком спектре практических приложений в составе магниточувствительных сенсорных элементов и в различных устройствах магнитоэлектроники и спинтроники.

Уже в первой опубликованной работе А. Ферта и др. [59], показавшей возможность существования в сверхрешетках Fe/Cr магнитосопротивления в десятки процентов при комнатной температуре, было дано в общих чертах объяснение причины появления данного эффекта. Такой физической причиной является спин-зависимое

рассеяние электронов проводимости в магнитных сверхрешетках, означающее зависимость вероятности рассеяния электрона с определенным направлением спина от направления намагниченности в ферромагнитных слоях, который он пересекает. С точки зрения магнетизма такие объекты как обменно связанные сверхрешетки, в которых между ферромагнитными слоями существует осциллирующее обменное взаимодействие РККИ антиферромагнетиками. типа. являются искусственными Величина обменного взаимодействия в них на несколько порядков меньше интенсивности обменного взаимодействия в обычных массивных антиферромагнетиках и зависит осциллирующим образом от толщины немагнитных прослоек. Это означает, что с помощью относительно слабых магнитных полей антиферромагнитное упорядочение намагниченностей соседних ферромагнитных слоев в сверхрешетках может быть изменено на ферромагнитное. Благодаря спин-зависимому рассеянию электронов проводимости начальное магнитное состояние сверхрешетки с антиферромагнитным упорядочением и конечное магнитное состояние с ферромагнитным упорядочением обладают различным электрическим сопротивлением. Амплитуда изменения сопротивления зависит от типа используемых в сверхрешетке ферромагнитных и немагнитных материалов, их толщины, а также от многих других факторов, включая технологические, используемые в процессе приготовления сверхрешеток и влияющие на кристаллическую структуру слоев и интерфейсов.

К настоящему времени накоплен огромный фактический материал, касающийся изучения физических свойств различных типов магнитных сверхрешеток, включающий как результаты обширных экспериментальных исследований, так и разработанные теоретические модели, объясняющие наблюдаемые на эксперименте зависимости их функциональных характеристик от различных факторов. Полученные многочисленные результаты исследований различных типов сверхрешеток опубликованы в сотнях оригинальных работ, многочисленных обзорных статьях, монографиях и учебных пособиях. Среди источников с большим числом ссылок на оригинальные работы можно указать главы в книгах под редакцией К.Н.J. Buschow [60, 61] и монографиях [62, 63]. Для дальнейшего изложения нет особой необходимости делать обзор по данному широкому направлению исследований. Отметим только узкий круг вопросов и свойств магнитных сверхрешеток, имеющий отношение к описанным ниже в данной главе оригинальным результатам, в том числе касающихся эффектов анизотропии.

Перечислим основные свойства магнитных сверхрешеток.

1) Проявление осциллирующего характера косвенного обменного взаимодействия РККИ типа между ферромагнитными слоями при изменении толщины немагнитных

79

прослоек. На эксперименте данное свойство сверхрешеток проявляется, в частности, в осциллирующем характере изменения магнитосопротивления и величины поля магнитного насыщения. Такие особенности обнаружены для целого ряда различных сверхрешеток с немагнитными прослойками из V, Cu, Ag, Cr, Au, Mo, Ru, Rh, Re, Ir [64косвенное обменное взаимодействие, обеспечивающее 76]. Наиболее сильное существование в нулевом магнитном поле антиферромагнитного упорядочения магнитных моментов соседних ферромагнитных слоев, реализуется для различных сверхрешеток при толщине немагнитных прослоек около 1 нм. В этом случае говорят о первом антиферромагнитном максимуме межслойного обменного взаимодействия. Сверхрешетки с такими толщинами немагнитных прослоек обладают наибольшими значениями магнитосопротивления и наибольшими полями магнитного насыщения – от нескольких килоэрстед до нескольких десятков килоэрстед. При этом наибольшие поля магнитного насыщения наблюдаются в случае использования в сверхрешетках тонких ферромагнитных слоев – менее 1 нм.

2) Для обменно связанных сверхрешеток с антиферромагнитным упорядочением наблюдается выраженная корреляция между магнитными и магниторезистивными свойствами. Данная особенность непосредственно связана с проявлением спинзависимого рассеяния электронов проводимости. Изменение электросопротивления в таких сверхрешетках определяется взаимной ориентацией намагниченностей соседних слоев, которая изменяется во внешнем магнитном поле, проходя состояния от антиферромагнитного – в нулевом магнитном поле, до ферромагнитного – в поле магнитного насыщения. Такая корреляция между магнитными и магниторезистивными свойствами установлена экспериментально для разных типов сверхрешеток, а также описана теоретически (см., например, [77, 78]).

3) Несмотря на большие величины магнитосопротивления, наблюдающиеся в сверхрешетках для первого антиферромагнитного максимума межслойного обменного взаимодействия, магниторезистивная чувствительность у них остается относительно небольшой – несколько тысячных процента на эрстед. По этой причине сверхрешетки с тонкими немагнитными прослойками (около 1 нм), как правило, представляют интерес больше для фундаментальных исследований, чем для практических приложений. На их основе, в частности, отрабатываются технологические и методические вопросы по росту или напылению многослойных наноструктур с наиболее совершенными границами. При этом одной из основных задач в большом числе публикаций является изучение факторов, влияющих на транспортные свойства магнитных сверхрешеток и получение образцов с максимально возможными величинами магнитосопротивления. В результате проведенных

80

исследований в различных исследовательских группах были установлены несколько типов сверхрешеток, демонстрирующих наиболее высокие значения магнитосопротивления. Например, в ряде работ для сверхрешеток Co/Cu получены величины магнитосопротивления около 70 % при комнатной температуре [79 – 82], для Co₉₀Fe₁₀/Cu – (55–63) % [83, 84], для Fe/Cr – 42% [85], для многослойной системы на основе пермаллоя Ni₈₀Fe₂₀/Cu – 24 % [86].

4) Для сверхрешеток с сильным антиферромагнитным обменным взаимодействием и большими значениями магнитосопротивления анизотропия в плоскости слоев, как правило, не оказывает существенного влияния на процессы перемагничивания. Это следует, в частности, из-за большого отличия энергии межслойного обменного взаимодействия и энергии кристаллографической магнитной анизотропии в отдельных ферромагнитных слоях. Если поле анизотропии слоя Fe, находящегося В монокристаллическом состоянии, составляет величину около 500 Э и менее, что определяется толщиной слоя, то поле магнитного насыщения, обусловленное величиной межслойного обменного взаимодействия, для сверхрешеток Fe/Cr с толщиной слоев Cr, соответствующей первому максимуму антиферромагнитного обменного взаимодействия, составляет (10-20) кЭ [59], а для сверхтонких ферромагнитных слоев, толщиной около 5Å, – приближается к 100 кЭ [85]. Слабый интерес к изучению эффектов анизотропии в обменносвязанных сверхрешетках также обусловлен тем, что величина магнитосопротивления в них убывает с увеличением толщины ферромагнитных слоев по закону $1/t_{FM}$ где t_{FM} – толщина слоя [87, 88]. Наибольшее же магнитосопротивление для различных типов сверхрешеток наблюдается в случае использования в них относительно тонких ферромагнитных слоев толщиной в (10-20) ангстрем. В таких тонких ферромагнитных слоях кристаллическая структура может быть несовершенной, что способствует уменьшению константы анизотропии в сравнении с её значением для массивного материала ИЛИ толстой магнитной пленки. Энергия анизотропии пропорциональна объему ферромагнитного материала, а следовательно, и толщине слоев соответствующих слоев в сверхрешетке. В связи с этим энергия анизотропии в плоскости слоев лля оптимизированных сверхрешеток с большими значениями магнитосопротивления является малой в сравнении с энергией межслойного обменного взаимодействия, и, как правило, не учитывается при описании магнитных и магнитотранспортных свойств. Исключение составляют наноструктуры с тонкими, в несколько атомных слоев, слоями Со, в которых наблюдается сильная анизотропия перпендикулярно слоям сверхрешетки. В таких объектах обнаружены необычные (ступенчатые) процессы перемагничивания, связанные с конкуренцией энергии

перпендикулярной анизотропии И энергии размагничивающего поля. Однако исследование данного типа наноструктур в настоящей работе не проводилось, поэтому указанные результаты будут использованы ниже лишь для сравнения при обсуждении неоднородных (многоступенчатых) процессов перемагничивания в сверхрешетках Fe/Cr. Следует отметить также работы по изучению особенностей плоскостной анизотропии в трехслойных поликристаллических пленках Co/Cu/Co с толстыми слоями Co (t_{Co} =60Å), приготовленными методом магнетронного напыления [89, 90]. В них, в частности, показано появление в плоскости слоев магнитной анизотропии 4-го порядка для толщин прослойки Си, соответствующих 1-му и 2-му антиферромагнитному максимуму, в то время как при ферромагнитном межслойном взаимодействии в плоскости слоев обнаружена анизотропия второго порядка с выделенной осью, сформированной магнитным полем во время напыления наноструктуры. Отметим, что изучению особенностей магнитотранспортных свойств трехслойных пленок Co/Cu/Co, связанных с наличием плоскостной анизотропии, в указанных работах внимания не уделялось.

Таким образом, проявление выраженных особенностей в магнитных И магнитотранспортных свойствах, связанные с наличием анизотропии в плоскости слоев, сверхрешетках, во-первых, следует ожидать В с относительно толстыми ферромагнитными слоями в (50-100)Å, и, во-вторых, с «ослабленным» межслойным обменным взаимодействием, т.е. когда толщина немагнитных прослоек не совпадает с первым максимумом антиферромагнитного обменного взаимодействия. Следует отметить, что детальным исследованиям магнитных и магнитотранспортных свойств таких сверхрешеток почти не уделялось внимание. Однако именно в таких сверхрешетках с толстыми ферромагнитными слоями эффекты анизотропии проявляются в наиболее выраженном виде.

В данной главе основное внимание будет уделено результатам исследования различных свойств сверхрешеток Fe/Cr с толщинами слоев в (60–90)Å. Необходимым условием для наблюдения эффектов анизотропии также является монокристаллическое состояние слоев, что определяется методикой и условиями роста сверхрешеток. В следующем пункте кратко описана установка молекулярно-лучевой эпитаксии «Катунь-С», использованная для роста сверхрешеток Fe/Cr, а также основные единицы экспериментального оборудования, использованного в данной работе для исследований их структурных, магнитных и магнитотранспортных свойств.

2.2 Методы роста и аттестации структурных, магнитных и магнитотранспортных свойств магнитных сверхрешеток Fe/Cr

2.2.1 Методика роста магнитных сверхрешеток Fe/Cr

Для получения многослойных наноструктур Fe/Cr использовалась установка молекулярно-лучевой эпитаксии «Катунь-С», изготовленная в Институте физики полупроводников СО РАН (г. Новосибирск). Исходно установка была предназначена для роста полупроводниковых структур и имела всего 2 термических испарителя. Для роста металлических наноструктур были использованы нагревательные элементы, рассчитанные на нагрев испаряемых материалов до более высоких температур – (1400–1500) °C. Позднее также был изготовлен новый фланец, содержащий 6 термических испарителей, проведена модернизация в части средств откачки камер, разработаны и изготовлены нагревательные испарительные ячейки, обеспечивающие необходимый уровень температур. Общий вид установки показан на рисунке 2.1.



Рисунок. 2.1. Модернизированная установка молекулярно-лучевой эпитаксии «Катунь-С» (ИФМ УрО РАН).

Основные характеристики установки:

- минимальное давление остаточных газов 2·10⁻⁸ Па;
- 5 термических испарителей (до 1500 °C) с тиглями из окиси циркония;
- возможность загрузки нескольких подложек диаметром до 100 мм;
- вращение 1 3 об/мин и нагрев подложки до 1000 °C;
- скорость роста металлической пленки из термических источников 1 2 Å/мин.;
- автоматизированный процесс роста многослойных наноструктур;

С целью повышения однородности толщины пленок по поверхности подложки, что потребовалось для решения задач, обсуждаемых ниже, а также для расширения функциональных возможностей установки, удобства ее эксплуатации и для повышения воспроизводимости получаемых многослойных наноструктур, в установке «Катунь-С» был проведен ряд конструктивных изменений:

- адсорбционный цеолитовый насос на камере загрузки заменен на безмасляный откачной пост Task V301 фирмы Varian;

- установлен электронно-лучевой испаритель Omicron EFM 6 для испарения тугоплавких металлов и диэлектриков;

- разработан новый тип нагревательного элемента с использованием алундовых изоляторов (рисунок 2.2);

- изготовлены испарительные ячейки (рисунок 2.4) с установленным внутри тиглем из окиси циркония (рисунок 2.3). Более широкий угол выхода пучка из малого тигля способствует повышению однородности напыления металла по поверхности подложки.



Рисунок 2.2. Нагревательный элемент на основе алундовых изоляторов. Диаметр используемого танталового провода – 0.5 мм.



Рисунок 2.3. Тигли из окиси циркония. Более длинный вариант – тигель стандартных размеров, меньшей длины – тигель с большим углом выхода молекулярного пучка, что обеспечивает большую однородность толщины нанесенных пленок по поверхности подложек.



Рисунок 2.4. Нагревательный элемент в сборе со встроенным тиглем из окиси циркония и системой экранов из танталовой фольги. Максимальная рабочая температура 1500 °C.



Рисунок 2.5. Калибровочная кривая для зависимости температуры тиглей в зависимости от прикладываемой мощности для трех испарителей, изготовленных для материалов Fe, Cr и пермаллоя Fe₂₀Ni₈₀.

Характерные температуры испарения Fe и Cr составляют $T_{Fe}^{ucn} = 1200$ °C и $T_{Cr}^{ucn} = 1120$ °C. Из графика, представленного на рисунке 2.5, видно, что требуемые температуры тиглей достигаются при сравнительно небольшой мощности нагревателей – менее 100 вт, что слабо сказывается на давлении остаточных газов в камере роста при выходе на требуемые мощности нагревателей. В рабочем состоянии при разогретых тиглях Fe и Cr и температуре подложки в T = 180 °C характерное давление остаточных газов составляет $P = (5 \cdot 10^{-7} - 5 \cdot 10^{-8})$ Па. Используемые для приготовления наноструктур характерные скорости роста материалов находились в диапазонах: $V_{Fe} = (1.4 - 1.6)$ Å/мин., $V_{Cr} = (1.0 - 1.3)$ Å/мин.

Известно, что структура слоев и интерфейсов в многослойных наноструктурах, приготавливаемых методом молекулярно-лучевой эпитаксии, зависят от параметров роста: типа и шероховатости используемых подложек, скорости роста, давления остаточных газов, вносящих примеси в пленки напыляемых материалов, а также от температуры подложки во время роста слоев. Определение оптимальной температуры подложки проведено с использованием трех независимых экспериментальных методов: 1– по величине магнитосопротивления для серии сверхрешеток Fe/Cr, приготовленных при различных температурах подложки в интервале от 20 до 480 °C; 2 – по данным рентгеновской рефлектометрии, позволяющим определить усредненную по поверхности пленки амплитуду геометрические шероховатости интерфейсов, 3 – по данным мёссбауэровских измерений, несущих информацию об атомной структуре слоев и интерфейсов. Результаты данных исследований будут обсуждаться ниже в п. 2.3.

2.2.2 Использование метода рентгеновской рефлектометрии для определения периода сверхрешеток

Чередование нанослоев различных материалов в сверхрешетке формируется период сверхструктуры, означающий суммарную толщину пары слоев, повторяющейся в сверхрешетке п раз. При исследовании сверхрешетки методами рентгеноструктурного анализа наличие периода сверхструктуры проявляется в появлении одного или нескольких кратных брегговских пиков в малых углах при съемке в режиме $\theta - 2\theta$. По положениям измеренных в малых углах брегговских пиков можно получить информацию о периоде сверхструктуры, а из обработки всей зависимости интенсивности дифрагированного пучка в некотором интервале углов 2θ можно получить информацию также о качестве (шероховатости) интерфейсов в сверхрешетках. В проведенных исследованиях данный метод применялся как для задачи калибровки скоростей роста отдельных материалов, так и для определения шероховатости интерфейсов для сверхрешеток, приготовленных при различных температурах подложки.

Рентгеновские исследования проводились на модернизированном дифрактометре ДРОН-3М, оптимизированном для проведения измерений в малых углах $2\theta = (0 - 12)^{\circ}$. Общий вид дифрактометра показан на рисунок 2.6.

Модернизация дифрактометра включала:

- замену стандартного блока питания трубки ИРИС на импульсный блок питания Spellman DF3 (США);

- автоматизацию процесса съемки с использованием компьютера;

 использование раздвижных щелей на падающем и дифрагированном пучках (рисунок 2.7), позволяющим подбирать оптимальные режимы съемки без дополнительной юстировки образца;

- использование оригинального монохроматора на падающем пучке, изготовленного из монокристалла (111)Si с блочной (чешуйчатой) поверхностью, формирующий узкий

дифрагирующий рентгеновский пучок высокой интенсивности в виде вертикальной линии с шириной менее 0.1 градуса.

Дополнительным важным вопросом оптимизации режима съемки рефлектограмм был связан с выбором типа рентгеновской трубки, подходящей для исследования сверхрешеток Fe/Cr. Проведенные исследования показали, что оптимальным излучением с наилучшим соотношением сигнал/фон для пленок на основе Fe и Cr является излучение кобальтовой трубки – Co k_a. Важность выбора типа излучения можно продемонстрировать на примере сравнения данных рентгеновской рефлектометрии для одной и той же сверхрешетки, но полученных на различных установках и с использованием различных типов рентгеновских трубок. На рисунке 2.8. показаны два соответствующих графика для сверхрешетки, содержащей 12 пар слоев Fe и Cr: $Al_2O_3/Cr(62Å)/[Fe(68Å)/Cr(9Å)]_{12}/Cr(9Å)$.



Рисунок 2.6. Модернизированный рентгеновский дифрактометр ДРОН-3М (ИФМ УрО РАН).



Рисунок. 2.7. Расположение раздвижной микрометрической коллимационной щели после (111)Si монохроматора и вертикальной щели Соллера в модернизированном рентгеновском аппарате ДРОН-3М (ИФМ УрО РАН).



Рисунок 2.8. Данные рентгеновской рефлектометрии для сверхрешетки $Al_2O_3/Cr(62Å)/[Fe(68Å)/Cr(9Å)]_{12}/Cr(9Å. Верхний график – получен на оптимизированном дифрактометре ДРОН-3М с использованием Co k_a излучения (ИФМ УрО РАН). Нижний график получен на специализированном пленочном дифрактометре фирмы Philips с использованием Cu k_a излучения (Институт физики и химии материалов Страсбурга).$

Видно, что на каждом из графиков проявляются многочисленные брегговские пики от периодической части сверхрешетки, а также дополнительные «кессиговские» осцилляции интенсивности, определяемые суммарной толщиной всех слоев В многослойной структуре. Однако, амплитуда как брегговских пиков, так И дополнительных осцилляций на верхнем графике, полученном с использованием модернизированного дифрактометра ДРОН-3М, значительно превосходит амплитуду аналогичных изменений интенсивности на нижнем графике, полученном на дифрактометре Philips. Ухудшение специализированном пленочном качества рефлектограммы во втором случае вызвано использованием длины волны медного излучения, которое для пленок, содержащих атомы Fe, приводит к значительному увеличению фона и относительному уменьшению амплитуды осцилляций интенсивности.

Для определения периода сверхрешетки использовалось выражение Вульфа-Брегга, учитывающее влияние преломления рентгеновских лучей [91]:

$$\sin 2\theta = \left[\frac{\lambda N}{2\Lambda}\right]^2 + 2\overline{\delta} \tag{2.1}$$

где 2θ – угол Вульфа-Брегга, λ – длина волны рентгеновского излучения, N – порядок отражения, Λ – период сверхрешетки, $1-\overline{\delta}$ – средний показатель преломления сверхрешетки. При наличии выраженных интерфейсов и достаточном числе пар слоев на

рефлектограммах появляются брегговские пики, по угловому положению которых с помощью формулы (2.1) можно определить период сверхрешетки. Если сверхрешетка состоит из чередующихся слоев магнитного и немагнитного материалов (Fe/Cr, Co/Cu,), данные рефлектометрии совместно с данными магнитных измерений можно использовать для определения толщины слоев в сверхрешетке, а также для калибровки скоростей роста каждого материала в ней. В случае, например, сверхрешетки Fe/Cr из рентгеновских данных по положению брегговских пиков в малых углах можно определить период сверхрешетки, т.е. суммарную толщину пары слоев Fe и Cr, а из магнитных измерений – по величине намагниченности насыщения – суммарную толщину всех слоев Fe.

Следует отметить, что добавочное слагаемое $2\overline{\delta}$ в выражении (2.1) из-за влияния аппаратурных факторов следует брать не из табличных данных, а определять экспериментально для конкретных материалов слоев и выбранного типа рентгеновской трубки. Преломление рентгеновских лучей приводит к смещению брегговских пиков, которое наиболее сильно проявляется в углах, близких к углу полного отражения. Наиболее простой способ учета эффекта преломления рентгеновский лучей связан с быстрым уменьшением этого эффекта с увеличением угла 2θ . При углах $2\theta \approx 10^{\circ}$ и более можно в качестве приближения уже пренебречь этим эффектом и использовать обычное условия Вульфа-Брегга для определения периода сверхрешетки. Если на измеренной рефлектограмме от сверхрешетки имеется набор брегговских пиков, включая пик вблизи угла $2\theta = 10^{\circ}$, то по данному брегговскому пику можно рассчитать период сверхрешетки с использованием обычного условия Вульфа-Брегга, т.е. положив $2\theta = 0$, а для аналогичного расчета периода с использованием первого пика, наблюдаемого при наименьших углах 2θ , следует использовать выражение (2.1). В нем численное значение 2δ подбирается таким образом, чтобы периоды сверхрешетки, рассчитанные по угловому положению первого и последнего брегговских пиков совпадали. Более строгий учет эффекта преломления рентгеновских лучей в задаче определения периода сверхрешетки, а также один из методов получения более детальной информации о слоистой структуре и шероховатости интерфейсов сверхрешетках, использующий обработку В рефлектометрических данных, будет обсуждаться ниже в п. 2.3.

2.2.3 Измерение магнитных и магнитотранспортных свойств пленок и сверхрешеток

Представленные в настоящей работе результаты измерений магнитных и магнитотранспротных свойств, проведенных при комнатной температуре для различных магнитных пленок и многослойных наноматериалов (магнитных сверхрешеток и спиновых клапанов), получены, в основном, с использованием сконструированного автоматизированного вибрационного магнитометра ABM-1 (рисунок 2.9).



Рисунок 2.9. Автоматизированный вибрационный магнитометр АВМ-1.

Магнитометр АВМ-1 предназначен для измерений магнитной анизотропии, магнитного момента, намагниченности и электросопротивления различных материалов при изменении напряженности внешнего магнитного поля. В зависимости от типа держателя образца установка может применяться для исследований указанных свойств массивных и пленочных образцов при комнатной температуре. Помимо особого держателя образца, используемого для измерения магнитных характеристик, были держатели образцов. позволяющие проводить изготовлены измерение также магнитосопротивления пленочных образцов с использованием 4-х контактного метода. В одном из таких держателей использовались образцы с припаянными контактами, а в другом - образцы без контактных площадок. В последнем случае электрические контакты обеспечивались 4-мя прижимными иголками. Автоматизация установки АВМ-1 позволяет проводить все виды измерений (за исключением измерения анизотропии) в автоматическом режиме в соответствии с заданной программой. Ниже приведены основные характеристики установки и показана блок-схема магнитометра.

Технические характеристики магнитометра ABM-1:

- пределы измерения магнитного момента:	$10^{-8} - 10^{-1} \text{ A} \cdot \text{m}^2$
- форма и размеры образцов:	пластины 5.5.1 мм
- максимальная напряженность магнитного поля:	± 1600 кА/м
- погрешность измерения магнитного момента:	3%



Рисунок 2.10. Блок-схема вибрационного магнитометра АВМ-1.

Составные части магнитометра: 1 – образец; 2 – держатель образца; 3 – динамик вибратор; 4 – генератор ГСС 93/1; 5 – вольтметр ABM-4306; 6 – детектирующие катушки; 7 – фазочувствительный нановольтметр SR830; 8 – осциллограф GOS–620; 9 – вольтметр HP 34401A; 10 – компьютер; 11 – ЦАП (12 бит); 12 – стабилизатор тока электромагнита собственной разработки; 13 – электромагнит; 14 – датчик Холла; 15 – стабилизатор тока для датчика Холла; 16 – вольтметр HP 34401A; 17 – водоохлаждаемый радиатор детектирующих катушек.

В установке используются три различных держателя: для плоских (пленочных) образцов, для порошковых образцов, и для измерения магнитосопротивления пленочных образцов. Образец в держателях может поворачиваться вокруг оси держателя на произвольный угол. Это дает возможность измерять анизотропию намагниченности в плоскости пленки и исследовать магнитосопротивление при различных взаимных направлениях тока и вектора напряженности магнитного поля. Поворот образца проводится вручную. Точность установки угла составляет ± 1⁰.

На рисунке 2.11 в качестве примера показано изменение относительной намагниченности при повороте образца в магнитном поле, лежащем в плоскости слоев. Данный график является фотографией изображения, выводимого на монитор во время съемки данных и представленного в относительных единицах по обеим осям. Измерения в магнитном поле H = 100 Э и диапазоне углов φ от 0 до 360⁰ проведены с шагом в $\Delta \varphi = 7.2$ градуса, количество шагов – 51. В измерениях была использована многослойная структура с двумя слоями Fe, разделенными прослойкой Cr – Al₂O₃/Cr(105A)/Fe(146A)/Cr(43A)/ Fe(144A)/Cr(98A). Образец был получен с помощью установки молекулярно-лучевой эпитаксии «Катунь-С». На рисунке 2.12 эти же данные построены в полярных координатах с помощью программы Origin.



Рисунок 2.11. Изображение зависимости относительной намагниченности при повороте пробного пленочного образца Al₂O₃/Cr(105Å)/Fe(146Å)/ Cr(43Å)/Fe(144Å)/Cr(98Å) в магнитном поле, лежащем в плоскости слоев (фотография с экрана дисплея).



Рисунок 2.12. Полярная диаграмма относительной намагниченности образца Al₂O₃/ Cr(105Å)/Fe(146Å)/ Cr(43Å)/Fe(144Å)/Cr(98Å), полученная в магнитном поле *H* = 100 Э, лежащем в плоскости слоев.

Для измерений магнитосопротивления используется специальный держатель образца с возможностью поворота образца вокруг оси держателя на произвольный угол. Это дает возможность направлять вектор напряженности магнитного поля, как параллельно, так и перпендикулярно току. Типичные размеры образцов, используемых для измерения магнитосопротивления, составляют 8 х 2 мм.

На рисунке 2.13 для сверхрешетки Al₂O₃/Cr(90Å)/[Fe(82Å)/Cr(13.4Å)]₁₂ приведен график изменения сопротивления в зависимости от напряженности магнитного поля. Сопротивление приведено в единицах (Ом), магнитное поле – в эрстедах. Измерения проведены в следующей последовательности: $H = 4 \text{ к} \rightarrow 0 \rightarrow -4 \text{ к} \rightarrow 0 \rightarrow 4 \text{ к} \rightarrow .$ Из рисунка 2.13 видно, что кривые прямого и обратного хода фактически совпадают.



Рисунок 2.13. Изображение зависимости сопротивления от напряженности магнитного поля для пробной сверхрешетки Al₂O₃/ Cr(90Å)/[Fe(82Å)/ Cr(13Å)]₁₂. Магнитное поле направлено в плоскости слоев перпендикулярно току. Фотография с экрана дисплея.

Для пересчета сопротивления в системные единицы (ом·см) необходимо измерить ширину полоски образца, расстояние между потенциальными контактами, и определить специальными методами суммарную толщину проводящей пленки. Удельное электросопротивление образца рассчитывается по формуле:

$$\rho = R \cdot \frac{h \cdot t}{\ell} , \qquad (2.2)$$

где R – сопротивление пленки (Ом), h - ширина образца (см), t - суммарная толщина проводящей пленки (см), ℓ - расстояние между потенциальными контактами (см). При определении абсолютной величины сопротивления пленочных образцов ошибка измерений обусловлена не столько ограничением точности измерительного прибора, сколько погрешностью определения геометрических характеристик образца: формой контактов, неровностью краев пленки, обусловленной процедурой резки, ошибкой

определения различными методами суммарной толщины проводящей пленки. Погрешность определения абсолютной величины сопротивления пленочного образца в данной методике составляет ± 5%, относительной величины сопротивления – 0.05%.

Измерение полевых зависимостей намагниченности и магнитосопротивления сверхрешеток Fe/Cr при низких температурах были выполнены с использованием стандартного оборудования PPMS и MPMS (Quantum Design).

2.3 Влияние температуры подложки на структуру слоев и интерфейсов, магнитные и магниторезистивные свойства сверхрешеток Fe/Cr

Многочисленные теоретические и экспериментальные исследования показали (см., например, обзор [92] и приведенные в нем ссылки), что особенности магнитных и магнитотранспортных свойств сверхрешеток Fe/Cr в значительной степени обусловлены микроструктурой межслойных границ (интерфейсов). Следует отметить, что процессы формирования межслойных границ Fe/Cr (при росте слоя Cr на поверхности Fe) и границ Cr/Fe (при росте слоя Fe на поверхности Cr) происходят в одних и тех же условиях поразному. В работах [93-95] отмечалось, что при росте слоев Cr на поверхности Fe имеет место диффузия атомов Сг в поверхностные монослои Fe, приводящая к образованию неупорядоченного поверхностного сплава Fe-Cr. Процесс диффузии начинается даже при достаточно низких температурах роста (≈100°С), а при температуре 300°С атомы Сг проникают внутрь слоя Fe на глубину до 4 атомных монослоев. Заметим, что, говоря о температуре роста, мы имеем ввиду температуру подложки T_{sub}, на которой осуществляется рост слоев металла. При формировании на поверхности Fe слоя Cr сначала происходит полное (сплошное) заполнение первого монослоя Cr, а дальнейший его рост осуществляется либо в виде островков, либо послойно в зависимости от температуры роста. Так, например, при изучении процесса роста слоя Сг, осуществляемого на монокристаллических усах Fe, в работах [93-95] отмечается, что оптимальная температура, при которой обеспечивается совершенство первого монослоя Cr, равна примерно 180 °C, а последующий послойный рост Сг возможен был только в узком интервале температур от 280°С до 300°С. Процесс роста слоя Fe на поверхности Cr также имеет свои особенности. В этом случае сплавообразования не происходит, однако в работе [96] было замечено, что при отжиге образцов (100)Сг/Fe в интервале температур от 200° до 300°С сплавообразование происходит – атомы Fe проникают в слой Cr, образуя упорядоченный сплав Fe_{0.5}Cr_{0.5}.

Для определения оптимальной температуры подложки, при которой образуются наиболее совершенные интерфейсы в сверхрешетках Fe/Cr, приготовленных методом

молекулярно-лучевой эпитаксии на установке «Катунь-С» на подложках (1012) A1₂O₃, по составу сверхрешеток $Al_2O_3/Cr(75Å)/$ были выращена серия одинаковых [Fe(20Å)/Cr(10Å)]8. После химической очистки и травления подложки отжигались в условиях высокого вакуума 700 °C, затем охлаждались до 300 °C и при этой температуре на них начинался рост буферного слоя Cr до толщины 75 Å. По окончании напыления буферного слоя на нем поочередно выращивались слои Fe и Cr, при этом температура подложки T_{sub} для различных сверхрешеток выдерживалась разной в интервале от 20 до 280 °С. Все технологические параметры роста, за исключением температуры подложки, в частности, давление остаточных газов в камере, скорости роста слоев, а также толщины слоев выдерживались одинаковыми для всех сверхрешеток приготовленной серии.

Рефлектометрические измерения [97, 98] на приготовленных сверхрешетках Fe/Cr были выполнены на модернизированном рентгеновском дифрактометре "Дрон–3М", описанном выше в п. 2.2.2. Измерения проводили по стандартной схеме $\theta - 2\theta$. Съемку осуществляли в излучении Со K_a при длине волны рентгеновского излучения X = 1.789 Å, с шагом 0.02 градуса по углу 2θ . На рисунке 2.14 показаны данные рентгеновской рефлектометрии для двух сверхрешеток, приготовленных при температурах подложки 60 и 140 °C. Графики для удобства разнесены по интенсивности – интенсивность нижнего графика умножена на коэффициент 0.01. На графиках выделяются брегговские пики, по которым можно вычислить период сверхрешетки с использованием выражения (2.1). Помимо брегговских пиков виден набор так называемых кёссиговских осцилляций интенсивности, обусловленных множественными отражениями рентгеновский лучей от интерфейсов, несущих информацию об их шероховатости, а также о суммарной толщине многослойной структуры.



Рисунок 2.14. Экспериментальные рефлектограммы и подгоночные кривые для сверхрешеток, выращенных при температурах подложки 60 и 140 °C.

Структурные характеристики сверхрешеток определялись ИЗ анализа рефлектометрических данных, основанного на методе моделирования. Модельная многослойная система (сверхрешетка) считалась состоящей из однородных слоев, имеющих каждый свою толщину и комплексный показатель преломления. Неидеальность структуры каждой межслойной границы характеризовалась среднеквадратичной шероховатостью. Первоначально сверхрешетке задавался идеальный профиль, параметры которого в дальнейшем уточнялись по мере обработки экспериментальных результатов. При расчете модельных рентгеновских спектров использовался динамический подход, предложенный В. Коном [99]. Учет влияния неидеальности межслойных границ сделан на основе метода, предложенного в работе [100]. На основе данных подходов была разработана специальная программа (автор программы Е.А. Кравцов, ИФМ УрО РАН), в которой моделировалась исследуемая сверхрешетка и проводилось сравнение теоретической зависимости и экспериментальной по методу наименьших квадратов.

При моделировании предполагалось, что верхний слой Сг после извлечения сверхрешетки из ростовой камеры на воздух до постановки ее в рентгеновский аппарат полностью окисляется, образуя оксидную пленку Cr₂O₃. Верхний и нижний бислои Fe/Cr, граничащие с буфером и окисленным верхним слоем Cr мы считали отличающимся от остальных пар слоев Fe/Cr и описывали их отдельно. Остальные шесть бислоев считали полностью идентичными друг другу и выделяли при минимизации в отдельный блок. Этот блок характеризовался четырьмя параметрами: толщины слоев Fe и Cr и среднеквадратичные шероховатости межслойных границ Fe/Cr и Cr/Fe. Суммарный коэффициент отражения рентгеновского пучка от всего блока рассчитывался по аналитическим формулам, приведенным в [99]. Параметры не вошедших в блок слоев, а именно, толщина каждого слоя и среднеквадратичная шероховатость каждой межслойной границы, минимизировались отдельно. Показатели преломления слоев, образующих сверхрешетку, брались из соответствующих табличных данных, доступных по адресу htpp://www-cxro.lbl.gov/optical constants/. Для каждой сверхрешетки минимизация проводилась по 15 параметрам. Обработка рентгеновских данных проводилась Е.А. Кравцовым.

Результаты обработки рефлектометрических данных приведены на рисунке 2.15. Точками на нем изображены полученные численные значения шероховатости интерфейсов для сверхрешеток Fe/Cr, выращенных при различных температурах подложки. Открытые символы относятся к случаю роста Cr на поверхности Fe, а темные квадраты – для случая роста Fe на поверхности Cr. Видно, что зависимости имеют немонотонный характер и отличаются друг от друга, что свидетельствует о разных

96

механизмах формирования границ Fe/Cr и Cr/Fe. Данный график также показывает, что сверхрешетки с наименьшей шероховатостью интерфейсов формируются при росте в узком интервале температуре $T_{sub} = (140-200)^{\circ}$ C.



Рисунок 2.15. Зависимость среднеквадратичной шероховатости межслойных границ Fe/Cr и Cr/Fe от температуры роста.

Рефлектометрический метод не дает однозначного ответа на вопрос, чем обусловлено несовершенство и различие межслойных границ. Согласно [92-94], неидеальность межслойной границы Fe/Cr объясняется образованием поверхностного сплава Fe-Cr из-за проникновения атомов Cr в слой Fe на глубину до 3 монослоев. Это согласуется с оценкой величины $\sigma_{Fe/Cr}$ которая с изменением температуры роста изменяется в интервале 1 до 3 монослоев. С другой стороны, шероховатость межслойной границы Cr/Fe обусловлена исключительно несовершенством поверхности слоя Cr. Скорее всего, после формирования на поверхности слоя Fe первого монослоя Cr последующий рост Cr происходит в виде островков, и как следствие этого, возможны значительные флуктуации толщин слоев Cr. В сверхрешетках с тонкими слоями Cr это приводит к образованию неидеальной межслойной границы Cr/Fe. Если же толщина слоев Cr достаточно велика, то есть основания ожидать, что флуктуации толщины Cr будут меньше и степень совершенства межслойной границы Cr/Fe будет выше.

Следует отметить, что рост сверхрешетки Fe/Cr при температурах, даже немного выходящих за рамки этого интервала, приводит к резкому ухудшению структуры межслойных границ. Можно предположить, что при низких температурах роста ухудшение структуры межслойных границ связано с недостаточной подвижностью осаждаемых атомов и, как следствие, с их неравномерным распределением по поверхности образца. При больших температурах роста, скорее всего, доминируют процессы диффузии, приводящие к образованию перемешанных переходных слоев Fe/Cr.

Для исследования атомной структуры интерфейсов методом мессбауэровской спектроскопии были приготовлены сверхрешетки с использованием изотопа ⁵⁷Fe: $(10\bar{1}2)Al_2O_3/Cr(70Å)/[Cr(9Å)/57Fe(20Å)]_8$. Температура сапфировой подложки при этом изменялась от 20 до 480 °C [98]. По формуле данные свехрешетки с изотопом ⁵⁷Fe были сверхрешеткам с обычным железом, на которых проводились исследования близки шероховатости интерфейсов рентгеновскими методами [97, 98]. Заметим, что при определении величины шероховатости интерфейсов рентгеновской методом рефлектометрии не разделяются вклад от геометрических неоднородностей интерфейсов, связанных, например, с шероховатостью подложки, и вклад от межслойной диффузии, связанной с перемешиванием атомов различного сорта на границах. В мессбауэровских исследованиях сверхрешеток извлекается информация только о шероховатости, связанной с межслойной диффузией.

Для сравнения мессбауэровских спектров, полученных для сверхрешеток, и извлечения информации об объеме, занимаемом в них интерфейсами и чистым α -Fe, были проведены исследования на толстой сплошной пленке ⁵⁷Fe толщиной в 600Å, приготовленной также методом молекулярно-лучевой эпитаксии. На нижней вставке рисунка 2.16 показан характерный секстет линий для α -Fe. При проведении аналогичных исследований для сверхрешеток ⁵⁷Fe/Cr, выращенных при различных температурах подложки, получены данные, отличающиеся от данных для сплошной пленки ⁵⁷Fe.



Рисунок 2.16. Зависимость относительного объема, занимаемого α-Fe в исследованных сверхрешетках Fe/Cr, от температуры подложки. Нижняя вставка – типичный мессбауэровский спектр. Верхняя вставка – распределение сверхтонких полей для сверхрешеток, выращенных при *T*_{sub} = 20 и 180 °C.

Анализ полученных в [101] результатов позволил выделить часть объема сверхрешеток, относящихся к чистому α-Fe, и проследить изменение данной характеристики для всей серии сверхрешеток.

Из рисунка 2.16 видно, что в исследованных сверхрешетках максимальный объем $S_{\alpha-Fe}$, занимаемый чистым α -Fe (сплошная кривая), составляет 60%. При низких температурах подложки $T_{sub} = (20-200)$ °C данный параметр не зависит от температуры подложки. При более высоких температурах подложки (T_{sub} > 200 °C) происходит монотонное уменьшение $S_{\alpha-Fe}$ до приблизительно 4% при $T_{sub} = 480$ °C. Величина 1- $S_{\alpha-Fe}$ характеризует, соответственно, объема, занимаемую В сверхрешетках долю интерфейсами. Сравнивая такой график для 1-S_{α-Fe}(T_{sub}) с графиком зависимости шероховатости интерфейсов, полученного из рентгеновских данных (рисунок 2.15), можно сделать следующие выводы. При низких температурах подложки шероховатость определяется шероховатостью интерфейсов исходной подложки И условиями, обуславливающие протекание преимущественно островкового роста слоев, на что указывает относительно большие значения шероховатости при T_{sub} < 100 °C (рисунок 2.15). При повышении температуры подложки увеличивается поверхностная диффузия атомов, в результате чего интерфейсы становятся более гладкими в интервале температур T_{sub} = (140–200) °C. При дальнейшем повышении температуры подложки значительно увеличивается межслойная диффузия атомов Fe и Cr, увеличивающая объем, занимаемый интерфейсами, и уменьшающая объем, занимаемый «чистым» α-Fe (рисунок 2.16). Более подробные результаты мессбауэровских исследований сверхрешеток Fe/Cr, включая сверхрешетки со сверхтонкими слоями Fe, приведены, например, в работах [102–105].

Описанные изменения характеристик интерфейсов обуславливают изменения магнитных и магнитотранспортных свойств исследованных сверхрешеток Fe/Cr, приготовленных при различных температурах подложки. На рисунке 2.17 выборочно приведены кривые намагничивания для трех сверхрешеток, приготовленных при температурах 20, 80, 280 °C [98]. Измерения проведены на SQUID магнитометре. Из полученных данных следует, что в случае большой шероховатости интерфейсов, как было установлено для сверхрешеток, выращенных при низких температурах подложки, на кривой намагниченности наблюдается большая остаточная намагниченность, что говорит о значительном межслойном взаимодействии ферромагнитного типа (верхняя кривая на рисунке 2.17). На кривой, соответствующей $T_{sub} = 180$ °C, остаточная намагниченность составляет приблизительно величину около 10% от намагниченности насыщения, что



Рисунок 2.17. Кривые намагничивания сверхрешеток Al₂O₃/Cr(70Å)/ [Cr(9Å)/ ⁵⁷Fe(20Å)]₈, измеренные при комнатной температуре.

указывает на наличие межслойного взаимодействия преимущественно антиферромагнитного типа. При этом на кривой явно выражен выход на насыщение. При более высокой температуре $T_{sub} = 280$ °C остаточная намагниченности остается малой, но наблюдается плавный выход кривой на насыщение, а также некоторое уменьшение величины намагниченности насыщения, что указывает на частичный переход атомов Fe в интерфейсы и наличие в сверхрешетке неоднородных процессов перемагничивания.

Изменение температуры подложки существенно сказывается также и на величине магнитосопротивления. На рисунке 2.18 для серии сверхрешеток Al₂O₃/Cr(70Å)/ [Cr(9Å)/ 57 Fe(20Å)]₈ точками показаны измеренные величины магнитосопротивления $\Delta R/R_0 = (R(H) - R_0)/R_0$ для разных температур роста. В большую сторону несколько выделяется точка, соответствующая температуре T_{sub} = 180 °C. Видно также, что при $T_{\rm sub} > 200 \,{}^{\rm o}{\rm C}$ наблюдается температурах значительное уменьшение величины магнитосопротивления, обусловленное межслойной диффузией.

Таким образом, приведенные выше результаты рентгеновской рефлектометрии, данные магнитных и магниторезистивных измерений показывают, что оптимальная температура роста сверхрешеток находится в интервале T_{sub} = (140–180) °C. Основная часть сверхрешеток Fe/Cr, обсуждаемых ниже, была выращена при T_{sub} = 180 °C.

100



Рисунок 2.18. Зависимость величины магнитосопротивления сверхрешеток Al₂O₃/Cr(70Å)/ [Cr(9Å)/⁵⁷Fe(20Å)]₈ от температуры подложки во время роста.

2.4 Сверхрешетки Fe/Cr с неколлинеарным упорядочением

В сверхрешетках Fe/Cr может существовать как коллинеарное упорядочение магнитных моментов соседних ферромагнитных слоев, так и неколлинеарное. Для прямого наблюдения неколлинеарных состояний часто используют магнитооптические методы. Контрастные изображения областей (доменов) с различным магнитным упорядочением в системе Fe/Cr были получены, например, в [92], где структура Fe/Cr/Fe была выращена на монокристаллических иголках (вискерах) (001)Fe с совершенной поверхностью. В указанной работе на полученных изображениях авторами были идентифицированы домены с коллинеарным магнитным порядком, а на границах между доменами – упорядочение с 90° расположением намагниченностей соседних слоев Fe.

В сверхрешетках, содержащих большое количество магнитных и немагнитных слоев, появление неколлинеарного магнитного порядка связывают с наличием локальных структурных и магнитных неоднородностей – моноатомных ступенек, взаимной диффузией компонентов и других неоднородностей реальной поверхности раздела, формирующейся в процессе роста наноструктуры. Как оказалось, указанные отклонения от идеальной гладкости поверхности инициируют значительные изменения в макроскопических магнитных свойствах сверхрешеток и, в частности, ΜΟΓΥΤ обусловливать возникновение неколлинеарных состояний [106-108]. Чтобы описать этот эффект, был предложен ряд феноменологических моделей, из которых наиболее удачной оказалась схема биквадратичного обмена [109]. В данном подходе удалось напрямую связать формирование неколлинеарного упорядочения моментов железа с наличием чередующихся моноступенек и террас на поверхности раздела Fe/Cr. Другие подходы обсуждаются, например, в работе [110], где предложена модель неколлинеарного магнитного упорядочения в мультиструктурах типа Fe/Cr, в основе которой лежит идея о перераспределении зарядовой плотности вблизи границ раздела металлов.

Последовательное феноменологическое описание возможных магнитных состояний и кривых намагничивания сверхрешеток, учитывающее анизотропию, дано в работах В.В. Устинова, Н.Г. Бебенина и др. [111,112]. В предложенной модели на основе предположения о наличии в многослойной системе двух магнитных подрешеток (см. рисунок 2.19) учитываются: билинейный и биквадратичный обмен, анизотропия второго и четвертого порядка внутри магнитных слоев, анизотропия второго порядка перпендикулярно слоям, размагничивающее поле, а также взаимодействие подрешеток с внешним магнитным полем. Из анализа свободной энергии системы были найдены основные состояния и построена магнитная фазовая диаграмма. Было показано, что в



Рисунок 2.19. Схема обменно-связанной магнитной сверхрешетки.

зависимости от определенных соотношений констант билинейного и биквадратичного обмена в сверхрешетке может существовать три типа антиферромагнитных фаз, а также ферромагнитная и неколлинеарная фазы. В частности, было получено выражение (2.3), связывающее относительную намагниченность сверхрешетки (m) с напряженностью внешнего магнитного поля.

$$H = \frac{H_s}{1 - m_0^2} m(m^2 - m_0^2) , \qquad (2.3)$$

где $m = M / M_s$, H_s – поле магнитного насыщения, m_0 – относительная намагниченность в нулевом поле. Поле H_s выражается через константы билинейного и биквадратичного обмена: $H_s = (A_1 + A_2)/2d_m M_0$, где $A_1 = -4J_1 + 8J_2$ и $A_2 = -16J_2$, d_m – толщина магнитного слоя, M_0 – удельная намагниченность. Выражение (3.1) было применено для описания кривых для намагничивания сверхрешетки [Fe(23Å)/Cr(8Å)]₃₀. Результаты сравнения теории и эксперимента приведены на рисунке 2.20. Видно, что теоретическая кривая (сплошная линия на верхнем графике) хорошо описывает экспериментальные точки. Небольшое отклонение наблюдается только при выходе кривой на насыщение. В процедуре подгонки поле насыщения было взято $H_s = 11$ кЭ; $m_0 = 0.39$; $A_1/2d_m M_0 = 2\kappa$ Э; $A_2/2d_m M_0 = 13$ кЭ (или $J_1/2d_m M_0 = -1.15$ кЭ; $J_2/2d_m M_0 = -0.82$ кЭ). Для случая намагничивания вдоль нормали к поверхности образца в [111] получены более сложные выражения, которые здесь не приводятся. Результат их использования показан на рисунке 2.20 – нижняя сплошная кривая. Видно, что в этом случае также наблюдается хорошее согласие теории и эксперимента.



Рисунок 2.20. Кривые намагничивания образца [Fe(23Å)/Cr(8Å)]₃₀ для случаев направления магнитного поля в плоскости (верхняя кривая), и перпендикулярно плоскости слоев (нижняя кривая). Точки – эксперимент, сплошные кривые – расчет.

В п. 2.1. отмечалась о корреляции между магнитными и магниторезистивными свойствами обменносвязанных сверхрешеток. Для случая сверхрешеток с неколлинеарным упорядочением в [112] получено также выражение, связывающее продольное магнитосопротивление (*r*₁-обозначение из оригинальной статьи) с относительной намагниченностью:

$$r_{\scriptscriptstyle \parallel} = r_s \, \frac{\delta(m) - \delta(m_{\scriptscriptstyle 0})}{1 - \delta(m_{\scriptscriptstyle 0})},\tag{2.4}$$

где r_s – значение магнитосопротивления в насыщении, и

$$\delta(m) = \frac{\alpha m^2 + \beta m^4}{1 - (1 - \alpha - \beta)m^2} .$$
 (2.5)

Величины α и β определяются особенностями рассеяния электронов проводимости в объеме слоев и на интерфейсах. На рисунке 2.21 в виде точек показана экспериментальная полевая зависимость продольного магнитосопротивления сверхрешетки [Fe(23Å)/Cr(8Å)]₃₀ от квадрата относительной намагниченности. Линией представлена теоретическая зависимость, рассчитанная с помощью выражений (2.4) и (2.5) при использовании параметров: $\alpha = 0.41$ и $\beta = 0.42$. Видно, что полученные выражения хорошо описывают экспериментальные данные. Следует отметить, что развитый подход позволил описать не только продольное магнитосопротивление, но и

набор экспериментальных зависимостей магнитосопротивления, полученных при изменении угла Φ (см. рисунок 2.19) между направлением магнитного поля и нормалью к поверхности образца. Набор таких экспериментальных зависимостей и соответствующих расчетных кривых $r(H, \Phi)$ показан на рисунке 2.22.



Рисунок 2.21. Зависимость продольного магнитосопротивления от квадрата относительной намагниченности для сверхрешетки [Fe(23Å)/Cr(8Å)]₃₀. Точки – эксперимент, линия – расчет на основе (2.4) и (2.5).



Рисунок 2.22. Кривые магнитосопротивления сверхрешетки [Fe(23Å)/Cr(8Å)]₃₀, измеренные при различных направлениях магнитного поля относительно плоскости пленки. Сплошные кривые – расчет на основе выражений, приведенных в [111].

Детальное изложение теоретического подхода здесь не приводится. Цель материала данного параграфа – показать, что для сверхрешеток Fe/Cr с неколлинеарным упорядочением экспериментальные полевые зависимости намагниченности И магнитосопротивления в целом ряде случаев можно хорошо описать теоретически. При этом следует также отметить и некоторые ограничения данного подхода. Во-первых, сложность математической задачи в общем случае, когда в рассмотрение входят анизотропия и в плоскости слоев, и перпендикулярно плоскости слоев, не позволяет получить решение в аналитическом виде. По этой причине, например, в [111, 112] анизотропия 4-го порядка в плоскости слоев не рассматривалась. При сравнении теории с экспериментом в [111] область малых полей, где проявляются особенности, связанные с анизотропией в плоскости слоев, была исключена (рисунок 2.21, экстраполяция пунктирной линией), однако данный подход позволили хорошо описать основную часть полевой зависимости магнитосопротивления. Во-вторых, в модели [111] магнитная сверхрешетка математически рассматривается как неограниченная полубесконечная среда с чередующимися магнитными и немагнитными слоями, начинающимися от подложки. Это позволяет с математической точки зрения корректно рассматривать две магнитные подрешетки и связывать результирующую намагниченность с единым углом между магнитными моментами подрешеток. Однако указанные упрощения ограничивают применимость разработанных подходов для описания свойств сверхрешеток, содержащих относительно небольшое число магнитных слоев ($n \approx 10$), особенно в случае ней ферромагнитных использования В толстых слоев, находящихся в монокристаллическом состоянии, когда анизотропия в плоскости слоев играет важную роль в процессах намагничивания. В ряде расчетных работ по компьютерному моделированию процессов намагничивания сверхрешеток и в нейтронографических исследованиях установлено, между намагниченностями что угол соседних ферромагнитных слоев может меняться вдоль нормали к поверхности слоев от слоя к слою. Это указывает на то, что процессы намагничивания в сверхрешетках с толстыми ферромагнитными слоями обладают своей спецификой, связанной с наличием в таких слоях выраженной плоскостной анизотропии. Некоторые результаты, полученные для такого рода сверхрешеток, приведены ниже.

2.5 Сверхрешетки (001)Fe/Cr с двухосной анизотропией в плоскости слоев

В данном параграфе приведены данные для сверхрешеток (001)Fe/Cr, в которых существенное влияние на магнитные свойства оказывает анизотропия 4-го порядка в плоскости слоев [113].

Сверхрешетки [Cr(*t*)/Fe(70Å)]₁₂ (*t* = 9, 14, 18 Å) и пленка Fe(800Å) были выращены на подложках Al₂O₃ с использованием буферного слоя Cr(70Å) методом молекулярнолучевой эпитаксии на установке «Катунь-С». Кривые намагничивания и анизотропия в плоскости слоев были исследованы с помощью вибрационного магнитометра ABM-1, описанного в п. 2.2.3. Измерение намагниченности в плоскости слоев проведено при повороте образца с шагом в 7.5° в магнитном поле, лежащем в плоскости слоев. Для определения значений параметров билинейного J_1 и биквадратичного J_2 обмена были использованы кривые намагничивания, измеренные вдоль направлений [100] и [110]. Процедура их определения описана ниже.

Для исследования плоскостной анизотропии была выращена пленка толстая Fe(600Å) и на ней проведены исследования также кривых намагничивания. На рисунке 2.23 показаны две кривые намагничивания, измеренные вдоль направлений [100]Fe и [110]Fe. Поле анизотропии, в котором смыкаются кривые намагничивания, составляет величину в (500–600)Э, близкую, но несколько превышающую значение для массивного Fe. Небольшое превышение может быть связано с возможным слабым отклонением магнитного поля от плоскости пленки во время измерения намагниченности. На рисунке 2.24 показаны полярные диаграммы относительной намагниченности, измеренные в магнитных полях H = 50 Э и H = 100 Э. Видно, что в плоскости пленки наблюдается выраженная анизотропия 4-го порядка.

Сверхрешетка с толщиной слоев Cr(18Å), соответствующих межслойному взаимодействию ферромагнитного типа, показала изменение намагниченности, аналогичное изменению в сплошной пленке Fe(600Å). На рисунке 2.25 показаны кривые намагничивания, измеренные для легкого и трудного направлений в плоскости слоев, определенных предварительно из измерения полярных диаграмм относительной намагниченности. Небольшое отличие состоит в уменьшении намагниченности насыщения сверхрешетки приблизительно на 3% и увеличению поля анизотропии на (100-150)Э по отношении к значению для пленки Fe(600Å). Такое увеличение поля анизотропии может быть связано с неоптимальным выбором толщины слоев Cr(18Å), при которой реализуется магнитное состояние, лишь близкое к ферромагнитному, но все же отличаюшееся от такового.



Рисунок 2.23. Кривые намагничивания образца Al₂O₃/Fe(600Å)/Cr(10Å), измеренные вдоль легкого и трудного направлений в плоскости пленки.



Рисунок 2.24. Полярные диаграммы намагниченности, измеренные при повороте образца Al₂O₃/Fe(600Å)/ Cr(10Å) в магнитном поле, лежащем в плоскости пленки.



Рисунок 2.25. Кривые намагничивания сверхрешетки Al₂O₃/Cr(70Å)/ [Fe(70Å)/Cr(18Å)]₁₂, измеренные вдоль легкого и трудного направлений в плоскости пленки.

108
В сверхрешетке с толщиной слоев хрома Cr(14Å) реализуется упорядочение, близкое к антиферромагнитному. На рисунке 2.26 показаны две кривые намагничивания, измеренные вдоль легкой и трудной осей в плоскости слоев. Это, в частности, следует из наблюдаемой малой остаточной намагниченности. Из рисунка 2.26 также видно, что две зависимости заметно отличаются в двух интервалах магнитного поля и наблюдается пересечение кривых. В магнитном поле с напряженностью около 0.5 кЭ намагниченность для легкого направления (**H** || [100]Fe) оказывается ниже, чем для трудного направления (**H** || [110]Fe).



Рисунок 2.26. Кривые намагничивания сверхрешетки $[Cr(14Å)/Fe(70Å)]_{12}$, измеренные вдоль легкой (\Box) и трудной (\circ) осей в плоскости слоев. Намагниченность нормирована на удвоенную величину магнитного момента слоя Fe. Стрелками показаны значения намагниченности, использованные для оценки параметров J_1 и J_2 .

Если измерить полярную диаграмму намагниченности при H = 0.5 кЭ, то максимальные значения намагниченности будут наблюдаться при углах $45^{\circ} + \pi \cdot n/2$, где угол отсчитывается от направления [100]Fe, совпадающего с направлением [100]Al₂O₃. Такая полярная диаграмма будет указывать на то, что легкое направление в плоскости слоев совпадает с направлением [110]Fe. Однако аналогичная диаграмма, измеренная в магнитных полях выше 1 кЭ, покажет направление легкой оси вдоль [100]Fe. Таким образом, в точке пересечения кривых намагничивания в поле около H = 1 кЭ (рисунок 2.26) наблюдается эффективная смена легких осей в плоскости слоев сверхрешетки. Эффект этот известен и его происхождение связано с тем, что измеряемое значение намагниченности сверхрешетки определяется результирующей намагниченностью, являющейся, в простейшем случае, векторной суммой магнитных моментов двух подрешеток, угол между которыми зависит от величины магнитного поля. При повороте

сверхрешетки в магнитном поле, лежащем в плоскости слоев, на направление каждого из магнитных моментов слоев будет оказывать влияние анизотропия. Если в отсутствие анизотропии угол между моментами соседних слоев задается внешним магнитным полем и обменным взаимодействием, то при наличии анизотропии в плоскости слоев магнитные моменты будут дополнительно отклоняться, меняя угол в зависимости от своего положения по отношению к осям легкого и трудного намагничивания. Важно отметить, что вариации намагниченности, связанные с наличием анизотропии, зависят от угла между магнитными моментами, а следовательно, и от величины магнитного поля. Схематично описанный процесс влияния анизотропии на два обменносвязанных магнитных момента показан на рисунке 2.27. В случаях 1 и 2 угол между магнитными моментами ($180^\circ < \Theta < 90^\circ$), в случаях 3 и 4 – ($90^\circ < \Theta < 0^\circ$). На первой картинке показано отклонение моментов в направлении ближайших осей легкого намагничивания, на второй



2.27. Схематичное Рисунок изменение направлений двух обменносвязанных магнитных моментов при вращении образца в магнитном поле, лежащем в плоскости слоев. Пунктирными стрелками обозначены положения, задаваемые конкуренцией обменной и зеемановской энергий, сплошными стрелками _ положения. обусловленные дополнительным влиянием анизотропии 4-го порядка в плоскости слоев.

показано дополнительное отклонение моментов от оси трудного намагничивания. В случае малого угла между магнитными моментами происходит дополнительное увеличение угла Θ вблизи оси трудного намагничивания (3-я картинка), и уменьшение угла Θ вблизи оси трудного намагничивания (4-я картинка). В случае обменносвязанной сверхрешетки при наличии анизотропии 4-го порядка в плоскости слоев будут происходить аналогичные модуляции угла между намагниченностями подрешеток, а соответственно, и результирующей намагниченности при вращении образца в магнитном поле различной напряженности. На рисунке 2.28 показано в полярных координатах изменение величины нормированной намагниченности сверхрешетки со слоями Cr(14Å). На данном графике хорошо виден эффект смены легких осей при изменении напряженности магнитного поля.



Рисунок 2.28. Полярные диаграммы нормированной намагниченности сверхрешетки [Cr(14Å)/Fe(70Å)]₁₂, измеренные при различной напряженности магнитного поля. Сплошные кривые – расчет на основе выражений (2.6 – 2.8).

Анализ экспериментальных данных, показанных на рисунок 2.26 в виде двух пересекающихся кривых намагничивания, измеренных вдоль направлений [100] и [110], дает возможность получить оценки обменных параметров J_1 и J_2 сверхрешетки. Ниже описан способ получения численных значений указанных параметров.

Для теоретического описания магнитных данных рассмотрим сверхрешетку, состоящую из чередующихся слоев Fe и Cr. Толщину слоя Fe обозначим d, а магнитный момент – M_s . Пусть моменты двух соседних слоев Fe направлены под углами Θ_1 и Θ_2 , а внешнее магнитное поле **H** в плоскости слоев под углом ϕ к направлению [100]. При минимизации выражения для свободной энергии, использованном, например, в [114–116], получим следующую пару уравнений для углов $\psi = (\Theta_1 + \Theta_2)/2$ и $\Theta = (\Theta_1 - \Theta_2)$:

$$J_1 \sin \Theta + J_2 \sin 2\Theta + \frac{1}{4} Kd \sin 2\Theta \cos 4\psi + \frac{1}{2} HM_s d \sin \frac{\Theta}{2} \cos(\psi - \phi) = 0 \qquad (2.6)$$

$$Kd\cos 2\Theta\sin 4\psi + 2HM_{s}d\cos\frac{\Theta}{2}\sin(\psi - \phi) = 0$$
(2.7)

$$M(H,\phi) = 2M_s \cos 2\Theta/2\cos(\psi - \phi) = 0$$
(2.8)

Уравнения (2.6) и (2.7) совместно с выражением для определения намагниченности (2.8) описывают магнитное поведение рассматриваемой системы. Решение системы уравнений в общем виде не представляется возможным. Однако в частных случаях

решения могут быть найдены. В частности, для углов между магнитными моментами $\Theta = 45^{\circ}$ или 135° можно показать, что магнитные моменты лежат вдоль направления приложенного поля ($\psi = \phi$, $M = 2M_s \cos 2\Theta/2$) и

$$H(\phi, \Theta) = -2\cos(\Theta/2) \{ 2J_1 + [4J_2 + Kd\cos 4\phi]\cos\Theta \} / M_s d$$
(2.9)

С другой стороны, когда намагничивание происходит вдоль направления [110], выполняется неравенство $32J_1/Kd+1 < 0$, то для угла $\Theta = 90^\circ$ снова найдем, что $\psi = \phi$ и

$$H(\phi = 0^{0}, \Theta = 90^{0}) = H(\phi = 45^{0}, \Theta = 90^{0}) = -2^{3/2} J_{1} / M_{s} d$$
(2.10)

С использованием выражений (2.9) и (2.10) легко определить обменные параметры и параметры анизотропии. Для данной сверхрешетки имеем: $H(\phi = 45^{\circ}, \Theta = 90^{\circ}) = 1.02 \text{ k}$, $H(\phi = 0, \Theta = 45^{\circ}) = 1.82 \text{ k}$, $H(\phi = 45^{\circ}, \Theta = 90^{\circ}) = 2.35 \text{ k}$. С использованием выражений (2.9) и (2.10) получим следующие оценочные параметры сверхрешетки: $J_1/M_s d = 0.36 \text{ k}$; $J_2/M_s d = -0.145 \text{ k}$; $2K/M_s = 0.41 \text{ k}$. Согласно [116], для перечисленных значений параметров угол между магнитными моментами соседних слоев в нулевом магнитном поле должен быть $\Theta = 180^{\circ}$ и $\psi = 0^{\circ}$. Это означает, что в нулевом поле в исследованной сверхрешетке магнитные моменты направлены вдоль легкого направления [100].

Следует отметить, что описанный способ получения численных значений параметров межслойного обмена, является дополнительным к ряду других способов, используемых в литературе. Значения J_1 и J_2 получают, например, из экстраполяции кривых намагничивания по методу Белова-Аррота [111], из обработки данных по ферромагнитному резонансу [117, 118], и с использованием ряда других подходов.

Проведенный подобный анализ кривых намагничивания, полученных для трудного и легкого направлений для образца с толщиной слоев Cr(9Å) показал, что в нем в нулевом магнитном поле реализуется неколлинеарный магнитный порядок. Этот вывод согласуется также и наличием большой остаточной намагниченности, что показано на рисунке 2.29. Данный результат отличается, например, от результатов работы [59], в сверхрешеток Fe/Cr при толщине слоев Cr(9Å) наблюдается которой для антиферромагнитное упорядочение, характеризуемое, в том числе, малой остаточной намагниченностью. Данное различие, по-видимому, связано с технологическими особенностями роста сверхрешеток на установке Катунь-С, при которых у сверхрешетках получаются менее совершенные интерфейсы, чем у сверхрешеток, исследованных в работе [59]. Если оценить суммарную толщину интерфейсов Fe/Cr и Cr/Fe, как показано на рисунке 2.15, что составит величину около 5Å, или половину толщины слоев Cr. При номинальной толщине Cr(9Å), по-видимому, из-за случайных дефектов, неоднородностей,



Рисунок 2.29. Петли магнитного гистерезиса, измеренные для сверхрешетки [Cr(9Å)/Fe(70Å)]₁₂ для двух направлений магнитного поля: (1) – **H** || [100]Fe и (2) – **H** || [110]Fe.

шероховатости подложки или частично прошедшей диффузии, в слоях Cr могут существовать перемычки между слоями Fe, влияющие на локальный магнитный порядок.

Таким образом, в данном параграфе, в частности, показано, что в сверхрешетках Fe/Cr с толстыми слоями Fe, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии, наблюдается выраженная анизотропия 4-го порядка в плоскости слоев. При толщине слоев Cr, соответствующей обменному межслойному взаимодействию ферромагнитного типа анизотропия в плоскости слоев оказывается близкой к таковой в сплошной пленке Fe(600Å). В случае роста тонких слоев хрома (Cr(9Å) и менее), в сверхрешетке реализуется неколлинеарное магнитное упорядочение при наличии анизотропии 4-го порядка в плоскости слоев. Для сверхрешетки с толщиной слов хрома Cr(14Å) реализуется упорядочение, близкое к антиферромагнитному. В обеих последних сверхрешетках при вращении образца в магнитном поле наблюдается эффективная смена легких и трудных осей намагничивания при изменении напряженности магнитного поля от нуля до поля магнитного насыщения.

В заключении данного параграфа следует отметить дополнительные особенности сверхрешеток Fe/Cr, указывающие на возможность протекания в них неоднородных процессов намагничивания, вызванных как структурными особенностями, так и наличием выраженной магнитной анизотропии. Проведенные исследования сверхрешеток Fe/Cr с помощью метода поляризованных нейтронов показали [119–121], что в представление об однородном распределении магнитных моментов внутри отдельных слов Fe, когда весь слой можно рассматривать как единый магнитный момент с определенным направлением, является существенно упрощенной моделью. В частности, было показано, что сверхрешетки Fe/Cr обладают столбчатой доменной магнитной структурой.



Рисунок 2.30. Геометрия эксперимента по рассеянию поляризованных нейтронов на сверхрешетке $[{}^{57}$ Fe $(67\text{Å})/Cr(12\text{Å})]_{12}$ и схематичное представление столбчатой доменной структуры [120]. На нижней картинке показан вид сверху и возможное направление магнитных моментов внутри отдельных доменов.

Внутри каждого «столбика» может сохраняться антиферромагнитный порядок. В соседних столбиках магнитные моменты в слабом магнитном поле могут располагаться внутри ферромагнитных слоев под различными углами друг к другу. В [119] было установлено, что средние размеры таких магнитных доменов могут достигать величины в 450 нм. В [120] были обнаружены три варианта магнитного упорядочения в отдельных магнитных доменах (рисунок 2.31): антиферромагнитное, скошенное и скошенно - подвернутое состояния. При этом для последней из перечисленных конфигураций было



Рисунок 2.31. Примеры трех конфигураций магнитного состояния, реализуемого в сверхрешетках Fe/Cr с четным числом ферромагнитных слоев. Результаты получены на основе анализа данных по рассеянию поляризованных нейтронов на сверхрешетках $[Cr(9\text{\AA})/^{57}Fe(67\text{\AA})]_{12}/Cr(68\text{\AA})/Al_2O_3$ и $Cr(9\text{\AA})/[Cr(14\text{\AA})/^{57}Fe(26\text{\AA})]_{15}/^{57}Fe(26\text{\AA})/Cr(70\text{\AA})/Al_2O_3$. Углы φ_{ℓ} для слоя (ℓ) отсчитываются от направления легкой оси в плоскости слоев. Рисунок (а) – антиферромагнитная конфигурация, реализуемая в нулевом магнитном поле. Рисунок (b) – неколлинеарная (скошенная) конфигурация при H = 0 ($\varphi_{\ell} = -\varphi_{\ell}$). Рисунок (с) – неколлинеарная конфигурация подвернутая (twisted) конфигурация ($\varphi_{\ell} > -\varphi_{\ell-1}$), реализуемая в магнитном поле, направленном вдоль легкой оси.



Рисунок 2.32. Послойное изменение угла φ_{ℓ} как функция номера слоя Fe в сверхрешетке [Cr(9Å)/⁵⁷Fe(67Å)]₁₂/Cr(68Å)/Al₂O₃. Темные символы относятся к измерениям, выполненным в поле H = 200 Э, пустые символы – в поле H = 400 Э.

определено распределение направлений магнитных моментов Fe от слоя к слою. Видно, что в сверхрешетке происходит неоднородное изменение направлений магнитных моментов отдельных слоев и, как следствие, неоднородное намагничивание сверхрешетки, причем, неоднородное как по поверхности, так и во внутренних ферромагнитных слоях сверхрешетки.

Следует также отметить, что малое число пар слоев в сверхрешетке с толстыми ферромагнитных слоями (50–100Å) приводит к появлению особенностей на кривых намагничивания в виде слабой модуляции, связанной с наличием анизотропии 4-го порядка в плоскости слоев. Ввиду того, что в сверхрешетке в магнитном поле реализуется скошенно-подвернутая магнитная структура, разворот магнитных моментов отдельных слоев и их прохождение через оси легкого и трудного намагничивания при изменении внешнего магнитного поля происходит не синхронно, а индивидуально для каждого магнитного слоя. При малом числе ферромагнитных слоев в сверхрешетке небольшие изменения результирующей намагниченности при вращении образца в магнитном поле, не усредняются полностью, а проявляются на кривой намагничивания в виде немонотонных изгибов в отдельных интервалах изменения магнитного поля.

На рисунке 2.33 в качестве примера показаны кривые намагничивания для трех сверхрешеток Fe/Cr с различными толщинами слоев и Cr, и Fe. Из рисунка видно, вопервых, что с помощью небольших, около 1 ангстрема, изменений номинальной толщины слоев Cr можно заметно ослабить межслойное обменное взаимодействие и уменьшить поле магнитного насыщения. Поля насыщения на кривых 1 и 3 отличаются в 3 раза.



Рисунок 2.33. Петли магнитного гистерезиса для трех сверхрешеток Fe/Cr: (1)– (100)MgO/ Cr(95Å)/[Fe(88Å)/Cr(14.3Å)]₁₂, (2) – (100)MgO/Cr(95Å)/ [Fe(87Å)/Cr(14.0Å)]₁₂, (3) – (100)MgO /Cr(95Å)/ [Fe(82Å)/Cr(13.4Å)]₁₂. Магнитное поле направлено в плоскости слоев в направлении оси легкого намагничивания: **H** || [100]Fe || [110]MgO.

Заметим, что в сверхрешетке с наиболее тонкими слоями хрома $t_{\rm Cr} = 13.4$ Å в нулевом магнитном поле реализуется антиферромагнитное упорядочение. На это указывает чрезвычайно малая остаточная намагниченность, что видно на кривой 3. На ней также виден плавный изгиб в области полей менее 500 Э. В данном диапазоне изменения магнитного поля существенное влияние на процессы намагничивания сверхрешеток оказывает анизотропия 4-го порядка в плоскости слоев, что проявляется на кривых намагничивания всех трех сверхрешеток. Степень влияния анизотропии увеличивается с уменьшением поля магнитного насыщения. У кривой (1) поле насыщения близко к значению H = 500 Э, поэтому все процессы перемагничивания в данной сверхрешетке протекают в условиях влияния анизотропии. Именно на данной кривой проявляется в наиболее выраженном виде ряд аномалий в виде перегибов (см. вставку на рис. 2.33).

На основе описанных выше результатов, отражающих существенное влияние анизотропии 4-го порядка в плоскости слоев на процессы намагничивания сверхрешеток, можно сделать предположение о том, что в случае формирования в сверхрешетках Fe/Cr анизотропии второго порядка в плоскости слоев следует ожидать появления на кривых намагничивания еще более выраженных особенностей, обусловленных неоднородными процессами перемагничивания. Результаты исследований такого рода сверхрешеток Fe/Cr изложены в следующем параграфе.

116

2.6 Многоступенчатое изменение намагниченности и магнитосопротивления в сверхрешетках Fe/Cr с одноосной анизотропией в плоскости слоев

В ряде работ раннее было показано [122–126], что магнитная структура в многослойных наноматериалах на основе Co-Pt-Ru или Fe-Au с анизотропией перпендикулярно плоскости слоев представляет собой набор коллинеарных магнитных состояний. Изменение таких состояний происходит путем реализации spin-flip (или метамагнитных) переходов под действием магнитного поля, направленного поперек слоев, т.е. вдоль оси легкого намагничивания. В результате таких переходов на кривых намагничивания проявляются ступенчатые аномалии, регистрируемые, как правило, магнитооптическими (MOKE) методами, а также с помощью SQUID или вибрационного магнитометра [122-124, 127]. Одновременное проявление ступенчатых аномалий на полевых зависимостях намагниченности И магнитосопротивления были продемонстрированы в работе [127] для многослойных наноструктур на основе Co-Pd-Ru. Исследования доменной структуры, например, в системах на основе Fe-Au показали наличие магнитных доменов с характерными размерами 10-100 мкм. На рисунке 2.34 в качестве примера показаны две необычные кривые перемагничивания многослойных структур с блочным строением [124] и анизотропией перпендикулярно слоям – $[(Co(4Å)/Pt(7Å)]_{X-1}/Co(4Å)/Ru(9Å)]_{N}.$ Показаны две характерные моды: (1) котором однодоменное состояние, при наблюдается ступенчатое изменение намагниченности, и (2) – многодоменное состояние, при котором наблюдается плавное изменение намагниченности. Подробные магнитооптические исследования доменной структуры и особенностей фазового разделения в данных многослойных наноструктурах проведено в работе [128].

Подобные ступенчатое изменение намагниченности обнаружены [125] в системе $[(Fe_1Au_1)_3Au_{10}] \ge M$, где цифрами указано количество атомных слоев, M - число повторений. На рисунке 2.35. показано изменение намагниченности для случаев M = 4 и M = 6. Стрелками показаны направления магнитных моментов Fe в отдельных слоях. На нижней кривой приведена только одна кривая, измеренная от $-H_{\text{нас}}$ до $H_{\text{нас}}$. Видно, что горизонтальные участки кривой относятся к коллинеарным магнитным состояниям, а наклонные участки, по-видимому, отражают изменение намагниченности при повороте намагниченности единичного слоя Fe на угол в 180°.



Рисунок 2.34. Кривые перемагничивания структур [[(Co(4Å)/Pt(7Å)]_{X-1}/ Co(4Å)/Ru(9Å)]_N. Темные символы соответствуют состоянию с однородным распределение магнитных моментов внутри слоев Co, светлые символы – многодоменному состоянию [123]. Магнитное поле направлено вдоль оси легкого намагничивания перпендикулярно слоям.



Рисунок 2.35. Полевая зависимость относительной намагниченности многослойной наноструктуры [(Fe₁Au₁)₃Au₁₀] х M: (a) – M = 4, (b) – М = 6. Стрелками показано направление намагниченности внутри отдельных слоев Fe [125].

В работе Röβler и Bogdanov [129], как и в [125], отмечено, что необычные процессы ступенчатого перемагничивания и многодоменные эффекты, обнаруженные в блочных наноструктурах с анизотропией перпендикулярно слоям [122-124], не наблюдаются ни в массивных антиферромагнетиках, ни в наноструктурах с анизотропией типа «легкая плоскость». Однако нет особых физических ограничений, запрещающих появление подобных эффектов для обменно-связанных сверхрешеток с анизотропией в плоскости слоев. Для этого необходимо вырастить сверхрешетку с выраженной анизотропией в плоскости слоев, энергия которой была бы сравнима или больше энергии межслойного обменного взаимодействия, и приложить магнитное поле в плоскости пленки вдоль оси легкого намагничивания. Известно, что в обменно-связанных сверхрешетках (Fe/Cr, Со/Си, Со/Ru, и др.) энергия межслойного обменного взаимодействия зависит от толщины немагнитной прослойки, а энергия плоскостной анизотропии пропорциональна толщине ферромагнитных слоев [59, 130, 131]. Для сверхрешеток Fe/Cr это дает возможность выбора таких толщин слоев Fe и Cr, при которых эффекты анизотропии начали бы проявляться в наиболее выраженном виде. На рисунке 2.33 были продемонстрированы изломы на кривых намагничивания сверхрешеток Fe/Cr с некоторыми комбинациями толщин слоев Fe и Cr. Однако для появления аномалий в виде ступенек на кривых намагничивания необходимо создать условия для формирования в плоскости слоев одноосной магнитной анизотропии. Это можно сделать с помощью выбора подходящей монокристаллической подложки.

Для роста сверхрешеток Fe/Cr с анизотропией в плоскости слоев часто используют монокристаллические подложки (100)MgO and (110)MgO. При использовании первой из них получают сверхрешетки с анизотропией 4-го порядка в плоскости слоев. Подложка второго типа используется для роста сверхрешеток (211)Fe/Cr, в которых, в частности, изучался поверхностный spin-flop эффект [132, 133], или для роста двойных сверхрешеток с эффектом однонаправленной анизотропии [134-136]. Согласно этим результатам, в сверхрешетках (211)Fe/Cr должна наблюдаться одноосная анизотропия в плоскости слоев. Однако наши попытки вырастить методом молекулярно-лучевой эпитаксии сверхрешетки (211)Fe/Cr с совершенными монокристаллическими слоями оказались безуспешными. сверхрешеток Исследования $(110)MgO/[Fe/Cr]_n$ с помощью просвечивающего электронного микроскопа и туннельного электронного микроскопа показали, что в них реализуется «паркетная» структура с двумя типами удлиненных кристаллитов, расположенными под углом менее 90° друг к другу. Кривые намагничивания таких сверхрешеток, измеренные вдоль трудного и легкого направлений, выглядят монотонными и не содержат ступенчатых аномалий. Оказалось, что для создания одноосной анизотропии в сверхрешетках Fe/Cr подходят подложки (211)MgO.

Для выявления особенностей формирования магнитной анизотропии в зависимости от типа монокристаллической подложки MgO были выращены однотипные сверхрешетки MgO/Cr(83Å)/[Fe(76Å)/Cr(12.4Å)]₁₂ на трех типах подложек: (100)MgO, (110)MgO и (211)MgO. Структурные исследования выращенных образцов, выполненные с помощью просвечивающего электронного микроскопа, показали, что в них наблюдаются следующие типы кристаллической структуры: $(100)MgO \rightarrow (100)Fe/Cr$ с эпитаксиальным отношением [100]MgO || [110]Fe/Cr; (110)MgO → (211)Fe/Cr с отношением [100]MgO || [001]Fe/Cr; (211)MgO \rightarrow (210)Fe/Cr c отношением [110]MgO || [001]Fe/Cr. На рисунке 2.36 показаны типы измеренных полярных диаграмм относительной намагниченности для трех одинаковых сверхрешеток, выращенных на различных подложках MgO. Ввиду того, что поля насыщения в указанных трех образцах значительно отличаются друг от друга, измерения полярных диаграмм проведены при различных значениях магнитного поля. Из рисунка 2.36(а) видно, что в случае использования подложки (100)MgO в плоскости пленки наблюдается анизотропия 4-го порядка. В случае использования подложки (110)MgO на полярных диаграммах видны признаки как анизотропии 4-го порядка – при малых значениях магнитного поля (рис. 2.36(б)), так и 2-го прядка – при более высоких значениях магнитного поля. В случае использования подложки (211)MgO в сверхрешетке Fe/Cr наблюдается выраженная одноосная анизотропия в плоскости слоев (рис. 2.36(в)).

Для полноты картины влияния типа подложки MgO на магнитную анизотропию сверхрешеток Fe/Cr ниже приведены кривые намагничивания, измеренные вдоль легких и трудных осей в плоскости пленки (рис. 2.37). Отметим особенности данных кривых



Рисунок 2.36. Полярные диаграммы относительной намагниченности для сверхрешетки MgO/Cr(83Å)/[Fe(76Å)/Cr(12.4Å)]₁₂, выращенной на подложках: (a) – (100)MgO, (б) – (110)MgO, (в) – (211)MgO.

намагничивания. На рисунке 2.37 (а) показано, что кривые намагничивания, измеренные вдоль легкого и трудного направлений пересекаются дважды. В случае использования подложки (110)MgO обе кривые на рисунке 2.37(б) близки друг к другу, но выходят на насыщение в магнитном поле около 10 кЭ. Пересечение кривых также наблюдается, но в значительно более слабом поле H = 14 Э. Для сверхрешетки, выращенной на подложке (211)MgO, наблюдается однократное пересечение кривых и наименьшие поля магнитного насыщения (рис. 2.37(в)). Если сравнивать для случаев (а) и (с) разницу полей выхода на насыщения для кривых, измеренных вдоль легкого и трудного направлений, то данные величины оказались близкими – $\Delta H \approx 1300$ Э. Половина этой величины характеризует поле анизотропии в плоскости пленки.

Впервые на возможность перемагничивания отдельных слоев в сверхрешетках (210)Fe/Cr с одноосной анизотропией было указано в работе [138], в которой анализировались данные по рассеянию поляризованных нейтронов от сверхрешетки (211)MgO/Cr(83Å)/[Fe(76Å)/Cr(12.4Å)]₁₂. На рисунке 2.38 показана полная петля





Рисунок 2.37. Кривые намагничивания сверхрешеток MgO/Cr(83Å)/[Fe(76Å)/ Cr(12.4Å)]₁₂, выращенных на подложках: (а) – (100)MgO, (б) – (110)MgO, (в) – (211)MgO. Красным цветом показаны кривые, измеренные вдоль направления [100]Fe, синим цветом – вдоль [110]Fe. Кривые на рисунке (в) выходят на насыщение в поле около 10 кЭ.

магнитного гистерезиса для данного образца, а также отмечены крестиками магнитные точки на кривой, которые анализировались в эксперименте. Видно, что петля гистерезиса данного образца имеет необычную форму с «перетяжкой» в области полей \pm 600 Э. Полярная диаграмма намагниченности, измеренная при H = 100 Э, показывает наличие выделенной оси в плоскости пленки. Исследование магнитной структуры данной сверхрешетки с использованием поляризованных нейтронов проведены на рефлектометре HADAS (НИЦ г. Юлих). В результате обработки данных по нейтронной рефлектометрии были определены возможные конфигурации магнитной структуры сверхрешетки в привязке к указанным на рисунке 2.38 точкам на кривой перемагничивания. Данные результаты обработки показаны на рисунке 2.39, из которого видно, что в сверхрешетке с одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев могут образовываться как коллинеарные – в слабых магнитных полях, так и неколлинеарные конфигурации



Рисунок 2.38. Петля магнитного гистерезиса сверхрешетки (211)MgO/ Cr(83Å)/[Fe(76Å)/Cr(12.4Å)]₁₂. На вставке показана полярная диаграмма намагниченности, полученная при вращении образца в магнитном



Рисунок 2.39. Конфигурации магнитных моментов слоев Fe, определенные при пяти значениях напряженности магнитного поля: (a) *H* = 20 Э, *H* = 14 Э, *H* = 90 Э, *H* = 450 Э и *H* = 680 Э. Сплошными и пунктирными стрелками показаны направления магнитных моментов соседних слоев Fe.

магнитных моментов – в более сильных полях. В частности, конфигурация (d) отличается от конфигурации (e) разворотом магнитного момента одного слоя на угол, близкий к 180°. В то же время обе указанные магнитные конфигурации сохраняют порядок, близкий к коллинеарному. Следовательно, при изменении напряженности магнитного поля между состояниями (d) и (e) перемагнитился только один слой. По сравнению с конфигурацией (d) конфигурация (c) отличается дополнительными двумя перевернутыми магнитными моментами и появлением некоторых отклонений от коллинеарного порядка нескольких других магнитных моментов. Данные результаты указали на возможность протекания процессов перемагничивания отдельных слоев в сверхрешетках с выраженной одноосной анизотропией в плоскости слоев, которые можно трактовать как множественные магнитные «спин-флип» переходы.

Для детального изучения подобных переходов методом молекулярно-лучевой эпитаксии были выращены одновременно на двух подложках (100)MgO и (211)MgO сверхрешетки состава [Fe(85Å)/Cr(t_{Cr})]₁₂, содержащие 12 пар слоев Fe и Cr. Толщина слоев Cr принимала два значения: $t_{Cr} = 12.4$ Å и $t_{Cr} = 13.6$ Å. По сравнению со сверхрешеткой, использованной для нейтронных исследований, толщина слоев Fe была увеличена от $t_{Fe} = 76$ Å до $t_{Fe} = 85$ Å, что дополнительно должно усилить влияние одноосной анизотропии на процессы перемагничивания сверхрешеток [164, 165].

Введем для краткости следующие обозначения для сверхрешеток:

образец (1): <u>(211)MgO</u>/Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.6Å)]₁₂; образец (2): <u>(100)MgO</u>/Cr(80Å)/ [Fe(85Å)/Cr(13.6Å)]₁₂;

образец (3): <u>(211)MgO</u>/Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(<u>12.4Å</u>)]₁₂.

На рисунке 2.40 показаны данные рентгеновской рефлектометрии для образцов (1) и (2). Совпадение позиций брегговских рефлексов указывают на совпадении периодов сверхрешеток, под которыми понимается сумма толщин слоев Fe и Cr в периодической части сверхрешетки: $L = (t_{Fe}+t_{Cr})$. Кессиговские осцилляции проявляются более отчетливо для сверхрешетки, выращенной на подложке (100)MgO. Это означает, что шероховатость интерфейсов ниже у данной сверхрешетки в сравнении со сверхрешеткой, выращенной на подложке (211)MgO.

На рисунке 2.41 показаны результаты исследования образца 1 с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Идентификация обнаруженных рефлексов по стандартной процедуре указывает на то, что подложка имеет плоскость (211), а слои сверхрешетки – плоскость (210)Fe/Cr. Полученные данные также показывают, что данная сверхрешетка имеет псевдо-монокристаллическую структуру с преимущественной



Рисунок 2.40. Данные рентгеновской рефлектометрии для образца (2) – график (а), образца (1) – график (в). Цифрами указан порядок брегговских рефлексов.



Рисунок 2.41. Данные просвечивающего электронного микроскопа для образца (1). На рисунке отмечены рефлексы, относящиеся подложке (211)MgO и сверхрешетке.

ориентацией (210)Fe/Cr. Эпитаксиальными соотношениями для образца (1) являются: [100]Fe/Cr || [110]MgO и [210]Fe/Cr || [11Ī]MgO. Параметр решетки MgO равен 4.21Å, в то время как у Fe/Cr – 2.87Å. Расстояние между ближайшими атомами вдоль направления [110] в гранецентрированной решетке MgO равно $\sqrt{3} \cdot 4.21=7.29$ Å, в то время как расстояние между ближайшими атомами в направлении [210]Fe/Cr для объемноцентрированной решетки составляет $\sqrt{5} \cdot 2.87=6.42$ Å. Рассогласование параметров решетки для [210]Fe/Cr и [11Ī]MgO составляет 12%. Подобные вычисления для случая сверхрешетки на подложке (100)MgO дает рассогласование параметров решетки в 3.7 % для направлений [100]Fe/Cr и [210]MgO. Таким образом, в случае сверхрешетки, выращенной на подложке (211)MgO, ближайшие атомы Fe в плоскости (210) образуют прямоугольник со сторонами 2.87Å и 6.42Å (см. рисунок 2.42). Расположение атомов Fe в виде прямоугольника в плоскости (210)Fe является причиной появления одноосной магнитной анизотропии в плоскости слоев сверхрешетки (211)MgO/[Fe/Cr]. Согласно проведенным магнитным измерениям легкая ось намагничивания в образце (1) направлена вдоль [100]Fe/Cr, в то время как трудное направление – вдоль [210]Fe/Cr.



Рисунок 2.42. Соотношение параметров кристаллической решетки Fe для плоскости (210) и MgO для плоскости (211).

Большое рассогласование параметров решеток в 12%, по-видимому, вызывает упругие напряжения в слоях сверхрешетки. Также можно предположить, что по мере увеличения толщины сверхрешетки такие напряжения будут уменьшаться, что делает неэквивалентными различные слои Fe в многослойной структуре. Шероховатость интерфейсов также может изменяться от слоя к слою. Такое уменьшение шероховатости интерфейсов, обусловленное особенностями роста различных слоев в сверхрешетках, обсуждалось, например, в работе Willekens [139] при интерпретации ступенчатых кривых намагничивания в наноструктурах на основе Co-Pd-Ru. Неэквивалентность слоев Fe, наличие выраженной одноосной анизотропии в плоскости слоев Fe, а также малое значение поля магнитного насыщения, полученные при «ослаблении» интенсивности обменного взаимодействия с помощью увеличения толщины слоев Fe до $t_{\rm Fe} = 85$ Å, обеспечили условия для послойного перемагничивания слоев Fe в образце (1).

На рисунке 2.43 показана измеренная вдоль легкого направления полевая зависимость магнитосопротивления и петля магнитного гистерезиса образца 1. Видно, что в области магнитных полей |H| < 600 Э наблюдается серия выраженных и скоррелированных по полям ступенек на зависимостях M(H) и $\Delta R/R_s(H)$. Наличие ступенек не зависит от температуры в интервале от 2 до 300 К. Величина

магнитосопротивления при T = 2 К составляет 18 %, в то время как при T = 300 К - 2.4%. Относительно малая величина магнитосопротивления сверхрешетки при комнатной температуре связана использованием толстых слоев Fe. Период сверхрешетки составляет величину около 100Å, что сравнимо или больше длины свободного пробега электронов проводимость в данных материалах. Следует также отметить, что магнитосопротивление в 2.4% значительно превышеет таковое в наноструктурах на основе Co-Pd-Ru [139], демонстрирующих также ступенчатый характер изменения намагниченности.



Рисунок 2.43. Полевые зависимости намагниченности (график «a») И магнитосопротивления (график «б») сверхрешетки (211)MgO/Cr(80Å)/ $[Fe(85Å)/Cr(13.6Å)]_{12}$. Температура измерения – Т = 2 К. Магнитное поле направлено в плоскости слоев вдоль легкой оси. Синим цветом показана нисходящая ветвь петли гистерезиса, красным цветом восходящая ветвь петли гистерезиса.

На рисунках 2.44 и 2.45 приведены результаты измерения петель магнитного гистерезиса и соответствующих им полевых зависимостей магнитосопротивления, измеренных для образца 1 при температуре T = 300 К. Синим и красным цветом показаны кривые, измеренные, соответственно, вдоль легкого и трудного направлений в плоскости слоев. Видно, что для указанных направлений приложения внешнего магнитного поля наблюдается качественное различие кривых 1 и 2. На кривых 1 проявляются ступеньки, в то время как на кривых 2 наблюдаются плавные полевые зависимости. Так как любое изменение магнитного упорядочения в ГМС сверхрешетках сопровождается изменением также сопротивления, то такая корреляция должна носить не толко качественный, но и количественный характер.

Для анализа корреляции ступенчатыми изменениями магнитосопротивления и магнитным состоянием сверхрешетки рассмотрим отдельно нисходящую ветвь петли гистерезиса и соответствующую ей ветвь кривой магнитосопротивления. На рисунке 2.46 намагниченность представлена в единицах магнитного момента M_0 единичного слоя Fe(85 Å). Видно, что общая намагниченность сверхрешетки изменяется дискретно с шагом в $\Delta M = 2M_0$ во всем интервале изменения магнитного поля, за исключением области поля, равного коэрцитивной силе. Это означает, при изменении магнитного поля от положительного поля магнитного насыщения H_s до отрицательного - H_s сверхрешетка проходит через ряд коллинеарных магнитных состояний, соответствующих следующей последовательности изменения общей намагниченности: $12M_0 \rightarrow 10M_0 \rightarrow 6M_0 \rightarrow -3M_0 \rightarrow -6M_0 \rightarrow -12M_0$. Переход между ближайшими коллинеарными состояниями можно трактовать как магнитный спин-флип переход.



Рисунок 2.44. Кривая магнитного гистерезиса образца 1. Магнитное поле приложено в плоскости слоев вдоль оси легкого намагничивания (кривая 1) и вдоль оси трудного намагничивания (кривая 2). На вставке показана полярная диаграмма намагниченности, снятая в поле H = 600 Э.



Рисунок 2.45. Полевые зависимости магнитосопротивления образца 1. Магнитное поле приложено в плоскости слоев вдоль оси легкого намагничивания (кривая 1) и вдоль оси трудного намагничивания (кривая 2).

Например, ступенька 1, отмеченная на рисунке 2.46, соответствует перемагничиванию одного из слоев Fe. При изменении ориентации магнитного момента на 180° образуется пара антиферромагнитно направленных моментов с нулевым результирующим моментом, общая намагниченность сверхрешетки при этом уменьшается на величину 2M₀: 12M₀ → Дискретное (эквидистантное) изменение общей намагниченности сверхрешетки $10M_{0}$. указывает на то, что: 1) слои Fe в сверхрешетке имеют одинаковую толщину; 2) в процесс спин-флоп перехода вовлечен весь объем слоев Fe в макроскопических образцах, используемых в магнитных измерениях (5х5 мм); 3) в магнитных полях, соответствующих коллинеарным состояниям – плато на кривой M(H), нет разбиения магнитных слоев на домены с различной ориентацией намагниченности, т.е. во всех слоях Fe реализуется однодоменное магнитное состояние. С другой стороны, на наклонных участках кривой M(H) разбиение на домены одного конкретного слоя Fe обязательно должно происходить. Это связано с тем, что поле анизотропии для данных образцов составляет величину около $H_{\rm a} = 400$ Э. Если перемагничивание слоя Fe происходило бы с помощью процессов вращения намагниченности слоя, то для преодоления энергетического барьера вдоль трудной оси необходимо было бы приложить магнитное поле напряженностью не менее H_a. С другой стороны, из рисунка 2.46 видно, что для полного перемагничивани одного слоя Fe достаточно изменить напряженность магнитного поля на величину $\Delta H \approx 20$ Э,



Рисунок 2.46. Нисходящая ветвь петли магнитного гистерезиса (a) И соответствующая ей кривая магнитосопротивления образца 1. Магнитное поле приложено в плоскости слоев вдоль оси легкого намагничивания. Намагниченность выражена единицах магнитного момента Мо единичного слоя Fe(85Å). Магнитосопротивление $\Delta R(H)/\delta R_0 = [R(H)-R_s]/\delta R_0$ представлено в единицах δR_0 , где δR_0 – изменение магнитосопротивления сверхрешетки, обусловленное одним спин-флип переходом.

что более чем на порядок величины меньше *H*_a. Эта оценка доказывает, что перемагничивание отдельных слоев Fe в исследованной сверхрешетке происходит за счет процессов смещения доменных границ.

Кривые 2.44 и 2.45 также показывают, что при приложении магнитного поля вдоль трудной оси в плоскости слоев намагничивание происходит в основном за счет процессов вращения намагниченности слоев. На это указывает плавный ход кривых и отсутствие гистерезиса при полях, свыше 300 Э. Ниже указанного поля также наблюдается гистерезис на кривой перемагничивания и искажение на кривой $\Delta R/R_s(H)$.

Рассмотрим данные измерения магнитосопротивления образца 1. Нормализованная кривая магнитосопротивления показана на рисунке 2.46. Заметим, что типичная длина свободного пробега электронов проводимости в сверхрешетке Fe/Cr составляет $\ell \sim 10 \div 100$ Å. В данной сверхрешетке период приблизительно равен L = 100 Å, т.е. имеем $L \ge \ell$. Условно можно выделить в сверхрешетке ячейку вдоль нормали к поверхности, включающую половины соседних слоев Fe и разделяющий их слой Cr. Из-за большого периода сверхрешетки $(L \ge \ell)$ можно считать, что рассеяние электронов проводимости в отдельных выделенных ячейках происходит независимо друг от друга. Изменение магнитного упорядочения с ферромагнитного на антиферромагнитное внутри ячейки приводит к изменению магнитосопротивления на величину δR_0 . На основе такого подхода можно отнести наблюдаемые на кривой $\Delta R/R_{s}(H)$ особенности к поверхностному спин-флоп переходу или к переходу, происходящему внутри сверхрешетки: изменение на величину δR_0 будет соответствовать поверхностному спин-флоп переходу, а удвоенная величина $2\delta R_0$ – переходу внутри сверхрешетки. Заметим также, что переворот магнитного момента **M**_i, располагающегося между антипараллельными моментами **M**_{i-1} и M_{i+1} на меняет соспротивление сверхрешетки. Такой переход дает равные изменения сопротивления сверхрешетки, но с противоположными знаками: $\Delta R = -\delta R_0 + \delta R_0 = 0$.

Сравнительный анализ зависимостей, представленных на рисунке 2.46, позволяет получить качественную информацию о спин-флип переходах в образце 1. Ступенчатые аномалии, отмеченные на кривой цифрами 1, 2, 3 и 7, относятся к спин-флип переходам внутри сверхрешетки ($\Delta M = 2M_0$, $\Delta R(H)/\delta R_0 = 2\delta R_0$). Ступенька под номером 6 соответствует двум переходам, обусловленными переворотом одного магнитного момента внутри сверхрешетки и одного крайнего магнитного момента ($\Delta M = 4M_0$, $\Delta R(H)/\delta R_0 = 3\delta R_0$). Сложная перестройка магнитного порядка происходит вблизи поля $H = H_c$ (переход 4), где количественная корреляция между магнитными магниторазистивными свойствами не прослеживается. Важно также отметить, что не было обнаружено ситуаций, при

которых наблюдались бы ступенчатые изменения намагниченности сверхрешетки без изменения магнитосопротивления. Из этого экспериментального факта следует, что перевороты моментов не происходят последовательно в двух соседних слоях Fe.

Исследования процессов перемагничивания показывают, что каждый спин-флип переход является переходом первого рода, сопровождаемым необратимыми процессами смещения доменных границ и гистерезисом. На рисунке 2.47 показаны частные петли гистерезиса, измеренные вблизи полей спин-флип переходов. Типичная ширина плато между двумя последовательными переходами для образца (1) составила $\Delta H = 200-300$ Э.



Рисунок 2.47. Полная петля гистерезиса (пустые символы) и частные петли гистерезиса (заполненные символы) для образца 1.



Рисунок 2.48. Полевые зависимости магнитосопротивления образца 3, измеренные при комнатной температуре. Магнитное поле приложено в плоскости слоев вдоль легкой оси – кривая (а), и вдоль трудной оси – кривая (б). Синим цветом показана кривая, соответствующая нисходящей ветви петли гистерезиса, красным – восходящей ветви петли гистерезиса. Цифрами обозначена последовательность спин-флип переходов.

В образце (3) была уменьшена номинальная толщина слоев Cr в сверхрешетке на $\Delta t_{Cr} = 1.2$ Å. Это уменьшение толщины привело к усилению межслойного обменного взаимодействия, что отразилось в увеличении поля магнитного насыщения почти в два раза по сравнению с таковым для сверхрешетки с $t_{Cr} = 13.6$ Å (см. рисунок 2.48). На кривой магнитосопротивления образца (3) также наблюдаются ступенчатые аномалии при намагничивании в плоскости слоев вдоль легкой оси, но реализуется иная последовательность перемагничивания слоев Fe. Анализ особенностей корелляции между зависимостями $M(M_0)$ и $\Delta R(H)/\delta R_0$, проведенный для низходящей ветви петли гистерезиса привел к следующим выводам. Переходы, обозначенные на рисунке 2.48 цифрами 1 и 6, соответствуют перемагничиванию одновременно трех внутренних слоев Fe, которые в сверхрешетке не являются соседними. Переходы 2 и 3 обусловлены последовательным перемагничиванием двух внутренних слоев, также не являющихся соседними. Ступенька под номером 4 связана с поверхностным спин-флип переходом. Переход номер 5 связан с премагничиванием одновременно одного внутреннего слоя Fe и внешнего слоя Fe, ближайшего к подложке.

Дополнительной чертой сверхрешеток с множественными спин-флип переходами является зависимость сценария их перемагничивания и степени возможности существования набора выраженных коллинеарных состояний от четности числа ферромагнитных слоев в сверхрешетке. На рисунке 2.49 для сравнения показана кривая перемагничивания образца (3), содержащего 12 обменно-связанных слоев Fe, и кривая для аналогичной по толщинам слоев сверхрешетки, но содержащей 11 слоев Fe.



Рисунок 2.49. Петли магнитного гистерезиса образца 3 (кривая 1) и аналогичной сверхрешетки Fe/Cr, но содержащей только 11 пар слоев Fe и Cr (кривая 2). Магнитное поле направлено в плоскости слоев вдоль легкой оси.

Видно, что в случае нечетного числа слоев Fe реализуется значительно более сложный сценарий перемагничивания, чем в сверхрешетке с четным числом слоев Fe. На кривой 2 горизонтальные участки практически отсутствуют, число изгибов увеличено и наблюдаются дважды пересечения нискодящей и восходящей ветвей на полной кривой перемагничивания. Данные результаты указывают на то, что в сверхрешетке с нечетным числом пар слоев и более сильным обменным межслойным взаимодействием, в сравненни с образцом (1), реализуются преимущественно неколлинарные магнитные состояния. При которых углы между направлением намагниченностей соседних слоев могут принимать различные значения, отличные от 180°.

2.7 Визуализация доменной структуры в сверхрешетках (210)Fe/Cr

В предыдущем параграфе на основе анализа корреляции между изменением магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешеток (210)Fe/Cr с множественными спин-флип переходами было указано на возможность образования и исчезновения доменной структуры в отдельных слоях Fe. A именно, в магнитных полях, при которых в сверхрешетке реализуется коллинеарная конфигурация магнитных моментов, во всех слоях Fe будет наблюдаться однодоменное состояние, в то время как в узких интервалах магнитных полей, при которых происходят спин-флип переходы, должна появляться доменная структура в отдельном слое Fe, которая исчезает когда конкретный

ферромагнитный слой полностью перемагнитится. Так как, например, в образце (1) имеется набор выраженных ступенчатых аномалий на кривой перемагничивания, то в магнитных полях, соответствующих каждому горизонтальному участку, доменная структура во всех слоях Fe в сверхрешетке должна отсутствовать, а на наклонных участках появляться и исчезать. Если с помощью, например, магнитооптических методов визуализировать появляющуюся И исчезающую доменную структуру И проанализировать полученную информацию, то можно установить последовательность



Рисунок 2.50. Магнитооптическая установка для визуализации магнитных полей рассеяния пленочных образцов.

перемагничивания слоев Fe в исследуемых сверхрешетках. Данный подход был нами реализован [146, 147]. Ниже приведено описание использованного экспериментального метода визуализации доменной структуры и приведены результаты анализа полученных изображений.

Для экспериментального изучения распределения намагниченности сверхрешеток был применен метод магнитооптической индикаторной пленки. Этот метод впервые использовался визуализации магнитного для потока в высокотемпературных сверхпроводниках [142] и был развит в работах [143, 144], а также подробна описана в диссетации В.С. Горнакова [145]. Разработанная на его основе магнитооптическая установка включала в себя отражательный поляризационный микроскоп Полам-312, магнитную систему И CCD-камеру (рисунок 2.50). Образец помещался В электромагнитную систему, состоящую из двух соленоидов с сердечниками и создающую плоскостное магнитное поле *H*, меняющееся как по величине ($H = 0 \div \pm 8,7$ кЭ), так и по направлению ($\phi = 0^\circ \div 360^\circ$). Визуализация магнитных полей рассеяния образца осуществлялась с помощью магнитооптической индикаторной пленки, помещенной непосредственно на поверхность образца. Линейно-поляризованный свет падал перпендикулярно поверхности индикатора, проходил сквозь него и, отражаясь от алюминиевого зеркала, нанесенного на нижнюю поверхность индикатора, попадал либо на окуляры микроскопа для визуального наблюдения магнитооптического (МО) портрета образца, либо на CCD-камеру для его регистрации и дальнейшей компьютерной обработки.

Используемые в эксперименте индикаторы представляли собой висмут-содержащие эпитаксиальные пленки иттриево-железистого граната (YBiGd)₃(GaFe)₅O₁₂ толщиной $1 \div 5$ мкм, выращенные на подложках из гадолиний-галлиевого граната Gd₃Ga₅O₁₂ (0,3 ÷ 0,5мм). На индикаторную пленку структуры были последовательно напылены алюминиевое зеркало толщиной $0,2 \div 0,5$ мкм и пленка SiO₂ (0,2 ÷ 0,5мкм) для его предохранения от механических повреждений (рисунок 3.51). На другую поверхность структуры было нанесено тонкое (~0.1мкм) антиотражающее покрытие SiO₂, позволяющее увеличить чувствительность индикатора на 20%–30%.

В отсутствие внешних полей магнитный момент индикатора был ориентирован в плоскости пленки (рисунок 2.51). Под действием нормальной компоненты локальных полей рассеяния образца намагниченность гранатовой пленки отклонялась из плоскости, обусловливая, благодаря большой величине эффекта Фарадея в этой пленке, соответствующее вращение плоскости поляризации света, проходящего сквозь нее.



Рисунок 2.51. Схема эксперимента, иллюстрирующая принцип метода и появление магнитооптического контраста изображения, обусловленного магнитными полями рассеяния от доменных границ и других магнитных неоднородностей на поверхности пленки.

Линейно-поляризованный свет падал перпендикулярно на индикатор и отражался от его зеркальной, прилегающей к образцу, поверхности. При слегка раскрещенных николях, в зависимости от величины и знака H_{\perp} , на магнитооптическом изображении образца на однородном сером фоне формировались локальные темные и (или) светлые участки с соответствующими вариациями интенсивности. Таким образом, оказалось возможным оценить характеристики полей рассеяния от магнитных зарядов образца, формирующихся на его краях, доменных границах (ДГ) и других магнитных дефектах.

В случаях слабого МО сигнала детали доменной структуры были изучены с использованием компьютерной обработки изображений. При этом использовалось вычитание из текущего МО портрета фонового изображения, которое было результатом усреднения двух изображений, полученных после предварительного насыщения образца большими магнитными полями противоположных полярностей. При этом одни и те же области МО портрета образца были светлыми в одном из изображений и темными – в Усреднение этих изображений приводило К компенсации магнитной другом. составляющей в результирующем изображении, но не влияло на паразитный контраст от немагнитных дефектов в нем. Эта процедура уменьшала или полностью убирала дефектов паразитный контраст немагнитных существенно поднимала OT И чувствительность метода.

Для визуализации доменной структуры была приготовлена отдельная сверхрешетка с 12-ю парами слоев Fe и Cr: (211)MgO/Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.4Å)]₁₂. Измерение кривой перемагничивания данной сверхрешетки доказали наличие набора ступенчатых аномалий (рисунок 2.52). По сравнению с образцом (1) (рисунок 2.44) поле магнитного насыщения

у данной сверхрешетки больше на величину около 200 Э, что указывает на более сильное межслойное обменное взаимодействие. Форма данной кривой и набор ступенек также отличается от образца (1). Однако на рисунке 2.52 также видны горизонтальные участки, соответствующие коллинеарным состояниям. Они проявляются наиболее отчетливо при уменьшении напряженности магнитного от поля магнитного насыщения. На поверхность данной сверхрешетки были помещены дополнительные слои из алюминия и ЖИГ в последовательности, изображенной на рисунке 2.51. Далее были проведены эксперименты по визуализации полей рассеяния, вызванные появлением доменной структуры в отдельных слоях Fe и проведен компьютерный анализ контраста изображений. Ниже на серии картинок с общим номером 2.53, полученных в различных магнитных полях в соответствии с кривой перемагничивания, представлены результаты визуализации. На первой картинке обозначено направление суммарной намагниченности сверхрешетки в состоянии насыщения, на второй показано появление доменов с противоположным направлением намагниченности, обусловленное первым спин-флип переходом.



Рисунок 2.52. Полная петля магнитного гистерезиса сверхрешетки (211)MgO/ Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.4Å)]₁₂. Поле направлено в плоскости слоев вдоль оси легкого намагничивания.







(1) H = 900 \Im



(3) H = 516 Э



(5) H = 402 \Im



(4) H = 420 Э



(6) H = 396 \Im







(9) $H = 30 \Im$

(8) H = 186Э



(10) H = -36 Э



(11) H = -294 Э



(12) H = -310 Э



(13) H = $-330 \Im$



(15) H = -480 Э



(14) H **=** -378 Э



(16) H = -510 Э



(17) H = -624 Э

 $(18) H = -660 \Im$

Рисунок 2.53. Изображения магнитных полей рассеяния, полученные в различных магнитных полях для сверхрешетки (211)MgO/ Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.4Å)]₁₂ с помощью оптического поляризационного микроскопа и метода индикаторной пленки.

Из приведенных на рисунке 2.53 данных можно сделать ряд выводов:

- при изменении напряженности магнитного поля наблюдается чередование изображений с однородным фоном и изображений с магнитными доменами;
- наблюдаются различные типы доменной структуры в разных слоях Fe;
- наблюдается различный контраст доменных границ.

Следует также отметить, что интервалы магнитного поля, при которых наблюдается появление и исчезновение доменных границ, несколько отличаются от тех, которые имеются на кривой перемагничивания на рисунке 2.43. Это может быть связано с использованием в магнитных и магнитооптических измерениях разных кусочков, отрезанных от общего образца сверхрешетки. Выше указывалось, что для исследуемого типа сверхрешеток малые изменения номинальной толщины слоев Сг в десятые доли ангстрема могут значительно изменить поле магнитного насыщения сверхрешетки (см., например, рисунок 2.33).

Проведенный компьютерный сравнительный анализ контраста визуализированных при различных полях доменных границ позволил частично установить последовательность перемагничивания слоев Fe в данной сверхрешетке. Оказалось, что изменении напряженности магнитного поля от положительного $(H_{\rm s})$ при ЛО отрицательного (-H_s) поля насыщения последовательно перемагничиваются слои Fe в следующем порядке: n = 2, 4, 6, ..., 5, 3, 1, где нумерация слоев Fe начинается со стороны подложки. Таким образом, при уменьшении магнитного поля первым перемагничивается второй от подложки слой Fe, потом 4-й, потом 6-й. При смене знака поля и увеличении напряженности магнитного поля противоположного направления последним перемагничивается ближайший к подложке слой Fe.

2.8 Влияние отжига на процессы перемагничивания сверхрешеток (210)Fe/Cr

Проведенные исследования показали, что для наблюдения выраженных множественных спин-флип переходов в обменно-связанной сверхрешетке с анизотропией в плоскости слоев необходимо обеспечить выполнение, по крайней мере, четырех требований. К ним относятся: (1) присутствие монокристаллического состояния в слоях сверхрешетки, что определяется методикой роста наноструктуры; (2) наличие выраженной одноосной анизотропии в плоскости слоев, что задается, например, особым типом структуры подложки; (3) обеспечение близких величин энергии межслойного обменного взаимодействия и энергии одноосной анизотропии в ферромагнитных слоях, что определяется толщинами магнитных и немагнитных слоев в сверхрешетке и отражается в наличии небольших полей магнитного насыщения: $H_s = 300-1000$ Э; (4) необходимо направить магнитное поле в плоскости слоев вдоль легкой оси. Дополнительным условием может также быть требование к четности и количеству пар слоев в сверхрешетки. Однако в рамках проведенных исследований такие данные получены не были.

Следует отметить, что перечисленные условия для наблюдения множественных спин-флип переходов являются необходимыми, но не достаточными, т.к. выполнение этих условий не может привести к перемагничиванию отдельных ферромагнитных слоев в различных по напряженности магнитных полях. Для обеспечения такого различия в полях спин-флип переходов необходимо присутствие дополнительной физической причины, проявляющейся по-разному в различных слоях сверхрешетки. В роли такой причины может выступать упругие напряжения. В п. 2.6 было указано, что в рассогласование параметров решетки подложки (211)MgO и слоев (210)Fe/Cr может составлять 12%. Такое расхождение в параметрах решетки должны приводить к появлению значительных упругих напряжений на границе с подложкой или в ближайших к подложке слоях сверхрешетки. Хорошо известно также, что при увеличении общей толщины пленки особенности её структуры, связанные с применением той или иной подложки, постепенно исчезают. По этой причине часто используют толстые буферные слои (500–1000)Å, чтобы получить в пленке, выращенной на толстом буферном слое, свойства, близкие к свойствам массивного материала. Это, в частности, указывает на то, что упругие напряжения уменьшаются с ростом общей толщины пленки. Следовательно, наибольшие упругие напряжения, вызванные несоответствием параметров решетки пленки и подложки, будут в слоях, близких к подложке, и по мере увеличения номера слоя в сверхрешетке такие упругие напряжения будут уменьшаться от слоя к слою. С другой стороны, упругие напряжения влияют на процессы намагничивания ферромагнитных слоев и, в частности, сказываются на величине поля магнитного насыщения. Данные рассуждения показывают, что возможной причиной наблюдаемого на эксперименте различия полей спин-флоп переходов в сверхрешетке (210)Fe/Cr может быть наличие упругих напряжений в слоях сверхрешетки, изменяющихся вдоль нормали от подложки к поверхности пленки.

Наличие упругих напряжений в слоях сверхрешетки и исследование корреляции между упругими напряжениями и процессами многоступенчатого перемагничивания может быть выполнено различными методами. Применение для этих целей имеющегося в распоряжении оптимизированного рентгеновского дифрактометра (рисунок 2.6) было затруднено тем, что образцы сврхрешеток (210)Fe/Cr находились в монокристаллическом состоянии и первый фиксируемый брегговский рефлекс имеет большие значения индексов. Для корректного определения упругих напряжений необходимо фиксировать положение как минимум двух брегговских пиков. Кратный брегговский пик с индексами (420) уже выходит за пределы исследуемых углов дифрактометра. Не решает проблемы также переход на другие типы рентгеновских трубок с меньшей длиной волны излучения (например, трубки с Cu анодом), т.к. при этом значительно ухудшается качество съемки для случая сверхрешеток Fe/Cr и не удается получить необходимую информацию о брегговских пиках слабой интенсивности при сканировании в больших углах.

Другой (косвенный) метод получения информации о наличии упругих напряжений в пленочных образцах связан с использованием отжига, при котором должны происходить процессы релаксации упругих напряжений. Можно ожидать, что при достижении некоторой критической температуры отжига, при которой произойдет релаксация упругих напряжений в сверхрешетке и ферромагнитные слои станут эквивалентными, перемагничивание сверхрешетки станет однородным, исчезнут условия для послойного перемагничивания отдельных ферромагнитных слоев в различных полях, следовательно, исчезнут ступенчатые аномалии на кривых перемагничивания.

Для данных исследований были использованы 2 дополнительно приготовленные сверхрешетки, демонстрирующих многоступенчатый характер кривых намагничивания:

образец (a): MgO/Cr(80 Å)/[Fe(85 Å)/Cr(13.8 Å)]₁₂;

образец (б): MgO/Cr(80 Å)/[Fe(85 Å)/Cr(13.2 Å)]₁₂.

Ниже на рисунках 2.54–2.57 приведены кривые перемагничивания и соответствующие им кривые магнитосопротивления для указанных двух образцов. Поле в измерениях петель магнитного гистерезиса и магнитосопротивления было направлено в плоскости слоев вдоль оси легкого намагничивания.

140



Рисунок 2.54. Кривые перемагничивания образца (а). Намагниченность выражена в единицах M₀ – величины намагниченности одного слоя Fe(85Å).



Рисунок 2.55. Полевые зависимости магнитосопротивления образца (а).



Рисунок 2.56. Кривые перемагничивания образца (б). Намагниченность выражена в единицах M₀ – величины намагниченности одного слоя Fe(85Å).



Рисунок 2.57. Полевые зависимости магнитосопротивления образца (б).

Отжиг сверхрешетки MgO/Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.8Å)]₁₂ начинался с температуры $T_{an} = 250^{\circ}$ С и проходил с шагом 20°С и длительностью 30 мин. Отжиг проводился в условия высокого вакуума (P = 5·10⁻⁵ Па). После каждого сеанса отжига на образце проводились измерения магнитосопротивления. Изменение полевой зависимости намагниченности для данного образца сверхрешетки не отслеживалось.

На рисунке 2.58 показано изменение кривой магнитосопротивления после отжига при различных температурах. Из графиков видно, что при $T_{an} = 250$ °C в отрицательном магнитном поле появляется дополнительная «ступенька». При дальнейшем отжиге ее ширина увеличивается, в то время как последняя «ступенька» уменьшается в линейном размере и исчезает предыдущая. После каждого отжига уменьшается и поле насыщения. При температуре отжига $T_{an} = 310$ °C магнитосопротивление полностью исчезает. Следует отметить, что при температуре отжига $T_{an} = 310$ °C процессы диффузии в интерфейсах сверхрешеток Fe/Cr практически отсутствуют, они заметно сказываются на магнитосопротивлении при более высоких температурах отжига, что было подтверждено ранее с помощью мёссбауэровских исследований [103]. Это означает, что резкое изменение магнитосопротивления, вызванное повышением температуры отжига всего на 20 °C, может быть связано с релаксаций упругих напряжений.

Влияние отжига на образец сверхрешетки MgO/Cr(80 Å)/[Fe(85 Å)/Cr(13.2 Å)]₁₂ наблюдалось по изменениям как полевой зависимости магнитосопротивления, так и полевой зависимости намагниченности. Образец последовательно отжигался при температурах: $200^{\circ}C \rightarrow 230^{\circ}C \rightarrow 250^{\circ}C \rightarrow 270^{\circ}C \rightarrow 285^{\circ}C \rightarrow 295^{\circ}C \rightarrow 310^{\circ}C \rightarrow 330^{\circ}C \rightarrow 350^{\circ}C$. Изменения магнитных и магниторезистивных свойств с ростом температуры отжига представлены соответственно на рисунках 2.59 и 2.60. Для наглядности на данных рисунках выборочно показаны зависимости для нескольких температур отжига.



Рисунок 2.58. Изменение кривой магнитосопротивления образца (1) при отжиге в интервале температур *T*_{an} = (250–310) °C. Приведены кривые, соответствующие нисходящей ветви петли гистерезиса.



Рисунок 2.59. Нисходящие ветви полной петли гистерезиса, измеренной после 30-минутного отжига образца (2). Температуры отжига указаны на графике.



Рисунок 2.60. Изменение кривой магнитосопротивления образца (2) при отжиге в интервале температур *T*_{an} = (250–310) °C. Приведены кривые, соответствующие нисходящей ветви петли гистерезиса.

143

На основе данных, приведенных на рисунках 2.58–2.60, можно проследить основные изменения на кривых M(H) и $\Delta R/R_s(H)$. При пошаговом увеличении температуры отжига образцов (1) и (2):

- наблюдается уменьшение поля магнитного насыщения;

– исчезают выраженные ступенчатые аномалии в узком интервале температур отжига $T_{\rm an} = (310-330)$ °C;

– в образце (1) и с более слабым межслойным обменным взаимодействием и меньшим полем насыщения магнитосопротивление исчезает при $T_{\rm an} = 310$ °C, в то время как для образца (2) с более сильным межслойным обменным взаимодействием магнитосопротивление до 1.5 % наблюдается и при более высокой температуре отжига $T_{\rm an} = 350$ °C.

Следует отметить, что наиболее значительные изменения кривых M(H) и $\Delta R/R_s(H)$ при возрастании температуры отжига проявляются в области слабых магнитных полей, в то время как крайние «ступеньки», наблюдаемые около положительного и отрицательного полей магнитного насыщения, исчезают при более высоких температурах отжига. В предыдущем параграфе при исследовании контраста визуализированных доменных границ была определена последовательность перемагничивания слоев в одной из сверхрешеток (210)Fe/Cr, а именно: n = 2, 4, 6, ..., 5, 3, 1, где нумерация слоев Fe начинается со стороны подложки. Следовательно, наибольшую устойчивость к отжигу демонстрируют слои 1 и 2, т.е. ближайшие к подложке слои Fe, в которых упругие напряжения, индуцируемые подложкой (211)MgO, должны быть наибольшими. Данный результат косвенно подтверждает сделанное выше предположение о важной роли упругих напряжений и их неравномерного распределения в сверхрешетки от слоя к слою, что обуславливает появление множественных спин-флип переходов, протекающих в различных полях.

2.9 Выводы к главе 2

1. При использовании различного типа монокристаллических подложек (100)MgO, (110)MgO и (211)MgO в сверхрешетках Fe/Cr, выращенных методом молекулярнолучевой эпитаксии, формируются различные типы магнитной анизотропии в плоскости слоев: в сверхрешетках (100)MgO/[Fe/Cr] – двухосная анизотропия, в сверхрешетках (211)MgO/[Fe/Cr] – одноосная анизотропия, в сверхрешетках (110)MgO/[Fe/Cr] – смешанный тип одноосной и двухосной анизотропии.
2. В сверхрешетках (100)MgO/(100)[Fe/Cr] с двухосной магнитной анизотропией в плоскости слоев при изменении напряженности магнитного поля наблюдается смена эффективных осей анизотропии.

3. В сверхрешетках (211)MgO/[Fe/Cr] с одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев обнаружен многоступенчатый характер полевых зависимостей намагниченности и магнитосопротивления, обусловленный множественными спин-флип переходами, при которых происходит последовательное перемагничивание отдельных слоев Fe в многослойной структуре.

4. Реализация режима множественных спин-флип переходов возможна при выполнении ряда условий, к которым относятся: (1) наличие монокристаллической структуры слоев сверхрешетки, (2) наличие выраженной одноосной анизотропии в плоскости слоев, (3) поле магнитного насыщения должно быть около 500 Э и менее, (4) наличие упругих напряжений, индуцированных подложкой и изменяющихся от слоя к слою, (5) магнитное поле должно быть направлено вдоль оси легкого намагничивания.

5. Магнитооптическим методом с использованием индикаторной пленки железоиттриевого граната визуализирована доменная структура в отдельных внутренних слоях Fe сверхрешетки (210)Fe/Cr,. Из анализа магнитооптического контраста доменных границ и данных для намагниченности и магнитосопротивления определена последовательность перемагничивания слоев Fe в сверхрешетке (112)MgO/Cr(80Å)/[Fe(85Å)/Cr(13.4Å)]₁₂. Обнаружено, что слои Fe перемагничиваются в следующем порядке: n = 2, 4, 6, ..., 5, 3, 1, где нумерация слоев Fe начинается от буферного слоя Cr. Данная результат указывает на то, что спин-флип переходы, наблюдаемые в различных магнитных полях, могут быть связаны с изменением от слоя к слою упругих напряжений, задаваемых подложкой.

6. При отжиге сверхрешеток (210)Fe/Cr с множественными спин-флоп переходами было обнаружено уменьшение полей магнитного насыщения, а также исчезновение ступенчатых аномалий на кривых M(H) и $\Delta R/R_s(H)$, которое происходит в узком интервале температур отжига $T_{an} = (310-330)$ °C.

Результаты, представленные во 2 главе, опубликованы в работах [91, 97, 103, 111, 113, 117, 138, 140, 141].

3 КОНФИГУРАЦИЯ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИИ В БЕЗГИСТЕРЕЗИСНЫХ СПИНОВЫХ КЛАПАНАХ

В третьей главе приведены результаты экспериментальных исследований металлических спиновых клапанов различных композиций. Основное внимание уделено вопросам уменьшения низкополевого гистерезиса и исследованиям факторов, необходимых для получения безгистерезисного изменения магнитосопротивления спинового клапана и высокой магниторезистивной чувствительности.

В начале главы приведен краткий литературный обзор и даны необходимые определения исследуемых характеристик. Далее, описано экспериментальное оборудование, использованное для приготовления и исследования спиновых клапанов. Приведены результаты исследования магнитотранспортных свойств различных спиновых клапанов: с сильным межслойным взаимодействием. со слабым межслойным взаимодействием, с коллинеарным и неколлинеарным расположением осей анизотропии в свободном и закрепленном ферромагнитном слое. Показано, что в случае сильного межслойного отклонения взаимодействия малые магнитного поля от оси однонаправленной анизотропии приводят к резкому уменьшению гистерезиса. Для серии спиновых клапанов на основе антиферромагнетика MnIr установленная количественная корреляция между степенью совершенства текстуры <111> и шириной петли гистерезиса. Приведены данные о температурной стабильности приготовленных спиновых клапанов с синтетическим антиферромагнетиком. Описан способ термомагнитной обработки в условиях реализации спин-флоп состояния в синтетическом антиферромагнетике, используемый для формирования в спиновом клапане скрещенной конфигурации магнитной анизотропии, при которой наблюдается минимальный гистерезис. Описан способ получения однофазного магнитного состояния в антиферромагнитном слое, при котором наблюдается наибольшее магнитосопротивление. В заключении главы сформулировано основные выводы.

3.1 Магнитная анизотропия в спиновых клапанах

Наноструктуры типа «спиновый клапан» являются искусственными многослойными объектами, в которых магнитная анизотропия играет существенную роль. В отсутствие анизотропии такие объекты утрачивают особенности изменения магнитных и магниторезистивных свойств, характерные для спиновых клапанов.

В спиновых клапанах проявляются три типа анизотропии.

(1) кристаллографическая магнитная анизотропия в ферромагнитных слоях. Данный тип анизотропии проявляется в увеличении гистерезиса и, поэтому является фактором, «ухудшающим» функциональные характеристики спиновых клапанов. Для уменьшения данного типа анизотропии в спиновых клапанах используют набор слоев из определенных материалов, благодаря которым в ферромагнитных слоях формируется ГЦК структура с выраженной текстурой <111>. В магнитных пленках с ГЦК структурой в плоскости (111) магнитная анизотропия почти не проявляется.

(2)наведенная одноосная магнитная анизотропия, формируемая в ферромагнитных слоях в процессе напыления образца в магнитном поле и создающая ось легкого намагничивания (ОЛН). В единичной ферромагнитной пленке с характерной для спиновых клапанов толщиной в несколько десятков ангстрем поле наведенной анизотропии является небольшим и составляет величину 5–20 Э. Однако для реализуемых в спиновом клапане процессов перемагничивания важную роль играет не столько величина поля анизотропии, сколько направление оси легкого намагничивания. Важной особенностью является сохранение направления ОЛН при различных видах термомагнитной обработки, проводимой после напыления многослойной структуры.

(3) однонаправленная анизотропия, обусловленная обменным взаимодействием ферромагнитного и антиферромагнитного слоев на границе. Благодаря наличию однонаправленной анизотропии перемагничивание соседствующего с антиферромагнетиком ферромагнитного слоя происходит не вблизи нулевого магнитного поля, а наблюдается обменный сдвиг петли гистерезиса. Другой особенностью данного является формирование направления оси однонаправленной типа анизотропии анизотропии (ООА) в зависимости от направления намагниченности в соседнем ферромагнитном слое. При напылении спинового клапана в магнитном поле направление ОЛН в таком ферромагнитном слое совпадает с направлением внешнего магнитного поля, и ООА также сформируется вдоль оси легкого намагничивания. В данном случае в спиновом клапане реализуется коллинеарная конфигурация магнитной анизотропии (ОЛН || ООА). При использовании специальной термомагнитной обработки можно изменить анизотропии направление оси однонаправленной И получить неколлинеарную X конфигурацию магнитной анизотропии, когда ОЛН OOA. Возможность целенаправленного изменения взаимное расположение осей анизотропии позволяет влиять на магнитные и магниторезистивные свойства спиновых клапанов и, в частности, значительно изменять гистерезис, величину ГМС, чувствительность и другие характеристики, представляющие интерес для практических приложений.

Дополнительным типом анизотропии, играющим важную роль при создании из спиновых клапанов магниточувствительных сенсоров, является *анизотропия формы*. С помощью создания особой формы пленочного микрообъекта также можно значительно изменить такие характеристики, как гистерезис и чувствительность.

Основной отличительной особенностью наноструктур типа «спиновый клапан» является резкое изменение их сопротивления в области слабых магнитных полей. Это достигается путем создания таких композиций наноструктур, в которых в слабых полях резко перемагничивается только один из ферромагнитных слоев. По сравнению со сверхрешетками спиновые клапаны имеют более высокую чувствительность к магнитному полю, но при этом обладают меньшей величиной магнитосопротивления. Типичные значения ГМС для металлических спиновых клапанов составляют (5–15)%, чувствительность – (0.5–5) %/Э, поля переключения – (0–30) Э. Необходимым элементами в составе спиновых клапанов являются слои из антиферромагнитных материалов, свойства которых задают верхнюю границу температур, до которой спиновые клапаны сохраняют свои характерные свойства. Важными функциональными характеристиками спиновых клапанов являются также величина и знак поля переключения, а также величина низкополевого гистерезиса. В зависимости от указанных характеристик спиновые клапаны могут быть использованы либо в цифровых устройствах с двумя логическими состояниями «0» и «1», либо в аналоговых измерительных устройствах, в которых реализуется однозначная (безгистерезисная) зависимость сопротивления от величины магнитного поля. К первому типу устройств относятся элементы магнитной памяти, устройства порогового срабатывания, считывающие головки жестких дисков, и другие. К устройствам второго типа относятся, например, измерительные сенсоры магнитного поля и датчики тока.

Одним из основных способов получения безгистерзиного перемагничивания спинового клапан основан на использовании анизотропии формы, когда из пленочного образца изготавливают объекты в виде вытянутых полосок или меандров. В таких вытянутых объектах реализуется однодоменное состояние и их перемагничивание происходит за счет когерентного вращения намагниченности, когда магнитное поле направлено перпендикулярно длинной грани полоски. Недостатком данного подхода является значительное, в 10–20 раз, уменьшение чувствительности спиновых клапанов до значений (0.1–0.5) %/Э, что близко к чувствительности таких материалов, как магнитные сверхрешетки. Другой подход для получения безгистерезисных спиновых клапанов связан с возможностью реализации соответствующей моды перемагничивания в условиях отсутствия анизотропии формы. Такая возможность теоретически проанализирована в

ряде работ [148, 149]. В рамках модели когерентного вращения намагниченности Стонера-Вольфарта с помощью компьютерного моделирования в [148, 149] построены фазовые диаграммы, определяющие области значений параметров спинового клапана, при которых реализуется одна из трех возможных мод перемагничивания – А, В или С (рисунок 4.1).



Рисунок 3.1. Магнитные фазовые диаграммы, показывающие области реализации мод перемагничивания А, В и С для случаев созданных в спиновом клапане: а) параллельной, б) скрещенной и в) неколлинеарной конфигураций магнитной анизотропии.

По оси ординат на рисунке 3.1. отложены значения отношения $h_j = H_j/H_A$, где поле H_j характеризует межслойное взаимодействие и определяется по сдвигу петли гистерезиса свободного слоя, H_A – поле одноосной анизотропии. По оси абсцисс отложены величины угла θ между магнитным полем и ООА. Моды A и B интерпретируются как «вращение-прыжок-вращение», а мода C – как когерентное вращение намагниченности. В моде C реализуется безгистерезисный режим перемагничивания свободного слоя. Рисунки 3.1(а) и 3.1(б) относятся к случаям параллельной и скрещенной конфигурации анизотропии. Рисунок 4.1(с) показывает области реализации мод перемагничивания для неколлинеарной конфигурации анизотропии, когда угол между ОЛН и ООА составляет 80°. Таким образом, при формировании определенной конфигурации магнитной анизотропии и направляя магнитное поле под некоторым углом к ООА, можно получить состояние спинового клапана с безгистерезисным изменением магнитосопротивления.

Данные результаты показывают принципиальную возможность реализации моды С с безгистерезисным режимом перемагничивания свободного слоя. Однако за рамками данного рассмотрения остаются вопросы о возможности и способах получения больших значений магнитосопротивления и высокой чувствительности спинового клапана при минимальном гистерезисе переключения. В спиновых клапанах различных композиций

данные вопросы будут решаться различным образом. Это означает, что способ получения безгистерезисной характеристики будет зависеть от конкретного типа спинового клапана и реализованного в нем баланса энергий. В связи с этим представляет интерес получение экспериментальной информации о способах получения безгистерезисных спиновых клапанов различного состава.

Основной задачей исследований, результаты которых изложены в главе 3, является изучение факторов, влияющих на гистерезис в спиновых клапанах различных композиций, и получение безгистерезисного режима перемагничивания свободного слоя, сочетающегося с высокими значениями магнитосопротивления и чувствительности.

3.2 Определение характеристик спинового клапана

Простейший спиновый клапан состоит из разделенных немагнитной прослойкой ферромагнитных слоев. Один из них, называемый закрепленным, связан обменным взаимодействием с прилегающим к нему слоем антиферромагнетика. Второй ферромагнитный слой называется свободным. Полевая зависимость намагниченности спинового клапана включает в себя две петли гистерезиса. Низкополевая петля соответствует перемагничиванию свободного слоя, высокополевая петля – закрепленного слоя. Каждой петле магнитного гистерезиса соответствует своя петля гистерезиса магнитосопротивления с такой же шириной, наклоном и сдвигом.

На рисунках 3.2 и 3.3 обозначены экспериментально определяемые по магнитным и магниторезистивным кривым параметры спинового клапана.





Рисунок 3.2. Типичная полевая зависимость намагниченности спинового клапана.

Рисунок 3.3. Типичная полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана.

 M_{sat}^{f} и M_{sat}^{p} – намагниченности насыщения свободного и закрепленного слоев.

*H*_{*c*} = *H*₂ – *H*₁ – ширина низкополевой петли гистерезиса.

 $H_{c}^{p} = H_{4} - H_{3}$ – ширина высокополевой петли гистерезиса.

 $H_J = (H_1 + H_2)/2 -$ поле, характеризующее межслойное взаимодействие между

свободным и закрепленным слоями.

 $H_{ex} = (H_3 + H_4)/2$ – поле, характеризующее обменный сдвиг петли закрепленного слоя.

Магнитосопротивление как функция магнитного поля определялось выражением $\Delta R/R_s(H) = [(R(H) - R_s)/R_s] \times 100\%$, где R(H) – сопротивление образца в магнитном поле, R_s – сопротивление в поле магнитного насыщения. Под величиной ГМС понимается максимальная величина магнитосопротивления ($\Delta R/R_s$)_{max}.

3.3 Методические вопросы приготовления магнитных наноструктур и исследования их магнитотранспортных свойств

3.3.1 Методика магнетронного напыления многослойных наноструктур

Лабораторная технология приготовления многослойных магнитных наноструктур включает ряд операций, использующих различное оборудование. К основным технологическим операциям относятся:

- проверка химического состава исходных магнетронных мишеней;

- определение скорости напыления каждого материала при рабочих режимах;

- определение шероховатости поверхности подложек;

 напыление заданной многослойной наноструктуры по программе, контролирующей технологические параметры и время напыления каждого слоя.



Рисунок 3.4. Общий вид колонны растрового электронного микроскопа FEI Inspect F с энергодисперсионным спектрометром EDAX (ИФМ УрО РАН).

Для исследования локального химического состава магнетронных мишеней использовался метод сканирующей электронной микроскопии. Исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе FEI Inspect F, оснащенным энергодисперсионным спектрометром EDAX (рисунок 3.4). Точность определения данным методом компонентов сплавов составляет $\pm 0.2\%$. На рисунке 3.5 в качестве примера показаны результаты определения химсостава двух мишеней номинальных композиций – Co₉₀Fe₁₀ и Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀. Видно, что в пределах нескольких десятых долей атомных процентов содержание компонентов совпадает с их номинальными значениями.



Рисунок. 3.5. Результаты исследования химического состава магнетронных мишеней из сплава Co₉₀Fe₁₀ (левая картинка) и Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀ (правая картинка).



Рисунок 3.6. Вид оптического профилометра-интерферометра белого света Zygo NewView 7300 – (а), результаты измерения высоты ступеньки для материала Co₉₀Fe₁₀ – (б).

Определение скорости напыления каждого материала производилось на вспомогательных приготовленных двухслойных пленках с помощью оптического профилометра (интерферометра белого света) Zygo NewView 7300, позволяющего определить высоту «ступеньки» с точностью до нескольких ангстрем (рисунок 3.6). По известному времени напыления пленки и измеренному значению высоты ступеньки вычислялись скорости напыления материалов. В таблице 3.1 приведены значения скоростей напыления для ряда использованных материалов.

Таблица 3.1. Измеренные скорости напыления для некоторых металлов и сплавов.

Материал мишени	Cu	Та	Fe ₅₀ Mn ₅₀	Mn ₇₅ Ir ₂₅	Co ₉₀ Fe ₁₀	Co ₂₀ Fe ₁₅ Ni ₆₅	Fe ₂₀ Ni ₈₀
Скорость напыления <i>V</i> _x , Å/мин	65.0	24.4	34.6	32.9	27.0	32.9	31.4

Найденные скорости напыления используемых материалов позволяют рассчитать время напыления каждого слоя, входящего в состав наноструктуры, и составить программу напыления конкретного многослойного образца.

Для напыления магнитных наноструктур использовались различные подложки, а именно: стекло (Corning), Si(100)+SiO₂ – пластины кремния с окисленной в естественных условиях поверхностью, Si(100)/SiO₂ – пластины кремния со сформированным в заводских условиях слоем оксида и Al₂O₃ – монокристаллические пластины сапфира. Для аттестации подложек с помощью оптического профилометра Zygo NewView 7300 определялись: линейное отклонение – R_a и среднеквадратичное отклонение – rms.

На рисунке 3.7 представлены изображение карты поверхности с указанием значения R_a и rms для двух типов использованных подложек. Минимальная шероховатость обнаружена у подложек из стекла (rms = 3–4 Å), максимальная – у подложек сапфира (R-плоскость, rms = 7–10 Å), на которых проявляются террасы, образованные выходящими на поверхность атомными плоскостями. В таблице 3.2. приведены результаты измерения шероховатости для ряда подложек.



Рисунок 3.7. Результаты измерения шероховатости подложки из стекла – (а), сапфировой подложки – (б).

Таблица 3.2. Значения шероховатости поверхностей для используемых подложек.

Тип подложки	Стекло	Si	Si/SiO ₂	Al ₂ O ₃
Ra, Å	$2 \div 3$	6 ÷ 7	3÷6	5 ÷ 9
rms, Å	3÷4	7 ÷ 9	4 ÷ 7	7 ÷ 10

Спиновые клапаны изготавливались методом магнетронного напыления на постоянном токе с помощью высоковакуумной напылительной магнетронной установки MPS-4000-С6 (Ulvac). Общий вид магнетронной установки приведен на рисунке 3.8. 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 содержит шесть магнетронных источников на постоянном токе. 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 50.8 мм. Толщина мишени зависит ее материала. Мишени из ферромагнитных материалов 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 3.8. Общий вид высоковакуумной магнетронной установки MPS-4000 C6 (ИФМ УрО РАН, центр коллективного пользования «Нанотехнологии спинтроники»).

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.

Основные технологические параметры напыления наноструктур:

- мощность магнетронов 100 Вт;
- давление аргона 0.1 Па;
- чистота аргона 99,998 %;
- частота вращения подложки 8 об./мин.;
- напряженность магнитного поля в плоскости подложки 80 Э;
- температура подложки во время напыления (23 ± 5) °C;
- остаточное давление газов в камере напыления 3*10⁻⁷ Па;
- температура подложки во время напыления (20 450) °С.

3.3.2 Установка RTF–1 для исследования магнитотранспортных свойств спиновых клапанов при различных температурах

Особенность полевых зависимостей магнитосопротивления спиновых клапанов, затрудняющая использование стандартного измерительного оборудования, заключается в резком изменении их сопротивления в области слабых магнитных полей. Например, специализированная установка для исследования гальваномагнитных свойств PPMS (Quantum Design) для создания магнитного поля использует сверхпроводящий соленоид, у которого остаточное магнитное поле в интервале ± 5 Э плавно не регулируется. Именно этот интервал магнитного поля является наиболее важным для спиновых клапанов, у перемагничивание свободного слоя которых происходит И резкое изменение магнитосопротивления вблизи нулевого магнитного поля. Для измерений магнитотранспортных свойств спиновых клапанов при комнатной температуре использовалась установка ABM-1, описанная в предыдущей главе. Для проведений аналогичных измерений, но при различных температурах, была сконструирована установка RTF-1 на базе магнита B-M10 и криостата фирмы Bruker, использовавшиеся ранее для другого типа измерений – для исследований ядерного магнитного резонанса. В состав установки RTF-1 также входят: сухой откачной пост на базе турбомолекулярного насоса Agilent Technologies MiniTASK AG81 с вакуумным датчиком Varian FRG-700, температурный контроллер Lake Shore 336, импульсный блок питания электромагнита TDK-Lambda GEN 150-66, чиллер LabTech Smart H150-3000 для охлаждения магнита, компьютер и интерфейсный блок для связи приборов с компьютером, вставка с нагревательным элементом для крепления образца. Установка RTF-1 была полностью автоматизирована, что позволило программно управлять процессом измерения, включающим управление напряженностью магнитного поля, направлением магнитного поля, температурой образца и уровнем подачи хладагента в криостат.



Рисунок 3.9. Установка RTF-1, используемая для исследования магнитосопротивления образцов спиновых клапанов при различных температурах.

Основные характеристики установки RTF-1:

- напряженность магнитного поля – $\pm 21 \text{ к}$;

- минимальный шаг изменения магнитного поля – 0.5 Э;

- диапазон температур образца при использовании жидкого азота – (85–470) К;

- диапазон температур образца при использовании жидкого гелия – (20–370) К;

- точность поддержания заданной температуры в различных температурных диапазонах – от ± 0.2 K до ± 0.005 K.

С помощью реализованной в установке возможности поворота образца в магнитном поле и использования высоких температур до 200 °С обеспечивается важная функция, необходимая для изменения магнитных и магниторезистивных свойств спиновых клапанов. А именно, указанные возможности позволяют проводить термомагнитную обработку образца in-situ и целенаправленно изменять направление оси однонаправленной анизотропии, что было использовано для решения задач по уменьшению гистерезиса в различных спиновых клапанах.

3.4 Кристаллографическая текстура и магнитный гистерезис в спиновых клапанах

Известно, что формирование текстуры <111> в спиновых клапанах на основе ГЦК материалов позволяет существенно уменьшить ширину петли гистерезиса перемагничивания свободного слоя [150–154]. Применяются различные способы повышения степени совершенства текстуры, включающие: выбор оптимальных толщины и материала буферного слоя [155, 156], использование составного свободного слоя, содержащего дополнительный слой из магнитомягкого материала [151], выбор оптимальных толщин слоев магнитных и немагнитных материалов [152], использование послеростового ионного травления [157], использование многослойной периодической структуры в качестве свободного слоя [153], напыление буферного слоя Та при пониженном давлении рабочего газа [158].

Объяснение того, почему ГЦК-материалы с совершенной текстурой <111> обладают слабым гистерезисом, дано в работе [159]. В данной работе показано, для пленки Ni₈₀Fe₂₀, напыленной на танталовый буферный слой и обладающей текстурой <111>, коэрцитивная сила значительно меньше, чем для пленки той же толщины и материала, но приготовленной с использованием буферного слоя Cr и не обладающей столь же совершенной текстурой. Корреляция между текстурой <111> и гистерезисом объясняется отсутствием локальных флуктуаций магнитной кристаллической

анизотропии в плоскости пленки, обладающей идеальной текстурой <111> с осью, перпендикулярной поверхности пленки. Та же интерпретация была использована в работе [160] для клапанов, полученных ионно-лучевым осаждением. Авторы связывают проявление магнитомягких свойств свободного ферромагнитного слоя с отсутствием магнитной анизотропии в плоскостях (111), так как в этом случае разориентация отдельных кристаллитов в текстурированной поликристаллической пленке не приводит к локальным флуктуациям магнитной анизотропии. Следует отметить, что несмотря на многочисленные указания на качественную корреляцию между наличием текстуры <111> и малым гистерезисом спиновых клапанов, такого рода количественная зависимость ранее не изучалась.

Такие исследования количественной зависимости ширины низкополевой петли гистерезиса от степени совершенства текстуры <111> нами были выполнены на серии спиновых клапанов с антиферромагнетиком Mn₇₅Ir₂₅: стекло/(Та, (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀)/ [Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀]/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Mn₇₅Ir₂₅/Ta [161, 162]. Формулы приготовленных образцов приведены в таблице 3.3. Толщины слоев указаны в ангстремах в круглых скобках после символа химического элемента. Выбор образцов сделан таким образом, чтобы был охвачен максимально широкий диапазон изменения степени совершенства текстуры.

Таблица 3.3. Композиционные формулы спиновых клапанов. Толщины слоев указаны в круглых скобках в ангстремах. В колонках указаны: (Δ*R*/*R*_s)_{max} – максимальная величина магнитосопротивления – и FWHM – ширина кривой качания на полувысоте.

N⁰	Формула наноструктуры	$(\Delta R/R_s)_{\rm max}$	FWHM град.
1	Ta(50)/NiFe(30)/CoFe(20)/Cu(22)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	10.7	3.35
2	Ta(20)/NiFe(30)/CoFe(15)/Cu(22)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	10.6	3.65
3	Ta(20)/NiFe(30)/CoFe(15)/Cu(20)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	7.3	4.10
4	Ta(20)/NiFe(35)/CoFe(10)/Cu(24)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	9.4	4.70
5	NiFeCr(30)/NiFe(30)/CoFe(15)/Cu(22)/CoFe(20)/MnIr(50)/ Ta(20)	9.7	4.85
6	Ta(20)/NiFe(30)/CoFe(15)/Cu(24)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	11.6	5.45
7	Ta(20)/NiFe(25)/CoFe(20)/Cu(24)/CoFe(25)/MnIr(50)/Ta(20)	11.6	6.30
8	Ta(50)/NiFe(20)/CoFe(55)/Cu(24)/CoFe(55)/MnIr(150)/Ta(20)	5.0	19.30

Важно отметить, что в данной серии спиновых клапанов нет систематического изменения толщины отдельных слоев. Такой выбор образцов, различных по толщинам слоев, материалу буферного слоя и величине магнитосопротивления, имел своей целью выделить отчетливо зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса именно от степени совершенства текстуры <111>.

Исследования микроструктуры и кристаллографической текстуры были проведены просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской методами дифрактометрии (XRD). ТЕМ и XRD исследования показали, что все образцы обладают гранецентрированной кубической (ГЦК) – структурой и представляют собой поликристаллические пленки с размером зерна 15 – 25 нм. Для количественной оценки степени совершенства текстуры измеряли угол рассеяния текстуры γ . Величина γ отклонения ориентировки является средним углом части кристаллитов ОТ преимущественной ориентации и экспериментально определяется как полная ширина на полувысоте (FWHM) кривой качания (*ω*-скан) вокруг рентгеновского берегговского пика (111). Ввиду близких значений параметров решетки используемых материалов (Ni₈₀Fe₂₀, Си, Со₉₀Fe₁₀), на дифрактограммах наблюдался единый пик (111). Для получения кривой качания счетчик дифрактометра устанавливался в положение брегговского угла 20 для плоскостей (111) NiFe/CoFe/Cu, параллельных поверхности пленки. Далее при неподвижном счетчике образец поворачивался вокруг вертикальной оси гониометра, выводя в отражающее положение те плоскости (111), которые лежат наклонно к поверхности пленки.

На рисунке 3.10 показаны дифрактограммы для образцов № 1, № 7 и № 8 (таблица 3.3). На всех дифрактограммах видны два интенсивных структурных пика. Левый пик относится к (111)MnIr, а правый пик – общий для (111)CoFe, (111)NiFe и (111)Cu. Отсутствие структурных пиков (200) и (220) ГЦК решеток MnIr, CoFe, NiFe и Cu обусловлено наличием текстуры <111> в слоях MnIr, NiFe, CoFe и Cu.

На вставке рисунка 3.10 показаны кривые качания, полученные на общем пике (111) для CoFe, NiFe и Cu. Кривые качания были аппроксимированы функцией Гаусса для определения FWHM. Результаты измерений приведены в последней колонке таблицы 3.3. Образцы пронумерованы и расположены в таблице в порядке уменьшения степени совершенства текстуры, то есть увеличения FWHM. Наиболее совершенной текстурой обладает образец №1 (FWHM = 3.35°). Диапазон изменения величины FWHM исследованных образцов является типичным для спиновых клапанов, приготовленных методом магнетронного напыления на постоянном токе [163, 164]. Более совершенная текстура (FWHM = 2.5°) в спиновых клапанах была получена, например, авторами работы [164] при использовании высокочастотного магнетронного напыления в комбинации с напылением на постоянном токе.



Рисунок 3.10. Результаты рентгеновской дифракции, полученные для образцов № 1, № 7 и № 8 (верхняя, средняя и нижняя дифрактограммы, соответственно). На вставке показаны соответствующие кривые качания.

На рисунке 3.11 показаны результаты дифракции электронов, полученные для двух образцов – с наиболее совершенной и практически отсутствующей текстурой <111> (левая и правая части рисунка 3.11, соответственно). В случае отсутствия текстуры распределение интенсивности в кольцах Дебая соответствует ГЦК – структуре с беспорядочно ориентированными кристаллитами. На электронограмме в левой части рисунка появление кольца {220}, отсутствие кольца {200} и малая яркость кольца {111} свидетельствуют о существовании текстуры, ось которой нормальна к плоскости пленки.

На рисунке 3.12 представлена зависимость ширины петли гистерезиса свободного слоя H_c от угла рассеяния текстуры для наноструктур, перечисленных в таблице 3.3. Данный график показывает, что существует корреляция между H_c и рассеянием текстуры <111>, характеризуемым величиной FWHM. Следует отметить, что экспериментальные данные, представленные на рисунке 3.12, получены на различных спиновых клапанах, в которых отсутствует систематическое изменение толщины или материала какого-либо слоя наноструктуры от образца к образцу. Следовательно, можно полагать, что



Рисунок 3.11. Электронограммы, полученные для образца №1 (левая часть рисунка) и образца № 8 (правая часть рисунка).



Рисунок 3.12. Зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла рассеяния текстуры. Сплошная линия получена аппроксимацией. Вставка – зависимость *H*_c от величины обратной углу рассеяния текстуры.

выявленная зависимость является универсальной. Для проверки закономерности положения последней точки на кривой, соответствующей наибольшему значению параметра FWHM, та же зависимость была построена от величины 1/FWHM (вставка на рисунке. 3.12).

В результате линейной аппроксимации экспериментальных данных функцией *H*_c (*FWHM*⁻¹) было получено выражение:

$$H_c = 47.5 - \frac{133.6}{FWHM} , \qquad (3.1)$$

описывающее зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла рассеяния текстуры в исследованных спиновых клапанах. Таким образом, гистерезис перемагничивания свободного слоя в спиновых клапанах тем слабее, чем выше степень совершенства аксиальной текстуры <111>, ось которой нормальна к плоскости пленки.

Предполагая, что перемагничивание свободного слоя в спиновом клапане происходит за счет когерентного вращения намагниченности, интерпретируем $H_{c}(FWHM)$ на качественном уровне. Известно, что полученную зависимость максимальная ширина петли гистерезиса наблюдается, если магнитное поле направлено вдоль оси легкого намагничивания. Известно, что при отклонении магнитного поля от ОЛН ширина петли гистерезиса уменьшается [159, 175]. Заметим, что ось текстуры <111> перпендикулярна поверхности пленки. В ГЦК-решетке из узловых прямых <111> только одна ориентирована перпендикулярно плоскости (111), совпадающей с поверхностью пленки, а остальные три находятся под углом 19.5° к этой плоскости и, следовательно, к поверхности пленки. В случае поликристаллического материала с ГЦК-структурой и

совершенной текстурой, все направления [111] кристаллитов не лежат в плоскости пленки. Направление [111] является осью легкого намагничивания в ГЦК кристалле. Следовательно, ОЛН типа <111> для всех монокристаллических зерен отклонены от направления приложенного в плоскости пленки магнитного поля, что и приводит к ослаблению гистерезиса. При увеличении рассеяния текстуры для некоторых кристаллитов угол между ОЛН и направлением магнитного поля, приложенного в плоскости пленки, магнитного поля, приложенного в плоскости пленки магнитного поля, приложенного в плоскости пленки, текстуры для некоторых кристаллитов угол между ОЛН и направлением магнитного поля, приложенного в плоскости пленки, уменьшается. Если FWHM ≥ 19.5°, то оси легкого намагничивания некоторых кристаллитов могут находиться в плоскости пленки и располагаться параллельно приложенному магнитному полю. Такие кристаллиты обладают максимально широкой собственной петлей гистерезиса и их наличие приводит к увеличению ширины результирующей петли гистерезиса.

Другим объяснением корреляции между совершенной текстурой <111> и слабым гистерезисом является следующее. Для магнитных монокристаллов кубической симметрии энергия магнито-кристаллической анизотропии в плоскости (111) слабо изменяется с изменением направления. Поэтому в пленке из такого материала с совершенной текстурой <111> отсутствуют локальные флуктуации магнитной анизотропии в плоскости пленки при переходе от кристаллита к кристаллиту, что обуславливает малый гистерезис процессов перемагничивания [169].

Таким образом, на примере спиновых клапанов композиции стекло/(Та или (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀)/[Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀]/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Mn₇₅Ir₂₅/Ta с различными толщинами магнитных и немагнитных слоев, обладающих разной степенью совершенства текстуры, выявлена линейная зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от величины обратной углу рассеяния текстуры <111>.

С одной стороны, наличие текстуры в слоях спинового клапана влияет на гистерезис. С другой стороны, от совершенства текстуры, а не только от материала и толщины свободного слоя, зависит величина поля одноосной анизотропии свободного слоя. Важно отметить также, что, как показано в работах [176, 177], шероховатость магнитных слоев и, следовательно, Неелевское межслойное взаимодействие увеличиваются с возрастанием совершенства текстуры <111>. Далее будет показано как гистерезис спиновых клапанов, зависит от соотношения величины поля одноосной анизотропии свободного слоя H_A и поля межслойного взаимодействия H_J , а также от угла отклонения приложенного магнитного поля от осей анизотропии в спиновом клапане.

3.5 Взаимодействие между ферромагнитными слоями и гистерезис в спиновых

клапанах

Согласно [148, 168–170], взаимодействие между свободным и закрепленным ферромагнитными слоями в спиновых клапанах является результатом конкуренции трех видов взаимодействия при доминировании самого сильного из них: 1) дипольного (Неелевского) взаимодействия, зависящего от степени шероховатости интерфейсов; 2) РККИ обменного взаимодействия, периодически изменяющегося в зависимости от толщины немагнитной прослойки; 3) ферромагнитного – в местах нарушения сплошности немагнитного слоя. Неелевская модель описывает магнитостатическое взаимодействие, появляющееся из-за шероховатости магнитных слоев. Если при этом энергия дипольного взаимодействия превосходит энергию осциллирующего обменного взаимодействия, то результирующее межслойное взаимодействие будет ферромагнитного типа. При наличии гладких интерфейсов энергия осциллирующего РККИ взаимодействия может превалировать [171]. В этом случае при некоторой толщине немагнитной прослойки результирующее межслойное взаимодействие будет аниферромагнитного типа.

О том, насколько сильно межслойное взаимодействие, можно судить по величине сдвига H_j низкополевой петли гистерезиса от H = 0. Изменение толщины, состава и микроструктуры ферромагнитных слоев в спиновом клапане являются эффективным способом влияния на величину межслойного взаимодействия. Уменьшение толщины немагнитной прослойки меди приводит к увеличению сдвига H_j . В работах [154, 172, 173] на примере спиновых клапанов с верхним расположением антиферромагнетиков MnIr и FeMn показано, как изменение толщины слоя меди и толщин ферромагнитных слоев в композитном свободном слое NiFe/CoFe позволяет управлять сдвигом низкополевой петли гистерезиса. Толщина слоя меди влияет на обменное взаимодействие соседних ферромагнитных слоев и определяет степень влияния закрепленного слоя на процессы перемагничивания свободного слоя. Изменение соотношения толщин слоев NiFe и CoFe, в свою очередь, влияет на гистерезисные свойства композитного слоя как слоя магнитомягкого материала. Было обнаружено, что замена соотношения толщин слоев NiFe(25Å)/CoFe(20Å) на NiFe(30Å)/CoFe(15Å) в спиновом клапане, приводит к уменьшению гистерезиса свободного слоя, соответственно, с 25.2 Э до 17.4 Э.

Дополнительное ослабление гистерезиса было достигнуто путем уменьшения толщины слоя меди *t*_{Cu}. На рисунке 3.13 показаны полевые зависимости магнитосопротивления для спиновых клапанов композиции Ta(20Å)/NiFe(30Å)/ CoFe(15Å)/Cu(*t*_{Cu})/CoFe(25Å)/MnIr(50Å)/Ta(20Å) с разными толщинами прослойки меди

 $t_{\rm Cu} = 24, 22, 20$ Å. Видно, что сдвиг низкополевой петли увеличивается при уменьшении $t_{\rm Cu}$. Важно отметить также и ослабление гистерезиса перемагничивания свободного слоя, происходящее при увеличении межслойного взаимодействия. Полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана с $t_{\rm Cu} = 22$ Å имеет ширину низкополевой петли гистерезиса $H_c = 11$ Э при величине ГМС = 10.5 %. Дальнейшее уменьшение толщины слоя Cu до $t_{\rm Cu} = 20$ Å приводит к значительному уменьшению магниторезистивной чувствительности и величины ГМС.

Аналогичное ослабление гистерезиса и увеличение межслойного взаимодействия наблюдалось для спиновых клапанов на основе антиферромагнитного сплава FeMn (рисунок 3.14). Показанные на рисунках 3.13 и 3.14 магниторезистивные кривые были получены для спиновых клапанов с параллельным взаимным расположением осей одноосной и однонаправленной анизотропии (ОЛН || ООА) в магнитном поле, приложенном параллельно осям анизотропии. Далее будет показано, как изменяется форма полевой зависимости магнитосопротивления и функциональные характеристики спинового клапана (величина ГМС, ширина и сдвиг низкополевой петли гистерезиса) при отклонении приложенного магнитного поля от оси однонаправленной анизотропии для спиновых клапанов с параллельной (ОЛН || ООА) и скрещенной (ОЛН ⊥ ООА) конфигурацией магнитной анизотропии.

В работах [154, 172, 173] было показано, что при отклонении приложенного при измерении магнитного поля от осей анизотропии спинового клапана ширина петли гистерезиса перемагничивания свободного слоя уменьшается и снижается величина ГМС.



Рисунок 3.13. Полевые зависимости магнитосопротивления спиновых клапанов: Ta(20Å)/NiFe(30Å)/CoFe(15Å)/Cu(*t*_{Cu})/CoFe(25Å)/ MnIr(50Å)/Ta(20Å) для трех значений толщины слоя меди.



Рисунок 3.14. Полевые зависимости магнитосопротивления спиновых клапанов: Ta(50Å)/NiFe(20Å)/CoFe(55Å)/ Cu(*t*_{Cu})/CoFe(55Å)/ FeMn(150Å)/Ta(20Å) для трех значений толщины слоя меди.

При этом, уменьшая толщину слоя меди и увеличивая при этом межслойное взаимодействие, можно получить спиновый клапан, для которого отклонение магнитного поля от ООА на некоторый угол α приводит к существенному ослаблению гистерезиса при незначительном уменьшении величины ГМС.

На рисунке 3.15 показаны зависимости максимального магнитосопротивления и гистерезиса свободного слоя от угла α для двух спиновых клапанов на основе антиферромагнетика FeMn и с разной толщиной слоя меди. Для спинового клапана с толщиной слоя меди $t_{Cu} = 32$ Å и исходной ($\alpha = 0^{\circ}$) шириной петли гистерезиса свободного слоя $H_c = 10$ Э уменьшение гистерезиса до величины менее 1 Э наблюдается при магнитного поля от ООА на большой угол ($\alpha = 40^{\circ}$). При этом ГМС уменьшается с 8.2% до 6.2% по сравнению с параллельной ($\alpha = 0^{\circ}$) конфигурацией. Однако, если первоначально, за счет оптимизации толщин магнитных и немагнитных слоев спинового клапана, уменьшить гистерезис свободного слоя до значений менее 10 Э, то поворотом образца в магнитном поле на относительно небольшой угол $\alpha = 10-15$ градусов можно уменьшения магнитосопротивления. Из рисунка 3.15 видно, что если $t_{Cu} = 24$ Å, то при изменении α от 0 до 15° происходит резкое уменьшение H_c и незначительное снижение величины ГМС. А именно, гистерезис уменьшается более чем в 30 раз до значений $H_c < 0.2$ Э при незначительном уменьшении величины ГМС от 9.4 до 8.4 %.





Рисунок 3.15. Угловая зависимость ГМС (кружки) и ширины низкополевой петли гистерезиса (квадраты) для спиновых клапанов Ta(50Å)/NiFe(20Å)/ CoFe(55Å)/Cu(t_{Cu})/CoFe(55Å)/FeMn(150Å)/Ta(20Å) с толщинами слоя меди $t_{Cu} = 24$ Å и 32 Å (заполненные и пустые символы, соответственно).

Рисунок 3.16. Кривая магнитосопротив-ления спинового клапана: Ta(50Å)/NiFe(20Å)/CoFe(55Å)/ Cu(24Å)/CoFe(55Å)/FeMn(150Å)/Ta(20Å). На вставке приведены петли гистерезиса для случаев, когда магнитное поле направлено вдоль ($\alpha = 0$) и под углом ($\alpha = 15^{\circ}$) к направлению ООА.

На рисунке 3.16 показана безгистерезисная в малых магнитных полях зависимость $\Delta R/R_s(H)$, а на вставке – изменение формы петли гистерезиса свободного слоя при повороте образца из положения $\alpha = 0$ на угол $\alpha = 15^{\circ}$. Магниторезистивная чувствительность, соответствующая середине безгистерезисного линейного участка полевой зависимости магнитосопротивления, при этом составляет около 1%/Э.

Для случая коллинеарной магнитной анизотропии в оптимизированном спиновом клапане на основе антиферромагнетика $Mn_{75}Ir_{25}$ при отклонении магнитного поля от ООА на угол $\alpha = 15^{\circ}$ гистерезис был уменьшен до $H_c = 0.6$ Э. Величина ГМС составила 10 % при высокой магниторезистивной чувствительности – 2.5%/Э (рисунок 3.17). Данный результат является примером эффективного сочетания высоких значений функциональных характеристик спинового клапана, представляющих интерес для их использования, например, в интегральных датчиках тока, в которых чувствительный элемент может быть закреплен под фиксированным углом к проводнику с током.



Рисунок 3.17. Кривая магнитосопротивления спинового клапана: Ta(50Å)/NiFe(30Å)/CoFe(20Å)/Cu(22Å)/ CoFe(25Å)/MnIr(50Å)/Ta(20Å). Магнитное поле направлено под углом $\alpha = 15^{\circ}$ к направлению ООА.

3.6 Межслойное взаимодействие, магнитная анизотропия и безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов

Межслойное взаимодействие, взаимное расположение осей анизотропии в спиновом клапане, поле одноосной анизотропии и направление приложенного магнитного поля являются факторами, определяющими реализацию того или иного механизма перемагничивания. Авторами [149] на основе вычислений в рамках модели когерентного вращения намагниченности Стонера-Вольфарта построена магнитная фазовая диаграмма, показывающая области реализации разных мод перемагничивания (А, В, С), реализующихся в спиновом клапане в зависимости от величин поля межслойного взаимодействия, поля одноосной анизотропии и угла θ отклонения магнитного поля от оси однонаправленной анизотропии (рисунок 3.1). В работе [174] на основе результатов визуализации доменной структуры показано, что моды А и В являются комбинацией когерентного вращения намагниченности и движения доменных границ, а в случае моды (С) домены не формируются и перемагничивание свободного слоя происходит только за счет когерентного вращения намагниченности. В работе [149] магнитная фазовая диаграмма построена для случаев коллинеарной (ОЛН || OOA) и неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии, когда ОЛН отклонена от ООА на ненулевой угол. Если магнитное поле направлено вдоль ООА, то при коллинеарной конфигурации анизотропии безгистерезисная мода перемагничивания невозможна, как в случае $H_{J}/H_{A} > 1$ (сильного межслойного взаимодействия), так и в случае $H_{J}/H_{A} < 1$ (слабого межслойного взаимодействия). При скрещенной (ОЛН *L* ООА) конфигурации анизотропии перемагничивание будет безгистерезисным независимо от направления магнитного поля при условии, что $H_{I}/H_{A} > 1$.

Ниже показаны результаты экспериментального исследования зависимости гистерезиса в спиновых клапанах с различным межслойным взаимодействием: сильным и слабым, ферромагнитным и антиферромагнитным [175 – 178]. Исследование проведено на серии образцов спиновых клапанов композиции [Ta,(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀]/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/ Со₉₀Fe₁₀/Mn₇₅Ir₂₅/Ta, приготовленных на подложках из стекла (таблица 3.4).

Для определения поля одноосной анизотропии были дополнительно приготовлены многослойные структуры [Ta, (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀]/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Ta, повторяющие по составу и типам использованных материалов буферный слой и композитный свободный слой NiFe/CoFe для каждого образца. Петли магнитного гистерезиса были измерены в поле, приложенном последовательно вдоль оси легкого и оси трудного намагничивания.

Величина поля анизотропии H_A определялась как поле, в котором смыкаются петли гистерезиса, измеренные в магнитном поле, приложенном вдоль осей легкого и трудного намагничивания. На рисунке 3.18 показаны петли магнитного гистерезиса, измеренные в двух указанных случаях для образца Ta(50Å)/NiFe(30Å)/CoFe(20Å)/Ta(50Å). Для вариантов свободного слоя NiFe(20Å)/CoFe(55Å), NiFe(25Å)/CoFe(20Å), NiFe(30Å)/CoFe(15Å) и NiFe(30Å)/CoFe(20Å) были получены величины поля анизотропии 10, 25, 10 и 8 Э. Малые величины полей анизотропии объясняется наличием выраженной текстуры <111>, обнаруженной как в спиновых клапанах, так и в отдельно приготовленных образцах свободного слоя. Величина поля межслойного взаимодействия H_I определялась по сдвигу низкополевой петли гистерезиса магнитосопротивления.



Рисунок 3.18. Петли магнитного гистерезиса измеренные в плоскости пленки вдоль осей легкого и трудного намагничивания для образца Ta(50Å)/NiFe(30Å)/ CoFe(20Å)/Ta(50Å).

N⁰	Толщины слоев (Å), начиная от подложки									ГМС, %	<i>Н</i> _J , Э	$\left H_{J}/H_{A}\right $
	<i>t</i> _{Ta}	<i>t</i> NiFeCr	<i>t</i> _{NiFe}	<i>t</i> CoFe	<i>t</i> Cu	<i>t</i> CoFe	<i>t</i> _{MnIr}	<i>t</i> _{Ta}	<i>t</i> _{NiFeCr}			
1	20		25	20	24	25	50	20		11.7	-4.4	0.2
2	20		30	15	24	25	50	20		11.6	-1.6	~0.2
3	50		30	20	32	25	60	20		7.3	-0.7	~0.1
4	-	30	30	20	20	25	60		10	9.5	7.3	0.9
5	50		30	20	22	25	50	20		10.6	10.0	1.3
6	20		30	15	22	25	50	20		10.7	16.5	1.7
7	-	30	30	20	18	25	60		10	8.1	31.7	4.0

Таблица 3.4. Толщины слоев исследуемых спиновых клапанов, величины ГМС, поля межслойного взаимодействия и отношения поля межслойного взаимодействия к полю анизотропии свободного слоя.

В таблице 3.4 для исследуемых спиновых клапанов представлены толщины слоев, величина магнитосопротивления, поля межслойного взаимодействия и соотношение поля межслойного взаимодействия и поля анизотропии.

На рисунке 3.19 показаны зависимости, полученные для образцов № 4 и № 6 (таблица 3.4) со слабым $(H_J/H_A < 1)$ и сильным $(H_J/H_A > 1)$ межслойным взаимодействием. Видно, что в случае сильного и слабого межслойного взаимодействия малое отклонение магнитного поля от ОЛН ($\alpha \approx 3^\circ$) сопровождается резким сдвигом низкополевой петли гистерезиса. Для точного определения поля, характеризующего межслойное взаимодействие, зависимости $H_J(\alpha)$ были построены для всех образцов с учетом того, что $H_J = H_J(0)$. Данный способ измерения позволяет с достаточной точностью определить величину поля H_J для спиновых клапанов с сильным межслойным взаимодействием. В случае слабого межслойного взаимодействия точное определение поля H_J проблематично из-за сложности выполнения измерений вблизи H = 0.

Для получения зависимостей $H_c(\alpha)$ полевые зависимости магнитосопротивления были измерены для каждого образца при различных фиксированных углах α между приложенным магнитным полем и осью легкого намагничивания. На рисунке 3.20 показаны соответствующие зависимости гистерезиса от угла α для спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием (см. таблицу 4.4). На вставке показана схема измерения зависимостей $H_c(\alpha)$. Оси X и Y, ток **i**, приложенное магнитное поле **H** и поле межслойного взаимодействия лежат в плоскости пленки. Ось X параллельна ОЛН и направлена противоположно направлению пиннинга. Угол Θ отклонения магнитного поля от направления пиннинга $\Theta = \alpha + 180^{\circ}$.



Рисунок 3.19. Зависимости *H_J*(*α*), полученные для спиновых клапанов с сильным (заполненные символы) и слабым (пустые символы) межслойным взаимодействием



Рисунок 3.20. Зависимость ширины петли гистерезиса магнитосопротивления от угла отклонения магнитного поля от ОЛН. Заполненные треугольники и кружки относятся к образцам № 5 и № 7. Пустые треугольники, кружки, квадраты и наполовину заполненные кружки относятся к образцам № 1, 2, 3 и 4, соответственно. На вставке показана схема измерения.



Рисунок 3.21. Углы, соответствующие переходу между модами перемагничивания А–В (квадраты) и переходу между модами В–С (кружки и звезды). Сплошные линии – часть магнитной фазовой диаграммы, рассчитанной в [149].

Экспериментальная кривая для образца № 6 близка к зависимостям, полученным для образцов № 5 и 7, и поэтому не показана. Видно, что характер зависимостей $H_c(\alpha)$ для спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием различен. Для клапанов с сильной межслойной связью увеличение угла α от 0 до 5 град приводит к падению H_c на 70–95%, и далее следует плавный переход к безгистерезисному перемагничиванию при угле $\alpha = \alpha_0$. С учетом погрешности измерения, будем считать перемагничивание свободного слоя является безгистерезисным, если $H_c < 0.2$ Э. Согласно

[149], плавный переход к безгистерезисному перемагничиванию может быть интерпретирован как переход от моды В к моде С. Полученные значения углов α_0 отмечены на магнитно-фазовой диаграмме заполненными кружками (рисунок 3.21).

Для того чтобы оценить угол α_0 , при котором ширина петли гистерезиса становится равной нулю, воспользуемся моделью Стонера–Вольфарта. Будем считать, что свободный слой находится в однодоменном состоянии, и перемагничивание осуществляется только по механизму когерентного вращения намагниченности [177].

Суммарное поле \mathbf{H}_{Σ} , действующее на свободный слой при перемагничивании, равно сумме приложенного внешнего поля **H** и поля межслойного взаимодействия \mathbf{H}_{I} :

$$\mathbf{H}_{\Sigma} = \mathbf{H} + \mathbf{H}_{I} \tag{3.2}$$

Перемагничивание является безгистерезисным, если величина суммарного поля, действующего на свободный слой, больше величины поля анизотропии свободного слоя \mathbf{H}_{A} , т.е. $H_{\Sigma} \geq H_{A}$. (3.3)

С учетом расположения вектора магнитного поля по отношению к оси легкого намагничивания, изображенного на вставке рисунка 3.20, условие (3.3) примет вид:

$$(H\cos\alpha - H_{I})^{2} + H^{2}\sin^{2}\alpha \ge H_{A}^{2}.$$
(3.4)

Это неравенство при фиксированном α должно выполняться при любых *H*. Легко показать, что отсюда следует, что

$$\sin^2 \alpha \ge (H_A / H_I)^2. \tag{3.5}$$

Таким образом, перемагничивание будет безгистерезисным, если $\alpha \ge \alpha_0$, где α_0 определяется из выражения

$$\sin \alpha_0 = |H_A / H_I| . \tag{3.6}$$

Вычисленные оценочные углы α_0 , при которых происходит переход между модами В и С, отмечены на рисунке 3.21 звездами.

Для спиновых клапанов со слабым межслойным взаимодействием обнаружен принципиально иной характер угловой зависимости H_c (пустые и наполовину заполненные символы на рисунке 3.20). При увеличении угла α величина H_c вначале уменьшается, затем на кривой появляется плато. Дальнейший ход зависимости интересен тем, что на всех кривых при определенном $\alpha = \alpha_b$ появляется излом, после которого следует практически линейное уменьшение H_c до нуля. Описанное поведение наблюдается для образцов № 1, 2, 3 и 4. Наличие излома на кривых H_c в [177] связано с проявлением перехода между модами A и B, в то время как плавное уменьшение H_c до нуля при углах α_0 связано с переходом между модами B и C.

Таким образом, в случае коллинеарной конфигурации магнитной анизотропии для спиновых клапанов, как с сильным, так и со слабым межслойным взаимодействием происходит переход к режиму безгистерезисного перемагничивания при увеличении угла отклонения приложенного магнитного поля от ОЛН. Однако только для спиновых клапанов с сильным межслойным взаимодействием наблюдается резкое уменьшение ширины низкополевой петли гистерезиса при малом отклонении приложенного магнитного поля, когда величина ГМС остается близкой к максимальному значению.

3.7 Безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов с неколлинеарным взаимным расположением осей анизотропии

Второй способ уменьшения гистерезиса перемагничивания спиновых клапанов связан с формированием неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии, когда оси легкого намагничивания в свободном слое и однонаправленной анизотропии в закрепленном слое находятся под некоторым углом друг к другу. Сформировать такой вариант расположения осей можно посредством специальной термомагнитной обработки приготовленного образца, позволяющей повернуть ООА на заданный угол. Например, для того, чтобы в спиновых клапанах на основе антиферромагнитного сплава MnIr изменить направление ООА, была проведена следующая термомагнитная обработка [178]: отжиг образцов в вакуумной печи при давлении остаточных газов 10⁻⁵ Па, температуре 270 °C в течение 10 минут и последующее охлаждение в магнитном поле 1.5 кЭ. Магнитное поле во время отжига образцов было направлено в плоскости пленки под фиксированным углом к оси легкого намагничивания. Выбранная температура отжига превышает температуру блокировки для слоя антиферромагнетика MnIr толщиной 60Å. Более высокая температура и большая продолжительность отжига приводят к структурным изменениям в слоях спинового клапана и межслойной диффузии, а также к изменению направления оси легкого намагничивания в свободном слое.

На рисунке 3.22 показана полевая зависимость магнитосопротивления, полученная для спинового клапана с сильным межслойным взаимодействием после формирования неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии (таблица 3.4, образец № 5). Магнитное поле направлено вдоль ОЛН. Ось однонаправленной анизотропии отклонена от ОЛН на угол 10°. При такой геометрии измерения величина H_c для спинового клапана

после термомагнитной обработки уменьшилась на 92% по сравнению с образцом с параллельной конфигурацией магнитной анизотропии. Ширина петли гистерезиса составляет $H_c = 0.9$ Э, величина ГМС – 10.9 % при чувствительности 2.9 %/Э. На рисунке 3.23 показан гистерезис магнитосопротивления для одного и того же образца для случаев: ОЛН II ООА и ОЛН # ООА. Во втором случае магнитное поле было направлено вдоль ОЛН или вдоль ООА. Видно, что наименьшая ширина петли гистерезиса получена при направлении магнитного поля в плоскости слоев вдоль ОЛН, то есть когда магнитное поле было отклонено от ООА не 10°. В аналогичном эксперименте для образца №7 (таблица 3.4) при изменении конфигурации анизотропии с параллельной на неколлинеарную ширина низкополевой петли гистерезиса H_c уменьшилась на 98 % – с 15.0 до 0.3 Э.



Рисунок 3.22. Полевая зависимость магнитосопротивления для образца № 5, измеренная после формирования неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии. На вставке показана геометрия измерения. НП – направление пиннинга.



Рисунок 3.23. Низкополевые части магниторезистивных кривых, измеренных для образца № 5 с параллельной конфигурацией (светлые кружки) И неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии при приложении магнитного поля вдоль ООА (темные треугольники) и вдоль ОЛН (линия).

В образце № 1 из таблицы 3.4., обладающим наибольшим магнитосопротивлением в 11.7 % и слабым межслойным взаимодействием, с помощью термомагнитной обработки была сформирована скрещенная конфигурация магнитной анизотропии, когда ОЛН \perp ООА. Однако, характер измеренной зависимости $H_c(\Theta)$ позволяет предположить, что угол между ОЛН и ООА близок, но не равен 90°. Зависимость $H_c(\Theta)$ на качественном уровне удовлетворительно согласуется с магнитно-фазовой диаграммой, построенной в работе [159] для случая отклонения ОЛН от ООА на 80° (рисунок 3.24). На диаграмме показаны области реализации различных механизмов перемагничивания: суперпозиции когерентного вращения намагниченности и смещения доменных границ (области A и B), а также когерентного вращения намагниченности (область С). На диаграмме (рисунок 3.25) присутствует стрелка. Длина стрелки соответствует интервалу углов Θ , в котором исследовался гистерезис для образца № 1 после формирования в нем неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии. Расположение стрелки по вертикальной оси соответствует соотношению между полем межслойного взаимодействия и полем одноосной анизотропии для данного образца. Видно, что при изменении угла Θ от 90 до 235° изменение моды перемагничивания происходит три раза: А–С, С–А и А–В.



Рисунок 3.24. Зависимости ширины низкополевой петли гистерезиса H_c (темные символы) и ($\Delta R/R_s$)_{тах} (светлые символы) и от угла между ОЛН и НП, полученные для образца № 1 после формирования неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии.

Рисунок 3.25. Магнитная фазовая диаграмма [149] для случая отклонения ООА от ОЛН на 80°. Длина стрелки соответствует интервалу углов Θ , в котором исследована зависимость $H_c(\Theta)$ (рисунок. 3.24). Расположение стрелки по вертикальной оси соответствует отношению $|H_J/H_A| = 0.2$.

Соответственно на зависимости $H_c(\Theta)$ наблюдаются три особенности в виде максимумов, угловое положение которых близко к соответствующим линиям, разделяющим области реализации соответствующих мод на диаграмме. Ширина петли гистерезиса H_c уменьшается до величины менее 1 Э при $\Theta > 235^\circ$, когда направление магнитного поля приближается к ОЛН. Однако при таком отклонении приложенного поля от ООА величина ГМС значительно уменьшается. Данные результаты показывают, что для спиновых клапанов со слабым межслойным взаимодействием формирование неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии не позволяет получить малый гистерезис при сохранении большой величины ГМС и высокой чувствительности.

Таким образом, только в спиновых клапанах с сильным межслойным взаимодействием формирование неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии позволяет получить безгистерезисный характер перемагничивания свободного слоя при сохранении величины ГМС. К уменьшению ширины петли гистерезиса приводят, как поворот в магнитном поле клапана с параллельной конфигурацией анизотропии, так и формирование в спиновом клапане неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии. При этом сужение петли гистерезиса при отклонении приложенного магнитного поля от осей анизотропии в спиновом клапане происходит главным образом из-за отклонения поля от оси однонаправленной анизотропии.

3.8 Оптимизация функциональных характеристик меандра, изготовленного на основе спинового клапана со слабым межслойным взаимодействием

Описанные выше способы уменьшения гистерезиса магнитосопротивления в образцах спиновых клапанов макроскопических размеров были использованы для решения аналогичных задач в объекте микроскопических размеров – меандре. Данный тип микрообъектов является составной частью конструкции многих магниточувствительных сенсоров. При переходе от миллиметровых к микронным размерам образцов спинового клапана возникают дополнительные факторы, которые влияют на перемагничивание спинового клапана И его магниторезистивные характеристики. Ранее было показано [179, 180], что переход к микроскопическим размерам образца приводит к изменению формы магниторезистивной кривой и основных характеристик спинового клапана. В работах [181, 182] для микрообъектов, имеющих форму меандра, показано, что поле одноосной анизотропии свободного слоя, гистерезис и величина ГМС зависят от ширины полосок меандра. Полученные зависимости интерпретированы с учетом влияния на процессы перемагничивания анизотропии формы.

Меандр был изготовлен при помощи электронной микролитографии из пленки спинового клапана $Ta(50Å)/Ni_{80}Fe_{20}(30Å)/Co_{90}Fe_{10}(15Å)/Cu(28Å)/Co_{90}Fe_{10}(20Å)/$ $Mn_{75}Ir_{25}(50Å)/Ta(20Å) с коллинеарной конфигурацией магнитной анизотропии [175, 183].$ Ширина полосок меандра составляет 20 мкм (рисунок 3.26). При помощи термомагнитнойобработки (отжиг в вакууме в течение 10 минут при температуре 300 °C и последующееохлаждение образца в магнитном поле, приложенном плоскости пленки под углом 85° кОЛН) в образце микроскопических размеров была сформирована неколлинеарнаяконфигурация магнитной анизотропии с отклонением ООА от ОЛН на угол 85°. Нарисунке 3.26 обозначены направления осей анизотропии до (ООА1) и после (ООА2)термомагнитной обработки. На рисунке 3.27 показана зависимости ширины низкополевой $петли гистерезиса и величины максимального магнитосопротивления от угла <math>\Theta$, полученные для меандра, в котором была сформирована неколлинеарная конфигурация магнитной анизотропии. Видно, что после термомагнитной обработки зависимость $H_c(\Theta)$ приобрела более крутую форму. Это означает, что для перехода к режиму безгистерезисного перемагничивания необходимо отклонить магнитное поле на меньший угол по отношению к ООА.



Рисунок 3.26. Микрофотография меандра с контактными площадками. Стрелками ООА1 и ООА2 обозначены направления оси однонаправленной анизотропии до и после термомагнитной обработки.

Рисунок 3.27. Зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла между приложенным магнитным полем и ООА для неотожженного спинового клапана (темные символы) и для отожженного образца при 300 °С (светлые символы). На вставке показана геометрия измерения.

Для интерпретации зависимости $H_c(\Theta)$ вновь можно использовать магнитнофазовая диаграмму, построенную в рамках модели Стонера-Вольфарта в работе [149]. Области, соответствующие углам Θ , в которых реализуются моды перемагничивания A, B, и C, показаны штриховкой. Видно, что для образца спинового клапана микронных размеров, в отличие от образца миллиметровых размеров (рисунок 3.28), существуют такие углы Θ отклонения магнитного поля от PD, в частности $\Theta = 165^{\circ}$, при которых перемагничивание является безгистерезисным, и величина ГМС почти не изменяется.

На рисунке 3.29 темными символами показана низкополевая часть магниторезистивной кривой, измеренной для меандра с неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии при отклонении магнитного поля от ООА на угол $\Theta = 165^{\circ}$. Светлыми символами показана магниторезистивная кривая, измеренная для меандра до термомагнитной обработки. В результате формирования неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии в образце микронных размеров величина H_c уменьшилась от 16.3 до 1 Э при сохранении величины ГМС 8.5%. Чувствительность на середине линейного участка полевой зависимости магнитосопротивления составила 0.45 %/Э.

Таким образом, по результатам эксперимента, для образцов миллиметровых размеров со слабым межслойным взаимодействием формирование неколлинеарной конфигурации магнитной анизотропии не позволяет получить безгистерезисный характер





Рисунок 3.28. Зависимости ширины низкополевой петли гистерезиса (светлые символы) и величины ГМС (темные символы) от угла между магнитным полем и ООА для меандра с неколлинеарной конфигурацией анизотропии. На вставке показана геометрия измерения.

Рисунок 3.29. Низкополевые части магниторезистивных кривых для меандра, измеренные после термомагнитной до И обработки (светлые темные И символы, соответственно).

перемагничивания свободного слоя при сохранении высокого значения ГМС и высокой чувствительности (см. п.3.7). В случае микронных размеров образца при определенном угле отклонения магнитного поля от ООА также возможен переход к безгистерезисному перемагничиванию и для спиновых клапанов со слабым межслойным взаимодействием.

3.9 Спиновые клапаны с синтетическим антиферромагнетиком

Для практического использования спиновых клапанов важны не только величина магнитосопротивления, чувствительность, гистерезис перемагничивания свободного слоя и поле обменного сдвига, но так же и температурная стабильность этих функциональных характеристик. При повышении температуры обменное взаимодействие на границе ферромагнетик/антиферромагнетик становится слабее и разрушается при приближении к температуре Нееля. При этом обменный сдвиг высокополевой петли уменьшается и обращается в ноль. Температурная стабильность характеристик спинового клапана в значительной степени зависит от типа антиферромагнетика, а именно от величины энергии однонаправленной анизотропии, формируемой в интерфейсной области между ферромагнетиком и антиферромагнетиком в процессе напыления наноструктуры или при последующей термомагнитной обработке. Для повышения температурной стабильности

используют антиферромагнетики с как можно более высокой температурой Нееля. Часто используемыми антиферромагнитными материалами являются сплавы: FeMn, MnIr, PtPdMn, PtMn, NiMn, CrPtMn [184, 185, 154]. Для повышения коррозионной стойкости в ряде случаев используют антиферромагнитные материалы на основе оксидов: NiO, α-Fe₂O₃, CoFe₂O₄, и других [186-188]. Для каждого антиферромагнитного материала и конкретного типа спинового клапана отрабатывается, как правило, своя технология приготовления магниточувствительного материала, нацеленная на получение оптимального сочетания магниторезистивных характеристик и максимально высокой температурной стабильности. Отметим, что необходимость повышения температурной стабильности обусловлена как требованиями к эксплуатационным характеристикам изделий на базе спиновых клапанов, так и ограничениями, связанными с технологическим циклом изготовления сенсорных элементов методами литографии. В последнем случае ограничения связаны с тем, что в процессе литографических операций используются температуры (200-300) °С. Если температура блокировки спинового клапана ниже используемых технологических температур, то в процессе изготовления сенсоров анизотропные свойства спинового клапана изменятся, что приведет к ухудшению функциональных характеристик конечных изделий. Однако это не означает, что спиновые клапаны на основе антиферромагнитного материала с температурой блокировки *T*_b < 200 °С не представляют интереса для практических приложений. Исходные анизотропные свойства в изготовленных сенсорных элементах могут быть восстановлены после проведения литографических операций с помощью специальной термомагнитной обработки. А именно, с помощью термомагнитной обработки можно снова сформировать однонаправленную анизотропию в закрепленном ферромагнитном слое. При этом, как было показано выше, целенаправленное изменение угла между осью однонаправленной анизотропии и осью легкого намагничивания свободного слоя позволяет управлять величиной магнитосопротивления и гистерезисом спиновых клапанов.

Одним из параметров, отражающем температурные изменения магниторезистивных свойств спиновых клапанов, является поле обменного сдвига H_{Ex} . При повышении температуры H_{Ex} уменьшается. Минимальную температуру, при которой обменный сдвиг исчезает ($H_{Ex} = 0$), называют температурой блокировки (T_b). При $T = T_b$ полевая зависимость магнитосопротивления приобретает симметричную по отношению к H = 0 форму. Оба параметра T_b и H_{Ex} зависят от типа антиферромагнитного материала и его толщины. Однако при $T < T_b$ поле H_{Ex} в значительной степени зависит также от последовательности расположения магнитных и

немагнитных слоев в спиновом клапане. В частности, поле обменного сдвига можно в несколько раз увеличить, заменяя закрепленный слой трехслойной структурой F1/Ru/F2 [189], в которой два ферромагнитных слоя разделены прослойкой рутения. Толщина слоя Ru составляет (7–9) Å, что соответствует первому антиферромагнитному максимуму РККИ взаимодействия. Такую структуру называют синтетическим антиферромагнетиком (САФ) или синтетическим ферримагнетиком. Изменяя толщины слоев F1 и F2 можно управлять величиной суммарного магнитного момента для данной обменно-связанной структуры и варьировать характеристики спинового клапана [190, 191]. На рисунке 3.30 показана типичная для спиновых клапанов с CAΦ полевая зависимость магнитосопротивления. Видно, что для таких структур обменный сдвиг высокополевой петли гистерезиса составляет тысячи эрстед. Напомним, что для обычных спиновых клапанов сдвиг $H_{\rm EX}$ высокополевой петли гистерезиса порядка сотней эрстед.



Рисунок 3.30. Полевая зависимость магнитосопротивления спинового клапана с синтетическим антиферромагнетиком: Ta(50Å)/NiFe(30Å)/CoFe(35Å)/Cu(25Å)/CoFe(35Å)/Ru(8Å)/CoFe(25Å)/ FeMn(100Å)/Ta(20Å).

Комбинации САФ с антиферромагнитными сплавами, например, MnIr, PtMn, NiO и другими [192-194], активно используются в различных типах спиновых клапанов. Что касается сплава Fe₅₀Mn₅₀, то имеется весьма ограниченное число опубликованных работ, в которых исследуются свойства спиновых клапанов на основе данного материала и синтетического антиферромагнетика. В работе [294] сплав Fe₅₀Mn₅₀ использовался вместе с Co/Ru/Co и было получено улучшение температурной стабильности спинового клапана по отношению к аналогичному спиновому клапану, без САФ. Исследование межслойного взаимодействия в спиновых клапанах на основе Fe₅₀Mn₅₀ с различной толщиной ферромагнитных слоев F1 и F2, входящих в САФ CoFe/Ru/CoFe, проведено в [196].

3.9.1 Температурная стабильность характеристик спиновых клапанов с разным соотношением толщин ферромагнитных слоев в синтетическом антиферромагнетике

В данном пункте будут приведены результаты исследования температурной стабильности спиновых клапанов с САФ $Co_{90}Fe_{10}(t_2)/Ru(8Å)/Co_{90}Fe_{10}(t_1)$ на основе антиферромагнетика $Fe_{50}Mn_{50}$ и проведено сравнение температурных характеристик спиновых клапанов с различным соотношением толщин t_1 и t_2 [197]. Исследования были проведены на спиновых клапанах с синтетическим антиферромагнетиком композиции Ta/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀/Fe₅₀Mn₅₀/Ta и без CAΦ – Ta/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀/Fe₅₀Mn₅₀/Ta и без CAΦ – Ta/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀/Fe₅₀Mn₅₀/Ta и без CAΦ – Ta/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/Co₉₀Fe₁₀/Ru. Образцы приготовлены при помощи магнетронного напыления на подложках из стекла. Напыление слоев проводилось в магнитном поле 110 Э, приложенном в плоскости пленки. После напыления образцы отжигали в вакууме в течение 10 минут при температуре 180 °C и затем охлаждали в магнитном поле 11.6 кЭ, направленном вдоль оси легкого намагничивания. Для этой процедуры была использована установка RTF-1, описанная выше. Данная операция необходима для формирования параллельного взаимного расположения оси легкого намагничивания в свободном слое и направленной анизотропии в закрепленном слое [198, 199].

В таблице 3.5 показаны толщины слоев t_1 и t_2 для образцов № 1–5 с САФ композиции Ta(50Å)/NiFe(30Å)/CoFe(35Å)/Cu(25Å)/CoFe(t_2)/Ru(8Å)/CoFe(t_1)/ FeMn(100Å)/Ta(20Å), а также толщина закрепленного слоя для образца №6 Ta(50Å)/NiFe(30Å)/CoFe(35Å)/Cu(25Å)/CoFe(65Å)/FeMn(100Å)/Ta(20Å) с обычным антиферромагнетиком. В данном спиновом клапане толщины слоев такие же, как в образцах № 1 – 5, а толщина закрепленного слоя близка к суммарной толщине слоев F1 и F2 в синтетическом антиферромагнетике.

Мо	Толщ	ИНЫ				
JN≌ oброзио	сло	ев	$(\Delta R/R_s)_{\rm max},$	<i>Н</i> с, Э	H_{FX}, \Im	
ооразца	$t_1, \text{\AA}$	<i>t</i> ₂ , Å	%		2.11	
1	20	35	9.1	10.8	556	
2	25	35	9.1	8.5	833	
3	30	35	8.4	5.2	1185	
4	32	35	8.5	6.9	1239	
5	20	22	6.6	6.5	2097	
6	65		7.6	12.5	107	

Таблица 3.5. Толщины слоев F1 и F2 и функциональные характеристики спиновых клапанов
В таблице 3.5 для всех образцов приведены также величины ГМС, ширины низкополевой петли гистерезиса и поля обменного сдвига, полученные при температуре 20 °C. Образцы № 1–4 имеют одинаковую толщину слоя F1, а толщина слоя F2 возрастает от первого к четвертому образцу. Из таблицы 3.5 видно, что при фиксированной толщине слоя F2, эффективный обменный сдвиг H_{EX} увеличивается с возрастанием толщины прилегающего к антиферромагнетику слоя F1 и с уменьшением разницы в толщинах слоев $t_2 - t_1$. Образцы № 1 и 5 имеют одинаковую толщину слоя F1 и разные толщины слоев F2. В данном случае меньшей толщине слоя F2 соответствует больший сдвиг высокополевой петли. При этом сохраняется тенденция: чем меньше разница в толщинах слоев $t_2 - t_1$, тем больше величина H_{EX} . Аналогичное увеличение эффективного обменного сдвига при уменьшении разницы в толщинах слоев CoFe, разделенных слоем Ru, было получено для спиновых клапанов на основе антиферромагнетика MnIr [197].

На рисунке 3.31 показаны полевые зависимости магнитосопротивления для образцов № 1, 4 и 5 с разными величинами поля обменного сдвига высокополевой петли гистерезиса. Видно, что при одинаковой толщине антиферромагнитного слоя FeMn величина H_{EX} зависит от соотношения толщин слоев F1 и F2 в синтетическом антиферромагнетике.



Рисунок 3.31. Кривые магнитосопротивления для образцов № 1 (светлые символы), 4 (темные символы) и 5 (штриховая линия), измеренные при температуре 20 °С.



Рисунок 3.32. Температурные зависимости величины ГМС для образцов № 1, 4, 5 (темные кружки, квадраты и треугольники) и для образца №6 (светлые кружки).

Для всех спиновых клапанов было получено близкое к линейному уменьшение величины ГМС при повышении температуры (рисунок 3.32). Вблизи температуры блокировки характер температурной зависимости изменяется и происходит резкое уменьшение магнитосопротивления. На рисунке 3.33 показаны зависимости поля обменного сдвига от температуры. С повышением температуры обменный сдвиг уменьшается и становится равным нулю при $T = T_b$. Для образца с обычным антиферромагнетиком FeMn обменный сдвиг исчезает при $T_b = 120$ °C. Для всех спиновых клапанов с САФ температура блокировки практически одинакова и равна $T_b =$ $140 \div 150$ °C, несмотря на то, что данные образцы обладают различными величинами обменного сдвига при низких и при комнатной температурах. Для всех зависимостей $H_{EX}(T)$ при температурах, близких к T_b , происходит быстрое уменьшение H_{EX} . Причем, чем больше величина начального обменного сдвига, тем быстрее происходит снижение H_{EX} при приближении температуры к T_b . Данная особенность приводит к тому, что, несмотря на одинаковую температуру блокировки, исследуемые образцы обладают различным рабочим интервалом температур, в котором сохраняется характерная для спинового клапана форма магниторезистивной кривой.

Величины полей обменного сдвига и максимальные рабочие температуры, полученные для различных сочетаний толщин ферромагнитных слоев в синтетическом антиферромагнетике, показаны на рисунке 3.34 в виде столбчатой диаграммы. На диаграмме вдоль горизонтальных осей отложены толщины слоев F1 и F2, а по вертикали – величина H_{EX} . Диаграмма показывает, что выбор толщин t_1 и t_2 позволяет существенно изменить сдвиг высокополевой петли гистерезиса и, тем самым, увеличить рабочий интервал температур спинового клапана. При фиксированной толщине слоя F2 – t_2 = 35 Å





Рисунок 3.33. Температурные зависимости обменного сдвига для спиновых клапанов с обычным антиферромагнетиком (светлые символы) и с САФ (темные символы). В левой части рисунка указаны номера образцов в соответствии с таблицей 4.5.

Рисунок 3.34. Поля обменного сдвига и максимальные рабочие температуры, указанные в °С, для различных сочетаний толщин слоев F1 и F2 в синтетическом антиферромагнетике спинового клапана.

и при увеличении толщины слоя F1 максимальная рабочая температура повышается и приближается к температуре блокировки при минимальной разнице в толщинах слоев. При фиксированной толщине слоя $F1 - t_1 = 20$ Å и двух различных толщинах t_2 получена та же тенденция: максимальная рабочая температура наблюдается при минимальной разнице в толщинах слоев t₂ - t₁. Образец № 5 с малыми толщинами слоев и малой разницей между ними обладает максимальным сдвигом низкополевой петли и максимальной рабочей температурой. Из проведенных исследований следует общий вывод: для всех образцов, включая спиновый клапан с обычным антиферромагнетиком, наблюдается закономерность – чем больше обменный сдвиг низкополевой петли при комнатной температуре, тем выше максимальная рабочая температура. В частности, для образца № 5 с толщиной антиферромагнетика $t_{\text{FeMn}} = 100 \text{ Å}$ и толщинами слоев CoFe $t_1 =$ 20 Å и $t_2 = 22$ Å, обменный сдвиг равен $H_{EX} = 2097$ Э и максимальная рабочая температура составляет 130 °C при температуре блокировки T_b = 140 °C. Максимальный обменный сдвиг и наибольший рабочий интервал температур были получены при минимальной разнице толщин ферромагнитных слоев, разделенных прослойкой рутения. Таким образом, для спиновых клапанов с синтетическим антиферромагнетиком величина обменного сдвига высокополевой петли гистерезиса может быть дополнительно увеличена путем варьирования толщин ферромагнитных слоев, входящих в состав САФ.

3.9.2 Спин-флоп состояние в синтетическом антиферромагнетике

Спиновые клапаны с синтетическим антиферромагнетиком обладают более широким диапазоном рабочих температур и имеют широкий диапазон магнитного поля с антипараллельным направлением намагниченностей свободного и закрепленного слоев, в результате чего переключение намагниченности в слабых полях разделяет два устойчивых состояния с различным сопротивлением. Для практических целей данные особенности являются преимуществами в сравнении с обычными спиновыми клапанами. Однако наличие в спиновом клапане синтетического антиферромагнетика осложняет задачу получения состояния с безгистерезиным изменением магнитосопротивления, например, посредством создания скрещенной конфигурации магнитной анизотропии. Это связано с тем, что ферромагнитный слой В CAΦ. граничащий co слоем обычного антиферромагнетика, является обменно-связанным со вторым ферромагнитным слоем в САФ. Поле магнитного насыщения для САФ составляет несколько килоэрстед. Для изменения направления оси однонаправленной анизотропии с помощью термомагнитной обработки (ТМО) в условиях магнитного насыщения необходимо использовать

относительно большие поля – (8–10) кЭ, что требует использования особого оборудования. При проведении термомагнитной обработки в меньших полях сформированное направление ООА будет зависеть не только от направления приложенного поля, но и от его напряженности, которая будет определять угол между намагниченностями слоев, входящих в САФ. В свою очередь, такая зависимость делает возможным использование скрещенной конфигурации магнитной анизотропии с помощью спин-флоп состояния в САФ. При определенной величине приложенного поля H_{sf} синтетический антиферромагнетик переходит в спин-флоп состояние [198, 200]. В этом состоянии намагниченности слоев F1 и F2 отклоняются от приложенного поля на угол, близкий к 90°, а угол между намагниченностями F1 и F2 близок к 180°. При TMO в поле, соответствующем переходу в спин-флоп состояние, направление ООА совпадает с направлением намагниченности слоя F1 и отклонено от H_{sf} [201]. При правильном выборе величины и направления поля угол между ООА и ОЛН будет близок к 90°, и в процессе TMO сформируется скрещенная конфигурация магнитной анизотропии.

Ниже показано как, варьируя величину магнитного поля, приложенного при термомагнитной обработке, можно сформировать в спиновом клапане с САФ неколлинеарную конфигурацию магнитной анизотропии и отклонить ООА от ОЛН на заданный угол, а также как сохранить однофазное магнитное состояние образца при ТМО в спин-флоп состоянии.

Нами проведено исследование зависимости угла отклонения ООА от ОЛН, формируемого при термомагнитной обработке в состоянии спин-флоп перехода, от величины приложенного поля [202, 203]. Для исследования были изготовлены спиновые клапаны с синтетическим антиферромагнетиком композиции Ta(50Å)/Ni₈₀Fe₂₀(30Å)/ Co₉₀Fe₁₀(35Å)/Cu(t_{Cu})/Co₉₀Fe₁₀(35Å)/Ru(8Å)/Co₉₀Fe₁₀(30Å)/Fe₅₀Mn₅₀(100Å)/Ta(20Å) с различными толщинами слоя меди $t_{Cu} = 25$, 28, 30 и 32 Å. В состав спиновых клапанов входит синтетический антиферромагнетик F2/Ru/F1, а именно: Co₉₀Fe₁₀(35Å)/Ru(8Å)/ Co₉₀Fe₁₀(30Å), где F1 – соседний к антиферромагнитному слою Fe₅₀Mn₅₀.

На рисунке 3.35 показаны полевые зависимости магнитосопротивления, полученные для спинового клапана $Ta(50\text{\AA})/Ni_{80}Fe_{20}(30\text{\AA})/Co_{90}Fe_{10}(35\text{\AA})/Cu(25\text{\AA})/Co_{90}Fe_{10}(35\text{\AA})/Cu(25\text{\AA})/Co_{90}Fe_{10}(35\text{\AA})/Co_{90}Fe_{10}(30\text{\AA})/Fe_{50}Mn_{50}(100\text{\AA})/Ta(20\text{\AA})$ с параллельной конфигурацией магнитной анизотропии. Зависимости получены при разных углах Θ отклонения магнитного поля от ООА. Величина магнитосопротивления максимальна при $\Theta = 0$. С увеличением угла величина магнитосопротивления уменьшается. Все магниторезистивные кривые ассиметричны, за исключением той, которая измерена при



Рисунок 3. 35. Кривые магнитосопротивления для образца Ta(50Å)/Ni₈₀Fe₂₀(30Å)/Co₉₀Fe₁₀(35Å)/Cu(25Å)/ Co₉₀Fe₁₀(35Å)/Ru(8Å)/Co₉₀Fe₁₀(30Å)/Fe₅₀Mn₅₀(100Å)/ Ta(20Å), измеренные при θ = 0° (светлые символы), 30° (темные символы), 50° (штриховая линия) и 90° (линия). На вставке показано направление магнитного поля относительно осей анизотропии.



Рисунок 3. 36. Кривые магнитосопротивления, измеренные до (линия) и после (символы) термомагнитной обработки. На вставке – кривая, измеренная при *T* = 180 °C. Горизонтальные координаты символов на вставке указывают величины полей, при которых проводилась TMO.

 $\Theta = 0.$ В последнем случае кривая $\Delta R/R_s(H)$ является симметричной, то есть $\Delta R/R_s(H) = \Delta R/R_s(-H)$. На вставке показана зависимость $\Delta R/R_s(H)$ для спинового клапана с ООА || ОЛН, измеренная при T = 180 °C ($T > T_b$). Поля, в которых $\Delta R/R_s(H)$ достигает максимума (H = 0.7 кЭ и H = -0.7 кЭ), соответствуют спин-флоп состоянию в САФ. После ТМО в поле $H_{ann} = 0.7$ кЭ и при измерении в поле, параллельном ОЛН, была получена симметричная кривая, что соответствует конфигурации ООА \perp ОЛН, $\varepsilon = 90^{\circ}$.

Для вычисления угла є в рамках модели когерентного вращения намагниченности было получено выражение [226]:

$$ctg(\varepsilon/2) = \sqrt{\frac{R(\alpha_1) - R(\alpha_2)}{R(\alpha_3) - R(\alpha_2)}} , \qquad (3.7)$$

где $R(\alpha_1)$, $R(\alpha_2)$ и $R(\alpha_3)$ – сопротивления, соответствующие левому максимуму, правому максимуму и минимуму на магниторезистивных кривых (рисунок 3.36).

На рисунке 3.37 показаны результаты вычисления углов (ε), полученных после ТМО с использованием разных по напряженности полей H_{ann} . Видно, что зависимость $\varepsilon(H_{ann})$ монотонная и полю отжига $H_{ann} = 0.7$ кЭ соответствует угол между ОЛН и ООА, равный 90°.

Итак, если ТМО проводится в поле спин-флоп состояния синтетического антиферромагнетика, направленном вдоль ОЛН II ООА, то формируемая ось однонаправленной анизотропии (ООА1) будет параллельна намагниченности соседнего с антиферромагнетиком ферромагнитного слоя F1. При этом ООА1 отклонена от \mathbf{H}_{sf} и, соответственно, от ОЛН на угол, близкий к 90°.

При использовании описанного способа изменения однонаправленной анизотропии необходимо учитывать, что при переходе в спин-флоп состояние в образце могут формироваться две магнитные фазы с взаимно противоположными направлениями вектора антиферромагнетизма [202], где под вектором антиферромагнетизма понимается разность между векторами намагниченности слоев F1 и F2 (рисунок 3.38). Причина заключается в том, что намагниченность слоя F1 может отклоняться от поворачиваясь как по, так и против часовой стрелки, если эти два поворота энергетически эквивалентны.

В работе [203] исследованы закономерности появления одно- и двухфазного спин-флоп состояния в CAΦ спиновых клапанов композиции Ta/Ni₈₀Fe₂₀/Co₉₀Fe₁₀/Cu/ Со₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀/Fe₅₀Mn₅₀/Ta на основе антиферромагнитного сплава Fe50Mn50 с синтетическим антиферромагнетиком Co₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀. При помощи двух разных режимов ТМО: в поле спин-флоп состояния **H**_{sf} (1 – параллельном ОЛН || ООА и 2 – отклоненном на угол 10° от ОЛН || ООА) были получены образцы спиновых клапанов с одной и двумя магнитными фазами. При ТМО в режиме 2 реализуется однофазное спинфлоп состояние, магниторезистивная кривая сохраняет характерную для спинового клапана форму (рисунок 3.37). И перемагничивание является практически безгистерезисным ($H_c = 0.1$ Э).



Рисунок 3.37. Полевые зависимости магнитосопротивления для спинового клапана после термомагнитной обработки в режиме 1 (светлые символы) и 2 (линия). На левой и правой вставках показано как направлено магнитное поле по отношению к осям анизотропии в спиновом клапане с одной и двумя магнитными фазами.



Рисунок 3.38. Схематическое изображение направлений намагниченностей в слоях спинового клапана с двумя магнитными фазами.

После ТМО в режиме 1 (светлые символы на рисунке 3.37) на полевой зависимости магнитосопротивления оценочно до полей ± 500 Э появляются два плато и, соответственно, две узких высокополевых петли гистерезиса – наклонные участки кривых в полях $\pm (2-3)$ кЭ. Поля сдвига этих петель равны по модулю и противоположны по знаку. В данном образце сформировались две оси однонаправленной анизотропии ООА1 и ООА2, и при измерении они направлены по и против поля (рисунок 3.37, левая вставка). Иначе говоря, в САФ и соседнем антиферромагнитном слое образовались две магнитные фазы, векторы антиферромагнетизма в которых противоположны друг другу.

На рисунках 3.39 и 3.40 показаны изображения магнитной структуры спиновых клапанов с двумя и одной фазами, измеренные при помощи Керр-микроскопии в магнитном поле, параллельном ОЛН. Для двухфазного образца на всех изображениях присутствуют области, с разным магнитным контрастом. На изображениях магнитной структуры спинового клапана, в котором сформировалась одна магнитная фаза, таких областей нет (рисунок 3.40), и магнитный контраст заметен лишь в узком диапазоне полей (вблизи H = 2.0 Э), в которых скачком перемагничивался свободный слой.





Рисунок 3. 39. Керр-изображения магнитной структуры спинового клапана с двумя магнитными фазами. Поле в эрстедах указано в правых верхних углах.

Рисунок 3. 40. Керр-изображения, полученные для однофазного образца спинового клапана. Поле в эрстедах указано в правых верхних углах.



Рисунок 3. 41 Полевые зависимости магнитосопротивления спинового клапана Ta(50Å)/NiFe(30Å)/ CoFe(35Å)/Cu(28Å)/CoFe(35Å)/Ru(8Å)/CoFe(25Å)/FeMn(100Å)/Ta(20Å), измеренные до (штриховая линия) и после TMO при разных углах отклонения поля \mathbf{H}_{sf} от осей анизотропии: $\alpha = 0, \beta = 5^{\circ}$ (темные символы); $\alpha = 0, \beta = 20^{\circ}$ (светлые символы) и $\alpha = 5^{\circ}, \beta = 0$ (линия).

Энергетическая эквивалентность двух возможных спин-флоп состояний САФ нарушается и в том случае, когда поле **H**_{sf} отклонено только от одной из осей анизотропии, оставаясь параллельно другой (рисунок 3. 41.). Однако, при отклонении от ООА, угол, необходимый для полного снятия энергетического вырождения, значительно меньше, так как характерные поля И энергетические константы для однонаправленнойанизотропии примерно на два порядка больше, чем для наведенной одноосной анизотропии. При нулевом угле отклонения от ОЛН ($\beta = 0$) и отклонении \mathbf{H}_{sf} ООА на $\alpha = 5^{\circ}$ формируется одна новая ось однонаправленной анизотропии. от Магниторезистивная кривая в данном случае является практически безгистерезисной, форма ее близка к линейной в полях 0–20 Э, ГМС = 9.5 % и чувствительность составляет 0.5 %/Э. Важно также отметить, что использованный способ термомагнитной обработки позволил из прямоугольной петли гистерезиса получить линейную зависимость магнитосопротивления и уменьшить гистерезис до значений около $H_c = 0.1$ Э. Магниточувствительный материал с указанными характеристиками представляет интерес для использования в аналоговых устройствах микроэлектроники.

3.10 Выводы к главе 3

1. Несколько видов магнитной анизотропии оказывают существенное влияние на магнитотранспортные свойства спиновых клапанов: магнито-кристаллическая анизотропия, наведенная одноосная анизотропия, однонаправленная анизотропия и анизотропия формы. Воздействие на каждый из видов анизотропии приводит к определенным изменениям в механизмах перемагничивания спиновых клапанов, что позволяет управлять их функциональными характеристиками.

2. Для серии приготовленных спиновых клапанов на основе антиферромагнетика MnIr установлена зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла рассеяния текстуры <111>. Показано, что чем более совершенная текстура <111> сформирована в спиновом клапане, тем меньше гистерезис перемагничивания свободного слоя.

3. Показано, что в случае коллинеарной конфигурации магнитной анизотропии резкое уменьшение ширины петли гистерезиса при малом отклонении приложенного магнитного поля от оси однонаправленной анизотропии наблюдается только для спиновых клапанов с сильным межслойным взаимодействием. В случае неколлинеарной

конфигурации магнитной минимальный гистерезис наблюдается при направлении магнитного поля вдоль оси легкого намагничивания в свободном слое

4. Для спиновых клапанов с синтетическим антиферромагнетиком Со₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀ и антиферромагнетиком Fe₅₀Mn₅₀ установлена зависимость поля обменного сдвига высокополевой петли гистерезиса и максимальной рабочей температуры от соотношения толщин ферромагнитных слоев в обменно-связанной структуре Co₉₀Fe₁₀/Ru/Co₉₀Fe₁₀.

5. Показано что термомагнитная обработка в поле перехода спин-флоп состояния синтетического антиферромагнетика позволяет формировать любой заданный угол между осью однонаправленной анизотропии и осью легкого намагничивания. Получена количественная зависимость угла между осями анизотропии от напряженности поля приложенного при ТМО.

6. С использованием специальной термомагнитной обработки в магнитном поле, соответствующем спин-флоп состоянию в синтетическом антиферромагнетике, получены спиновые клапаны, сочетающие большую величину магнитосопротивления, практически отсутствующий гистерезис и высокую магниторезистивную чувствительность.

Результаты, представленные в 3 главе, опубликованы в работах [154, 161, 162, 172, 173, 175, 176, 177, 178, 183, 197, 202, 203].

4 ВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ ОБМЕННО-СВЯЗАННЫЕ СВЕРХРЕШЕТКИ С МАЛЫМ ГИСТЕРЕЗИСОМ

В четвертой главе рассмотрены вопросы оптимизации функциональных характеристик обменно-связанных сверхрешеток на основе меди и магнитных сплавов 3-d металлов. Описанные в данной главе результаты касаются получения сверхрешеток с рекордными значениями магнитосопротивления, что представляет интерес с точки зрения фундаментальных исследований таких объектов. С другой стороны, описаны способы получения сверхрешеток с эффективным сочетанием функциональных характеристик, что представляет непосредственный интерес для практических приложений.

В начале главы приведен краткий обзор литературных данных по исследованию магнитных металлических сверхрешеток с эффектом гигантского магнитосопротивления (ΓMC), обозначены основные функциональные характеристики сверхрешеток, рассматриваемые далее в главе. Основной представленный экспериментальный материал касается особенностей структурных, магнитных и магнитотранспортных свойств сверхрешеток, связанных с использованием в них различных буферных слоев. Исследования проведены на трех типах магнитных сверхрешеток: СоFe/Си, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Си и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Си. Описан обнаруженный эффект гигантского изменения гистерезиса в сверхрешетках Cr/[CoFe/Cu]_n при субнанометровых вариациях толщины буферного слоя хрома. Приведены результаты исследований температурной стабильности сверхрешеток CoFe/Cu. Показана возможность повышения магнитосопротивления сверхрешеток CoFe/Cu при использовании буферного слоя из немагнитного сплава «пермаллой-хром» состава PyCr = (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀. Приведены результаты исследований, указывающие на высокую эффективность использования составного буферного слоя Ta/PyCr для получения высоких значений функциональных характеристик ГМС сверхрешеток. Показана возможность получения сверхрешетках В величины магнитосопротивления свыше 80 % при комнатной температуре. В конце главы сформулированы основные выводы.

4.1 Общие особенности ГМС сверхрешеток

Интерес к исследованию магнитных металлических сверхрешеток с эффектом гигантского магнитосопротивления сохраняется благодаря сочетанию свойств, представляющих интерес для их практического использования, а также благодаря относительной простоте изготовления как самих магнитных сверхрешеток, так и

промышленных магнитных сенсоров на их основе. Отметим, что в составе ГМС сверхрешеток отсутствуют слои из антиферромагнитных материалов, которые значительно усложняют технологический цикл изготовления микроэлектронных ограничивают температурный компонентов И интервал ИХ использования. Экспериментальные исследования многих физических свойств сверхрешеток могут выполняться на макроскопических образцах, поэтому на этом этапе нет необходимости использования сложного литографического оборудования, которое необходимо применять для изготовления, например, образцов спин-туннельных наноструктур. Следует также отметить, что ГМС сверхрешетки обладают высокой температурной стабильностью и широким рабочим диапазоном магнитных полей, что также важно для практических приложений. Типичными величинами магнитосопротивления для металлических сверхрешеток являются значения в десятки процентов, достигаемые в магнитных полях напряженностью от нескольких десятков эрстед ДО десятков килоэрстед. Магниторезистивная чувствительность сверхрешеток различных составов находится в интервале значений (0.001-0.5)%/Э.

Наиболее часто используемыми материалами, входящими в состав магнитных металлических сверхрешеток с эффектом гигантского магнитосопротивления, включают 3-d металлы (Fe, Co, Ni), двойные сплавы (Ni₈₀Fe₂₀, Co₉₅Fe₅, Co₉₀Fe₁₀, и др.), тройные ферромагнитные сплавы NiFeCo с разнообразным содержанием отдельных компонент. В качестве немагнитных прослоек выступают такие материалы как: Cu, Ag, Au, Cr, сплавы CuAgAu. В ряде случае в качестве ферромагнитного слоя используют комбинацию из трех слоев, например, NiFeCo/CoFe/NiFeCo. Типы используемых в сверхрешетках магнитных и немагнитных материалов, толщины отдельных слоев, особенности кристаллической структуры слоев и интерфейсов определяют весь спектр наблюдаемых на эксперименте их магнитных и магнитотранспортных свойств.

Оптимизация магниторезистивных характеристик ГМС сверхрешеток наиболее часто проводится по двум направлениям: 1 – получение максимально возможного магнитосопротивления для данного типа сверхрешеток, и 2 – получение эффективного сочетания функциональных характеристик, нацеленного на использование данного типа магниточувствительных материалов В конкретных практических приложениях. Основными функциональными характеристиками ГМС сверхрешеток являются: максимальная величина магнитосопротивления – $(\Delta R/R_s)_{max}$, поле магнитного насыщения (H_s) , магниторезистивная чувствительность (S), величина гистерезиса (ΔH) , линейность (L) и температурная стабильность. Накопленный опыт по синтезу и исследованию различных типов ГМС сверхрешеток указывает на то, что целенаправленным выбором

192

толщины слоев магнитных и немагнитных материалов в одном и том же типе многослойной наноструктуры можно в несколько раз изменять значения функциональных характеристик. При этом важную роль в процессе оптимизации характеристик ГМС сверхрешеток играет материал буферного слоя. Использование буферного слоя на поверхности подложки способствует формированию особой кристаллической структуры в последующих слоях многослойной структуры и сглаживанию шероховатости подложки, в результате чего интерфейсы становятся более гладкими, следовательно улучшается качество слоистой структуры. Дополнительным управляемым параметром, влияющим на функциональные характеристики ГМС сверхрешеток, является форма образца. При создании магниточувствительных сенсоров, как правило, используются объекты, изготовленные литографическими методами в виде микрополосок и меандров. В таких объектах важную роль на процессы намагничивания микрообъектов оказывает анизотропия формы. Технологические особенности приготовления многослойных наноструктур также в значительной степени влияют на их свойства. Однако данные вопросы во многом определяются особенностями напылительного оборудования, используемого для приготовления наноструктур. Оптимальные технологические параметры приготовления наноструктур, установленные на одном типе оборудования, как правило, являются неоптимальными при использовании другого типа напылительного оборудования. В связи с этим обсуждению технологических вопросов приготовления сверхрешеток в настоящей работе уделено незначительное внимание. Укажем только, что приготовление ГМС сверхрешеток проводилось на установке магнетронного напыления MPS-4000-C6 (ULVAC). Основные режимы приготовления наноструктур описаны в главе 3. Они почти не отличаются от режимов приготовления спиновых клапанов.

Следует отметить, что только при нахождении эффективного материала буферного слоя и его оптимальной толщины могут быть получены высокие значения функциональных характеристик для каждого конкретного типа сверхрешеток. И наоборот, при использовании неоптимального по своим свойствам буферного слоя не удается получить высокие значения функциональных характеристик, в том числе и при оптимизации всех других варьируемых параметров многослойной наноструктуры. Исключение составляют сверхрешетки Со/Си, в которых высокие значения ГМС до 70% были получены на очищенной подложке Si без использования буферного слоя [80, 82]. Близкие к 70% значения магнитосопротивления также были получены в работе [81] при использовании буферного слоя Cr. В качестве примера успешного выбора оптимального буферного слоя для системы CoFe/Cu можно привести работу [84]. В составном буферном слое Fe/Pt для структуры MgO(001)/Fe(*t*_{Fe})/Pt(50Å)/[CoFe(10Å)/Cu(9Å)]₄₂/ Pt(30Å)

номинальную толщину слоя Fe изменяли с шагом в 2 ангстрема. В результате была найдена оптимальная толщина слоя железа $t_{\text{Fe}} = 12$ Å, при которой величина ГМС составила ($\Delta R/R_s$)_{max} = 63 %, что долгое время оставалось рекордным значением магнитосопротивления для системы CoFe/Cu. Ниже описаны методы оптимизации функциональных свойств сверхрешеток CoFe/Cu с различными буферными слоями, и приведен вариант эффективного буферного слоя, при использовании которого в оптимизированном варианте наноструктуры CoFe/Cu получена рекордная величина магнитосопротивления – 81%, измеренная при комнатной температуре в геометрии протекания тока в плоскости слоев (CIP).

4.2 Сверхрешетки СоFe/Си

Одними из часто используемых магнитных материалов, слои которого входят в состав магнитных сверхрешеток, а также различных типов спиновых клапанов и спинтуннельных наноструктур, являются сплавы $Co_{1-x}Fe_x$, используемый совместно, например, со слоями Cu. Ранее было установлено, что замена в системе Co/Cu кобальта на сплав $Co_{90}Fe_{10}$ приводит к увеличению эффективного магнитного момента на атом [204], повышению магнитосопротивления и уменьшению магнитного гистерезиса [204, 205], а также к улучшению температурной стабильности [206]. При изменении толщины слоев меди в сверхрешетках $Co_{1-x}Fe_x/Cu$ наблюдается осциллирующий характер изменения межслойного обменного взаимодействия с периодом осцилляций около 12 Å, сопровождающийся периодическим изменением величины ГМС [205]. Для краткости индексы в обозначении сплава будем опускать, т.е. $Co_{90}Fe_{10} = CoFe$.



Рисунок 4.1. Определение величины магнитосопротивления $(\Delta R/R_s)_{max}$ и поля H_{max} , характеризующего гистерезис на зависимости $\Delta R/R_s(H)$.

При необходимости сравнения кривых магнитосопротивления $\Delta R/R_s(H)$ и намагниченности M(H) в качестве величины, характеризующей величину гистерезиса на зависимостях $\Delta R/R_s(H)$, удобно выбрать значение магнитного поля H_{max} , соответствующее максимуму на полевой зависимости магнитосопротивления (рисунок 4.1). Измерения петли магнитного гистерезиса и кривой $\Delta R/R_s(H)$, выполненные на одном и том же кусочке образца, показали, что в пределах погрешности измерений $H_{\text{max}} \approx H_c$, где H_c – значение коэрцитивной силы, определенной из измерений петли магнитного гистерезиса.

Наибольшие для системы CoFe/Cu значения магнитосопротивления 63 % и 55 % были получены, соответственно, в работах [84] и [83] при толщинах слоев меди t_{Cu} = 9 Å и t_{Cu} = 10 Å, что соответствует первому максимуму антиферромагнитного межслойного обменного взаимодействия. При этом поля магнитного насыщения находились в пределах H_s = 3–5 кЭ. При толщинах слоев меди t_{Cu} = 20–23 Å, соответствующих второму антиферромагнитному максимуму межслойного взаимодействия, типичные величины ГМС для сверхрешеток CoFe/Cu составляют $\Delta R/R_s$ = 15–30 %, а поля насыщения – H_s = 300–500 Э [207, 208].

Заметим, что в работах [83, 84] оптимизация свойств сверхрешеток CoFe/Cu была нацелена на получение наибольшей величины магнитосопротвления. Для этой цели обычно используют толщину слоев Си вблизи значений, соответствующим первому антиферромагнитному максимуму межслойного обменного взаимодействия – $t_{Cu} = 9 - 11 \text{ Å}$. В различных сверхрешетках с указанной толщиной слоев Си поле магнитного насыщения составляет от несколько килоэрстед до десятков килоэрстед, а чувствительность при этом остается относительно низкой – S = 0.01–0.001 %/Э. По этой причине для практических приложений наибольший интерес представляют сверхрешетки с толщиной меди вблизи значений, соответствующих второму антиферромагнитному максимуму межслойного обменного взаимодействия. В них чувствительность может достигать значения в (0.1–0.5) %/Э. Ниже приведены результаты исследований структурных, магнитных И магнитотранспортных свойств сверхрешеток CoFe/Cu и NiFeCo/Cu с различными буферными слоями (БС) и толщиной слоев меди $t_{Cu} = 20-23$ Å.

4.3 Сверхрешетки CoFe/Cu с буферными слоями Cr, Fe, CoFe и Cu

Образцы композиции подложка// $\text{EC}(t_{\text{EC}})/[\text{CoFe}(15\text{Å})/\text{Cu}(23\text{Å})]_n/\text{Cr}(10\text{Å})$ были приготовлены на подложках кремния (100)Si, сапфира (1012)Al₂O₃ и стекла (Corning). В качестве буферных слоев были использованы материалы Fe, Cu, CoFe и Cr различной толщины [207, 208]. Заметим, что аналогичные по составу сверхрешетки исследовались в

работе [209], но с фиксированной толщиной буферных слоев в $t_{\rm bC}$ = 100 Å. В частности, в [209] было обнаружено, что благодаря использованию буферного слоя Сг гистерезис магнитосопротивления может изменяться более чем в 10 раз в сравнении с его значением для образца без буферного слоя. На рисунке 4.2 показаны полученные нами магниторезистивные кривые для одинаковых по составу образцов, но различным материалом буферного слоя толщиной $t_{\rm bC}$ =100 Å. Видно, что использование буферного слоя Сu(100Å) почти не изменяте магниторезистивные характеристиками исходной наноструктуры, приготовленной без буферного слоя. В случае использования буферного слоя Fe(100Å) величина ГМС увеличилась с 9 до 15 %, при этом также значительно увеличилось также поле $H_{\rm max}$ – от значения 7 Э до 48 Э. Максимальный гистерезис ($H_{\rm max} \approx 170$ Э) при величине ГМС 18 % получен при использовании буферного слоя Cr(100Å). Наилучшая форма магниторезистивной кривой получена при использовании буферного слоя СоFe(100Å). В последнем случае сочетается относительно большое магнитосопротивление 16 %, малое поле магнитого насыщения $H_{\rm s} < 200$ Э и относительно малый гистерезис – $H_{\rm max} = 21$ Э.

Для нахождения оптимальной толщины буферного слоя СоFe были приготовлены образцы с толщинами буферного слоя $t_{CoFe} = 15$ Å, 35 Å и 65 Å. В данном случае были использованы подложки из сапфира, для которых получены более высокие значения ГМС. Соответствующие кривые магнитосопротивления представлены на рисунке 4.3. Видно, что у данных трех образцов нет существенных различий по величине поля H_{max} , а наибольшее значение ГМС получено при толщине буферного слоя $t_{CoFe} = 15$ Å.



Рисунок 4.2. Полевые зависимости магнитосопротивления для сверхрешеток (100)Si/БC(100Å)/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]₈/ Cr(10Å) с различным материалом буферного слоя: БС = Cr, CoFe, Fe, Cu. На рисунке указаны измеренные значения ГМС для каждого варианта буферного слоя. Кривые смещены относительно друг друга по оси Y.





Рисунок 4.3. Кривые магнитосопротивления для образцов Al₂O₃//CoFe(t_{CoFe})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]₈/ Cr(10Å), где t_{CoFe} =15, 35, 65 Å. Для каждой кривой слева указана толщина буферного слоя, справа – величина ГМС.

Рисунок 4.4. Кривые магнитосопротивления образцов $Al_2O_3//CoFe(15\text{\AA})/[CoFe(15\text{\AA})/Cu(23\text{\AA})]_n/Ta(10\text{\AA})$ с различным числом пар слоев: n = 4, 6, 8, 9, 10, 12. Справа от каждой кривой указаны величины ГМС.



Рисунок 4.5. Зависимость ($\Delta R/R_s$)_{max} от числа пар слоев (*n*) для сверхрешеток Al₂O₃/CoFe(15Å)/ [CoFe(15Å)/Cu(23Å)]_n/ Ta(10Å).

Для дальнейшей оптимизации магниторезистивных характеристик были проведены исследования зависимости величины ГМС от количества пар слоев для серии сверхрешеток с буферным слоем CoFe(15 Å). На рисунках 4.4 и 4.5 показаны, соответственно, зависимость $\Delta R/R_s(H)$ и зависимость величины ГМС от количества пар слоев (*n*) в сверхрешетках Al₂O₃//CoFe(15Å)/[CoFe(15Å)/Cu(23 Å)]_n/Ta(10Å), где *n* = 4, 6, 8, 9, 10, 12 и 16. Видно, что величина ГМС возрастает с увеличением *n* от 4 до 8, слабо

меняется для n = 8-10 и плавно уменьшается при дальнейшем увеличении количества пар слоев. В данной серии образцов увеличение количества пар слоев сопровождалось уменьшением гистерезиса – от $H_{\text{max}} = 35 \ \exists$ до $H_{\text{max}} = 25 \ \exists$.

Таким образом, на проведенном этапе оптимизации магниторезистивных свойств сверхрешеток CoFe/Cu установлено, что:

оптимальное число пар слоев n = 8–10; при увеличении n наблюдается
уменьшение величины ГМС;

– наибольшая величина ГМС в 22 % при минимальном поле насыщения и гистерезисе (*H*_{max}= 30 Э) получено при использовании тонкого буферного слоя CoFe(15Å);

– наиболее сильное изменение гистерезиса обнаружено при использовании буферного слоя Cr, что требует более подробного исследования.

4.4 Сверхрешетки CoFe/Cu с буферным слоем Cr

Рассмотрим более подробно особенности магнитных и магнитотранспортных свойств сверхрешеток CoFe/Cu, приготовленных на буферном слое хрома. При использовании толстого буферного слоя Cr(100Å) был обнаружен наибольший гистерезис (рисунок 4.2). Представляло интерес проследить переход от состояния с минимальным гистерезисом, которое наблюдалось у образца без буферного слоя, к состоянию с наибольшим гистерезисом в образце Cr(100Å)/[CoFe/Cu]₈. Для этой цели были приготовлены образцы с различной толщиной буферного слоя Cr в интервале $t_{Cr} = (0 - 150)Å$. Образцы были приготовлены на различных подложках: (100)Si, Al₂O₃ и стекло.

На рисунке 4.6 показаны результаты рентгеновской рефлектометрии для образцов $Al_2O_3//Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]_8/Cr(10 Å)$ с толщинами буферного слоя хрома $t_{Cr} = 0$, 10, 15 и 20 Å. Видно, что наиболее выраженный первый брегговский пик от сверхструктуры наблюдается вблизи угла $2\Theta = 3^{\circ}$ в образцах с $t_{Cr} = 15$ и 20 Å. Отсутствие кёссиговских осцилляций между первым и вторым брегговскими пиками для образцов без буферного слоя и с $t_{Cr} = 10$ Å указывает на наличие большой шероховатости межслойных границ. Рефлектограммы образцов с $t_{Cr} = 15$ Å и 20 Å имеют выраженные кёссиговские осцилляции до углов $2\Theta = 7^{\circ}$, что указывает на хорошее качество межслойных границ. Зависимость величины ($\Delta R/R_s$)_{тах} от толщины буферного слоя хрома представлена на рисунке 4.7. Видно, что тип подложки (сапфир, кремний, стекло) не оказывает существенного влияния на величине ГМС, в то время как изменение толщины буферного





Рисунок 4.6. Рентгеновские рефлектограммы для сверхрешеток с различной толщиной буферного слоя Cr: Al₂O₃/Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]₈/Cr(10Å), где $t_{Cr} = 0$, 10, 15, 20 Å.

Рисунок 4.7. Зависимость величины ГМС от толщины буферного слоя Cr в сверхрешетках $Al_2O_3/Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/ Cu(23Å)]_8$. Символами обозначены данные для образцов с различным типом подложки: $\Delta - (100)$ Si, $\blacksquare - (10\overline{12})Al_2O_3$, $\circ -$ стекло).

с слоя Cr может увеличить $(\Delta R/R_s)_{max}$ более чем в 3 раза. Наибольшее значение магнитосопротивления достигается при толщинах буферного слоя хрома $t_{Cr} = 20-40$ Å.

Уменьшение ГМС в образцах с тонким ($t_{Cr} < 10$ Å) буферным слоем может быть вызвано большой шероховатостью поверхности буферного слоя Cr и, как следствие, связано со структурным несовершенством интерфейсов и флуктуациями толщины слоев меди. Уменьшение величины ГМС в образцах с толстыми буферными слоями ($t_{Cr} > 40 \text{ Å}$) связано с шунтированием тока проводящим буферным слоем, в котором отсутствует рассеяние проводимости. Следует спин-зависимое электронов особо отметить обнаруженные особенности магнитных и магниторезистивных свойств образцов с толщинами буферного слоя $t_{\rm Cr} = 15$ Å и 20 Å. На кривых магнитосопротивления для этих (рисунок 4.8) видно, что различие в величине их образцов относительного магнитосопротивления небольшое и составляет приблизительно 4 %. По результатам рентгеновской рефлектометрии (рисунок 4.6) также видно, что нет существенного различия в совершенстве интерфейсов для этих образцов. Главное и принципиальное отличие свойств состоит в значительном изменении гистерезиса. На рисунке 4.9 приведена зависимость поля H_{max} от толщины буферного слоя хрома для образцов $Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]_8/Cr(10Å).$ Полученные результаты указывают на то, что в данных сверхрешетках реализуются два состояния: 1–низкокоэрцитивное, при $t_{Cr} < 15$ Å, и 2– высококоэрцитивное, при $t_{Cr} > 20$ Å. Необычным является резкое, в 16 раз, увеличение *H*_{max} при субнанометровом изменении толщины буферного слоя Cr. Другими словами,





Рисунок 4.8. Кривые магнитосопротивления образцов $Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]_8$ с толщинами буферного слоя хрома $t_{Cr} = 15Å$ (кривая 1) и $t_{Cr} = 20Å$ (кривая 2).

Рисунок 4.9. Зависимость поля H_{max} от толщины буферного слоя Cr для образцов Cr(t_{Cr})/[CoFe(15 Å)/Cu(23 Å)]₈. Точка 1 – t_{Cr} = 15 Å, точка 2 – t_{Cr} = 20 Å. Материал подложки: \blacktriangle – (100)Si, \blacksquare – (10Ī2)Al₂O₃.

изменение толщины буферного слоя Cr на несколько номинальных атомных слоев приводит к гигантскому изменению гистерезиса во всех, выращенных на данном буферном слое, ферромагнитных слоях CoFe. Петли магнитного гистерезиса для образцов с буферными слоями толщиной $t_{Cr} = 15$ Å и 20 Å представлены на рисунке 4.10. Из сравнения зависимостей $\Delta R/R_s(H)$ и M(H) видно, что наблюдается корреляция между магнитными и магниторезистивными свойствами исследованных образцов.

Описанное выше различие свойств образцов с большим различием коэрцитивной силы можно объяснить формированием в них двух разновидностей микроструктуры в зависимости от толщины буферного слоя хрома. Для проверки данного предположения были проведены исследования структуры образцов методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифракции. Согласно полученным



Рисунок 4.10. Петли магнитного гистерезиса образцов Al₂O₃/Cr(*t*_{Cr})/[CoFe(15Å)/Cu(23Å)]₈, *t*_{Cr} = 15Å – кривая 1, и *t*_{Cr} = 20Å – кривая 2.

200



Рисунок 4.11. Электронограммы для образцов Al₂O₃/Cr(t_{Cr})/[CoFe(15Å)/ Cu(23Å)]₈/Cr(10Å) с толщиной буферного слоя $t_{Cr} = 15$ Å – верхняя часть, и $t_{Cr} = 20$ Å – нижняя часть.

результатам все исследуемые образцы обладают поликристаллической структурой, но в некоторых образцах присутствует текстура <111>. Электронограммы от образцов, обладающих двумя разными типами микроструктуры, представлены на рисунке 4.11. Верхняя часть рисунка относится к образцу с толщиной буферного слоя $t_{\rm Cr} = 15$ Å, а нижняя – к образцу с толщиной буферного слоя $t_{\rm Cr} = 20$ Å. Видно, что обе пленки являются поликристаллическими, так как дифракционные кольца являются сплошными. В нижней части рисунка присутствуют все разрешенные отражения: {111}, {200}, {220}, {311}, {222} и распределение их по интенсивностям соответствует ГЦК решетке. Следовательно, данный образец обладает беспорядочно ориентированной поликристаллической микроструктурой. В верхней части рисунка 4.11 кольца {111}, {200}, {311}, {222} выражены слабо, а кольцо {220} является самым интенсивным, что указывает на наличие в данном образце аксиальной текстуры с осью <111>, Результаты рентгеновской перпендикулярной плоскости подложки. дифракции представлены на рисунках 4.12 и 4.13. В качестве примера показана дифрактограмма образца с толщиной буферного слоя $t_{Cr} = 30$ Å, на которой присутствуют два брегговских пика. Первый относится к монокристаллической подложке Al₂O₃ с ориентацией (10Ī2), расположение второго пика соответствует плоскости (111)Cu. Дифракционные линии от семейств плоскостей (200)Си и (220)Си присутствуют на электронограммах, но из-за их слабой интенсивности они не видны на дифрактограмме. Величина параметра решетки для тонкого слоя CoFe(15 Å) в сверхрешетке может отличаться от параметра решетки для массивного материала и быть близкой к величине параметра решетки слоев меди. В этом





Рисунок 4.12. Результаты рентгеновской дифракции для образца $Al_2O_3//Cr(30\text{ Å})/$ [CoFe(15Å)/Cu(23Å)]₈. Линиями вблизи углов $2\Theta = 60^\circ$ и $2\Theta = 90^\circ$ указаны положения отсутствующих рефлексов от плоскостей (200) и (220).

Рисунок 4.13. Изменение интенсивности брегговского пика (111)Си в зависимости от толщины буферного слоя хрома при $t_{Cr} = 0$; 15; 20 Å.

случае можно предположить, что пик (111) относится и к слоям Cu, и к слоям CoFe. Это предположение позволяет проследить корреляцию между интенсивностью пика (111) (рисунок 4.13) и особенностями магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешеток.

На рисунке 4.13 показано, что интенсивность пика (111) возрастает при увеличении толщины слоя Cr от $t_{Cr} = 0$ до $t_{Cr} = 15$ Å. Таким образом, тонкий буферный слой хрома $t_{Cr} = 10-15$ Å стимулирует формирование более совершенной кристаллической структуры слоев с преимущественным расположением семейств плоскостей (111) параллельно плоскости подложки, а также более совершенной слоистой структуры внутри сверхрешетки. Добавление нескольких номинальных атомных слоев хрома в буферном слое приводит к принципиальному изменению структуры всего образца: исчезает текстура <111> в слоях Си и Со₉₀Fe₁₀, интенсивность пика (111) резко уменьшается, что сопровождается возрастанием в 16 раз величины Н_{max}. Этот эффект резкого изменения гистерезиса и исчезновения текстуры <111> присутствует в сверхрешетках CoFe/Cu, приготовленных на трех типах подложек – Al₂O₃, Si и стекло. Заметим, что факт исчезновения текстуры <111> был обнаружен также в образцах с буферным слоем Fe толщиной $t_{\rm Fe} > 30$ Å. Это означает, что исчезновение текстуры <111> связано не с типом материала буферного слоя, а морфологией его поверхности и степенью совершенства сформированной в нем ОЦК структуры.

4.5 Влияние отжига на магнитосопротивление и микроструктуру сверхрешеток СоFe/Cu с различными буферными слоями

В данном пункте показано, что температурная стабильность сверхрешеток CoFe/Cu зависит не только от типа материала буферного слоя, но также и от его толщины.

Применение процедуры отжига для ГМС сверхрешеток имеет две основные цели: 1 – возможное повышение магнитосопротивления, и 2 – нахождение границы температурной стабильности для конкретного типа сверхрешеток. При выборе оптимального режима отжига в различных сверхрешеток ранее уже было обнаружено повышение магнитосопротивления [206, 210, 211]. Это связано с процессами рекристаллизации, протекающими при высоких температурах в слоях и интерфейсах, что приводит к уменьшению количества дефектов кристаллической структуры и, как следствие, к небольшому уменьшению удельного сопротивления. Необходимость исследования температурной стабильности для различных типов сверхрешеток связана с решением практических задач по их применению в конкретных технических приложениях. При этом наибольший интерес представляет синтез ГМС сверхрешеток, обладающих наиболее широким диапазоном рабочих температур.

При повышении температуры и длительности отжига происходит перестройка кристаллической структуры, что сопровождается, в частности, увеличением размеров кристаллитов и протеканием необратимых процессов взаимной диффузии материалов соседних слоев в интерфейсах. Оба указанных фактора влияют на магнитные и магниторезистивные свойства. Увеличение размеров кристаллитов, как правило, приводит к увеличению магнитного гистерезиса. Изменение свойств интерфейсов в обменносвязанных мультислоях влияет на межслойное обменное взаимодействие, а также на магнитостатическое взаимолействие Неелевского типа. зависяшее от степени шероховатости интерфейсов. Дополнительным фактором, связанным с отжигом и влияющим на свойства сверхрешеток, является появление в немагнитных прослойках перемычек между магнитными слоями (pinholes), что происходит при повышении температуры отжига (T_{an}) до нескольких сотен градусов. Увеличение числа перемычек, вызванное протеканием процессов диффузии в интерфейсах, способствует появлению в сверхрешетках областей с ферромагнитным упорядочением намагниченностей в соседних магнитных слоях, что, в свою очередь, приводит к уменьшению величины магнитосопротивления.

Температурную стабильность ГМС сверхрешеток можно характеризовать посредством значения максимальной температуры T_{max} , ниже которой их магнитные и

магниторезистивные характеристики остаются обратимыми при выдержке в течение некоторого фиксированного промежутка времени. При использовании в процессе отжига более высоких температур ($T_{an} > T_{max}$) происходят необратимые структурные изменения и, как следствие, необратимые изменения в магнитных и магниторезистивных свойствах. Известно, что величина Т_{тах} зависит от типа материалов, используемых в сверхрешетках (Co/Cu, CoFe/Cu, FeNi/Cu, ...), а также от толщины магнитных и немагнитных слоев. Например, в системе Co/Cu с тонкими слоями меди $t_{Cu} \approx 10$ Å, соответствующими первому максимуму антиферромагнитного межслойного взаимодействия, уменьшение величины ГМС, вызванное отжигом, начинается при температурах около $T_{\rm an} \approx 100$ °C. В случае использования более толстых слоев Cu ($t_{Cu} \approx 20$ Å) отжиг с приводит к небольшому повышению магнитосопротивления и увеличению T_{max} до значения $T_{\text{max}} \approx 400$ °C [212]. В сравнении с системой Co/Cu, более низкую температурную стабильность имеют сверхрешетки на основе пермаллоя. При отжиге длительностью в 1 час и температурах в интервале 100 °C $< T_{an} < 200$ °C в сверхрешетках FeNi/Cu(10Å) магнитосопротивление уменьшается в десятки раз. Аналогичное быстрое уменьшение величины ГМС в процессе отжига наблюдается и в сверхрешетках с более толстыми слоями меди FeNi/Cu(20Å), но это наблюдается при более высоких температурах отжига *T*_{an} =200–300 °C [212].

Сверхрешетки CoFe/Cu отличаются высокой устойчивостью магниторезистивных характеристик к длительным температурным воздействиям. В работе [206] было показано, что непрерывный отжиг образцов CoFe/Cu при температуре $T_{an} \approx 225$ °C и длительности более 300 часов не меняет величину магнитосопротивления. В проведенных нами исследованиях было обнаружено, что характер изменения магниторезистивных характеристик при отжиге образцов CoFe/Cu определяется не только толщинами слоев CoFe и Cu, но также зависит от типа используемых подложек и от толщины и материала буферного слоя. Ниже приведены результаты проведенных исследований [213].

Выше было показано, что В образцах $Cr(t_{Cr})/[CoFe/Cu]_8$ наблюдается низкокоэрцитивное или высококоэрцитивное состояние в зависимости от толщины буферного слоя Cr. Для исследований влияния отжига на магниторезистивные характеристики была использована серия приготовленных образцов Cr(t_{Cr})/[CoFe/Cu]₈ с $t_{\rm Cr}$ = 10, 15, 17, 20 и 35 Å. Из них образцы с $t_{\rm Cr}$ = 10, 15 Å характеризуются низкокоэрцитивным состоянием, а образцы с $t_{Cr} = 20, 35$ Å – высококоэрцитивным состоянием. Образец с $t_{Cr} = 17$ Å относится к области толщин буферного слоя Cr, в которой наблюдается резкое изменение гистерезиса. Толщины слоев CoFe(15Å) и Cu(23Å) в периодической части сверхрешеток для всех образцов оставались неизменными, поэтому для краткости данные толщины далее не указаны в формулах образцов.





Рисунок 4.14. Зависимость $(\Delta R/R_s)_{max}$ от температуры отжига для образцов $Cr(t_{Cr})/[CoFe/Cu]_8$, приготовленных на подложках из стекла (светлые символы) и сапфира (темные символы). Длительность отжига – 1 час.

Рисунок 4.15. Зависимость H_{max} от температуры отжига для образцов $Cr(t_{\text{Cr}})/[\text{CoFe}/\text{Cu}]_8$, приготовленных на подложках из стекла (светлые символы) и сапфира (темные символы).

На рисунке 4.14 для данной серии образцов показаны изменения величины ГМС при отжиге в течение одного часа, проведенного при различных температурах. Для образцов с $t_{\rm Cr} = 10$ Å отжиг приводит к уменьшению магнитосопротивления. Для образцов с $t_{\rm Cr} = 15$, 17 Å величина ГМС не меняется при отжиге вплоть до $T_{\rm an} = 330$ °C и уменьшается при дальнейшем повышении $T_{\rm an}$. Для образцов с толщинами буферного слоя $t_{\rm Cr} = 20$, 35 Å, соответствующими высококоэрцитивному состоянию, величина ГМС практически не меняется дальнейшем повышении $T_{\rm an}$ вплоть до $T_{\rm an} = 450$ °C, что указывает на высокую температурную стабильность данного типа сверхрешеток.

Зависимости величины H_{max} , характеризующей гистерезис, от температуры отжига показаны на рисунке 4.15. Видно, что отжиг по-разному влияет на гистерезис сверхрешеток с высококоэрцитивным и низкокоэрцитивным состоянием. В частности, только для образцов высокой величиной H_{max} ($t_{\text{Cr}} = 20$ Å и 35 Å) существуют режимы отжига, при которых уменьшается гистерезис. Для таких образцов отжиг в течение одного часа при температуре $T_{\text{an}} = 330-350$ °C приводит к уменьшению гистерезиса и увеличению ГМС, независимо от материала подложки.

Аналогичные эксперименты по отжигу в течение одного часа при различных температурах были проведены для образцов с буферным слоем CoFe. Соответствующие зависимости величины ГМС от температуры отжига показаны на рисунке 4.16. Видно, что для всех образцов с повышением температуры отжига наблюдается небольшое увеличение магнитосопротивления, а затем, по достижении некоторой критической температуры *T*_{max}, резкое уменьшение. Исключение составляет образец, приготовленный





Рисунок 4.16. Зависимость величины ГМС от температуры отжига для образцов $CoFe(t_{CoFe})/[CoFe/Cu]_8$, приготовленных на подложках из стекла (светлые символы) и сапфира (темные символы). Кривые 1 и 3 соответствуют толщине $t_{CoFe} = 15$ Å, кривая $4 - t_{CoFe} = 20$ Å, кривая $2 - t_{CoFe} = 35$ Å.

Рисунок 4.17. Петли гистерезиса для образца: стекло//СоFe(15Å)/[СоFe/Си]₈/Та(10 Å), измеренные до отжига (сплошная линия) и после отжига длительностью 1 час при $T_{an} = 420$ °C (линия с треугольниками).

на стекле с толщиной буферного слоя $t_{CoFe} = 20$ Å, для которого в исследуемом интервале температур T_{an} не наблюдалось уменьшения величины ГМС.

Петли магнитного гистерезиса для образцов стекло//СоFe(15Å)/[СоFe/Cu]₈, измеренные до и после отжига длительностью 1 час при температуре $T_{an} = 420$ °C, показаны на рисунке 4.17. Видно, что после отжига ширина петли гистерезиса увеличилась, а намагниченность насыщения не изменилась. На рисунке 4.18 показана зависимость коэрцитивной силы H_c от температуры отжига. Данный график показывает, что отжиг при температурах $T_{an} = 250-300$ °C не вызывает необратимых изменений в магнитных свойствах данного типа сверхрешеток, т.к. коэрцитивная сила почти не изменяется после отжига. При более высоких температурах отжига начинается рост H_c .

Исследования изменений микроструктуры слоев и процессов межслойной диффузии, происходящих при отжиге, были проведены на образцах с буферным слоем CoFe(15Å). Вначале отжиг продолжительностью 2 часа при $T_{an} = 300$ °C был проведен для серии образцов Al₂O₃//CoFe(15Å)/[CoFe/Cu]_n/Ta(10Å) с разным количеством пар слоев *n*. На рисунке 4.19 показаны зависимости величины магнитосопротивления от *n*, измеренные до и после отжига образцов. Для исходных неотожженных образцов величина ($\Delta R/R$)_{max} возрастает с увеличением числа пар слоев, достигает максимума при n = (8-10) и далее уменьшается. Если количество пар слоев $n \ge 10$, то после отжига величина ГМС возрастает на (2–6)%. При отжиге атомная структура в слоях и интерфейсах становится более совершенной, что способствует повышению магнитосопротивления. Наибольшее

206



Рисунок 4.18. Зависимость коэрцитивной силы от температуры отжига для образца стекло//CoFe(15Å)/ [CoFe/Cu]₈/Ta(10Å).

Рисунок 4.19. Зависимости ($\Delta R/R$)_{тах} от числа пар слоев для образцов Al₂O₃//CoFe(15Å)/ [CoFe/Cu]_n/Ta(10Å), измеренные до отжига (•) и после 2-х часового отжига при T_{an} =300 °C (°)

изменение ($\Delta R/R$)_{тах} при отжиге было получено для образца с n = 16. Данный тип сверхрешеток с n = 16 был использован для исследований изменений в структуре образца, обусловленных отжигом. Для этой цели из исходной пластины были вырезаны три одинаковых образца. Первый образец не подвергался термической обработке. Второй образец был отожжен в течение 2 часов при $T_{an} = 300$ °C, а третий – в течение 1 часа при $T_{an} = 420$ °C. На рисунке 4.20 показаны результаты рентгеновской дифракции для трех указанных образцов. На всех трех дифрактограммах присутствуют два брегговских пика. Более интенсивный пик относится к подложке ($10\overline{I}2$)Al₂O₃. Менее интенсивный – пик (111) для CoFe и Cu, который является общим из-за близости параметров ГЦК решетки этих материалов. Отсутствие структурных пиков (200) и (220) для CoFe и Cu, указывает на возможное наличие текстуры <111>.

Для исследования текстуры был использован метод кривых качания (ω -скан). На вставке рисунке 4.20 показаны кривые качания вокруг пика (111) для материалов CoFe и Cu для исходного образца ($T_{an} = 20$ °C) и для образцов, отожженных при температурах 300 °C и 420 °C. Ширина на половине высоты кривых качания для указанных образцов составляет 14.8, 14.3 и 11 градусов, соответственно. Уменьшение ширины кривой качания свидетельствует о повышении степени совершенства текстуры <111> в образцах при повышении T_{an} . Полученные данные рентгеновских измерений хорошо согласуются с результатами исследования текстуры и микроструктуры, полученными с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии. На рисунке 4.21 показаны электронограммы для исходного образца и образца, отожженного при $T_{an} = 300$ °C (нижняя и верхняя части рисунка, соответственно). В нижней части рисунка присутствуют

207





Рисунок 4.20. Результаты рентгеновской дифракции для образца Al₂O₃//CoFe(15Å)/ [CoFe/Cu]₁₆/ Ta(10Å) до и после отжига в течении 2 часов при $T_{an} = 300$ °C и 1 часа при $T_{an} = 420$ °C. На вставке показаны кривые качания вокруг пика (111)Cu.

Рисунок 4.21. Электронограммы, полученные до отжига (нижняя часть) и после отжига (верхняя часть) для обраца $Al_2O_3//CoFe(15\text{\AA})/[CoFe/Cu]_{16}/Ta(10\text{\AA})$. Отжиг проведен при $T_{an} = 300$ °C в течение 2 часов.

все разрешенные отражения. Их распределение по интенсивностям соответствует поликристаллической ГЦК решетке с беспорядочно ориентированными кристаллитами. На электронограмме, полученной от отожженного образца, уменьшение интенсивности кольца (111) и увеличение яркости кольца (220) свидетельствуют о наличии текстуры <111>. Таким образом, по результатам исследования электронной микроскопии можно сделать вывод, что отжиг приводит к повышению степени совершенства текстуры <111>. При этом следует, что положения первого брегговского пика при $2\Theta \approx 3.2^{\circ}$ не изменились после отжига, что говорит о сохранении периода сверхструктуры.





Рисунок 4.22. Рентгеновские рефлектограммы для образца Al₂O₃/ CoFe(15Å)/[CoFe/Cu]₁₆/Ta(10Å). Измерения проведены до отжига, после отжига в течение 2 часов при $T_{an} = 300$ °C и после отжига в течение 1 часа при $T_{an} = 420$ °C.

Рисунок 4.23. Сравнение интенсивностей брегговских пиков вблизи угла $2\Theta \approx 3.2^{\circ}$. Экспериментальные данные для интенсивности построены в линейном масштабе. Температуры отжига показаны на рисунке.

Используя данные об изменении интенсивности первого брегговского пика (рисунок 4.23), был вычислен коэффициент межслойной диффузии. Для этого был использован подход, разработанный в [214], где модельная многослойная пленка представляла систему с периодически модулированной электронной плотностью. В рамках кинематического приближения было получено выражение, позволяющее на основе данных рентгеновской рефлектометрии оценить коэффициент межслойной диффузии, обусловленной отжигом:

$$\ln I/I_0 = -2Dq^2t, \qquad (4.1)$$

где $q = 2\pi n/\Lambda$, n – порядок брэгговского пика, Λ – период сверхструктуры, D – эффективный коэффициент взаимной диффузии, t – время отжига, I_0 – интенсивность брегговского пика до отжига, I – интенсивность того же пика после отжига.

В случае отжига образца при температуре T_{an} = 300 ⁰С интенсивность брегговского пика на рефлектограмме увеличилась. В результате вычислений с использованием выше приведенной формулы получена величина для коэффициента диффузии: $D \approx -1 \cdot 10^{-23} \text{ м}^2/\text{c}$. Отрицательный знак *D* означает, что границы слоев стали более четкими вследствие расслоения компонентов CoFe и Cu. Эти данные находятся в согласии с небольшим ростом величины магнитосопротивления, что показано на рисунке 4.19. После отжига при температуре $T_{an} = 420$ °C интенсивность брегговского пика уменьшилась и эффективный коэффициент диффузии стал положительным $D = 5 \cdot 10^{-23} \text{ м}^2/\text{c}$, что указывает на результат перемешивания компонентов соседних слоев в интерфейсах. Вычисленные значения *D* оказались близкими к значениям, полученным в работе [215], где также было показано, что при температурах отжига ниже $T_{an} = 540$ °C межслойная диффузия в сверхрешетках СоFe/Cu протекает по границам зерен.

Таким образом, проведенные исследования показали, что материал и толщина буферного слоя может значительно повлиять на температурную стабильность сверхрешеток CoFe/Cu с фиксированными толщинами слоев CoFe и Cu в периодической части многослойного образца. Отжиг при $T_{\rm an} = 300$ °C в течение 2 часов увеличивает относительное магнитосопротивление дополнительно на несколько процентов. При использовании толстого буферного слоя $t_{\rm EC} > 20$ Å увеличивается температурная стабильность сверхрешеток CoFe/Cu. Вывод о влиянии толщины буферного слоя на температурную стабильность, по-видимому, может быть применим и для других типов ГМС сверхрешеток.

Выше было показано, что при использовании разных материалов буферного слоя величина магнитосопротивления сверхрешеток CoFe/Cu может изменяться в несколько раз, а ширина петли гистерезиса – более чем в 10 раз. Выявленные особенности указывают на возможность улучшения их функциональных характеристик за счет использования такого материала буферного слоя, который бы способствовал формированию наиболее совершенной структуры слоев в сверхрешетке. Нами было установлено [216], что таким эффективным материалом буферного слоя для сверхрешеток CoFe/Cu может выступать парамагнитный сплав «пермаллой-хром» (PyCr) состава (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ или Ni₄₈Fe₁₂Cr₄₀.

Сплавы пермаллой-хром ранее были использованы в качестве буферного слоя для приготовления пленок с анизотропным магниторезистивным эффектом, а также в наноструктурах типа «спиновый клапан». В работе [217] для буферного слоя из сплава $Py_{100-x}Cr_x$ было установлено оптимальное содержание хрома x = 40. При использовании (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ в [217] была приготовлена пленка пермаллоя с особой подслоя кристаллической структурой, характеризуемой большим размером зерен. В таких пленках пермаллоя получена максимальная величина анизотропного магнитосопротивления. Аналогичные результаты получены в работе [210] при исследовании структурных и магнитных свойств трехслойной пленки Py100-xCrx /Py/Pt48Mn52. В ней была обнаружена острая текстура <111> и наибольший размер зерен при x = 40. В ряде работ, касающихся синтеза и исследования спиновых клапанов с буферными слоями PyCr или Ta/PyCr, отмечено формирование выраженной текстуры <111> И улучшение ИХ магниторезистивных характеристик [218–220]. Следует отметить также две другие работы, в которых для приготовления сверхрешеток на основе СоFe использовался буферный слой РуСг. В работе [215] для сверхрешеток Со₉₀Fe₁₀/Ru в качестве буферного слоя использовался сплав РуСг фиксированной толщины в 5 nm. Авторы работы [215] исследовали особенности межслойной диффузии, обусловленные отжигом образца. В работе [221] проведены исследования магнитострикции и величины растягивающих напряжений В зависимости ОТ числа пар слоев для сверхрешетки PyCr/[CoFe(15Å)/Cu(15Å)]_n/PyCr с толщиной буферного слоя $t_{PyCr} = 5.5$ nm. Следует отметить, что в указанных работах [217–220] использование буферного слоя РуСг привело к улучшению магниторезистивных характеристик пленок и наноструктур. Можно было ожидать, что применение буферного слоя такого состава для приготовления сверхрешеток СоFе/Си также будет способствовать повышению магнитосопротивления.

Методом магнетронного напыления на установке MPS 4000 C6 были приготовлены образцы $PyCr/[Co_{90}Fe_{10}/Cu]_n$ с различными толщинами отдельных слоев, различным числом пар слоев и на них проведены исследования структуры и магнитотранспортные свойства. Основное внимание уделено изучению величины ГМС и гистерезиса от толщины буферного слоя PyCr, а также особенностям структуры слоев сверхрешетки, обусловленным применением данного типа буферного слоя [216].

Общей формулой приготовленных образцов является: подложка//РуСг(t_{PyCr})/ [CoFe(t_{CoFe})/Cu(t_{Cu})]_n/Cr(20Å), где t_M указывает номинальную толщину слоя из материала (M) в ангстремах, рассчитанную по времени напыления; n – число повторений пары слоев СоFe/Cu. Толщины слоев каждого материала в сверхрешетке изменялись для нахождения варианта композиции с наибольшим магнитосопротивлением. Оптимальные толщины слоев Cu были найдены вблизи значений $t_{Cu} = 10$ Å и $t_{Cu} = 21-23$ Å, соответствующих первому и второму максимуму межслойного обменного взаимодействия.

На рисунке 4.24 показана типичная полевая зависимость магнитосопротивления, измеренная для образца с буферным слоем PyCr: PyCr(50Å)/[CoFe(14Å)/Cu(22Å)]₈/ Cr(20Å). Видно, что основное изменение сопротивления происходит в магнитном поле, напряженностью до H = 400 Э. Поле H_{max} , соответствующее максимальному значению магнитосопротивления и характеризующего гистерезис, для данного образца составляет $H_{\text{max}} = 22$ Э. Зависимость поля H_{max} от толщины буферного слоя t_{PyCr} показана на рисунке 4.25. Данная зависимость имеет немонотонный характер. При толщинах буферного слоя





Рисунок 4.24. Зависимость $\Delta R/R_s(H)$ для образца: стекло//РуСr(50Å)/[СоFe(14Å)/Сu(22Å)]₈/Сr(20Å). Измерения выполнены при комнатной температуре. Магнитное поле направлено в плоскости слоев.

Рисунок 4.25. Зависимость величины ГМС и поля H_{max} от толщины буферного слоя РуСг для образцов стекло//РуСг($t_{\text{РуСr}}$)/ [CoFe(14Å)/Cu(22Å)]₈/Cr(20Å).

до t_{PvCr} =30 Å поле H_{max} имеет минимальные значения H_{max} = 11–13 Э, в то время как величина ($\Delta R/R_s$)_{max} возрастает более чем в два раза. В интервале толщин 30 Å> t_{PyCr} >70 Å поле H_{max} возрастает наиболее быстро. Аналогичное резкое изменение $H_{\text{max}}(t_{\text{PyCr}})$ наблюдается и для сверхрешеток, приготовленных на подложках Si/SiO₂, для которых обнаружено трехкратное увеличение *H*_{max} при изменении толщины буферного слоя в интервале 50 Å > t_{PyCr} > 70 Å. Из рисунка 4.25 также видно, что величина ГМС быстро возрастает при изменении толщины буферного слоя в интервале $0 < t_{PyCr} < 20$ Å, затем достигает максимального значения ($\Delta R/R_{\rm s}$)_{max} = 24 %, и далее слабо изменяется при 40 Å \leq $t_{PvCr} \le 100$ Å. При более толстом буферном слое наблюдается уменьшение величины ГМС, связанное с увеличением общей толщины многослойной наноструктуры и эффектом шунтирования, появляющимся при наличии относительно толстого и проводящего буферного слоя. Наблюдаемое возрастание величины ГМС при малых t_{PyCr} связано, как правило, с формированием кристаллической структуры буферного слоя, оказывающей влияние на структуру в последующих слоях сверхрешетки. Например, в трехслойной пленке CoFe/Cu/CoFe с буферным слоем РуСг ГМС появляется только при *t*_{PyCr}≥20 Å и отсутствует при использовании более тонкого буферного слоя [222]. При этом авторы [222] указали на появление в образцах с $t_{PyCr} \ge 20$ Å выраженной текстуры <111>.

Для выяснения структурных особенностей, связанных с использованием буферного слоя PyCr в сверхрешетках CoFe/Cu, были проведены исследования их структуры.



Рисунок 4.26. Дифрактограммы для двух образцов стекло//РуСг(t_{PyCr})/[CoFe(14Å)/ Cu(22Å)]₈/Cr(20Å) с толщиной буферного слоя: t_{PyCr} =50Å (1) и t_{PyCr} = 70Å (2).



Рисунок 4.27. Зависимость γ от толщины буферного слоя t_{PyCr} для образцов стекло//PyCr(t_{PyCr})/[CoFe(14Å)/Cu(22Å)]₈/ Cr(20Å). На вставке приведены кривые качания для: $t_{PyCr} = 10$ Å (1), $t_{PyCr} = 20$ Å (2), $t_{PyCr} = 50$ Å (3) и $t_{PyCr} = 150$ Å (4).

На рисунке 4.26 показаны результаты рентгеновской дифракции для образцов PyCr(*t*_{PyCr})/[CoFe(14Å)/Cu(22Å)]₈/Cr(20Å). На рентгенограммах наблюдаются рефлексы от семейств плоскостей: (111), (200), а также кратный рефлекс (222). Интенсивность рефлекса (111) значительно выше интенсивности, характерной для разориентированной поликристаллической пленки, что указывает на наличие преимущественной ориентации плоскостей (111) параллельно плоскости подложки.

Рефлексы (111), (200) и (222) являются результатом сложения интенсивностей соответствующих рефлексов от всех материалов, входящих в многослойный образец. Вокруг рефлекса (111) наблюдаются слабые, характерные для сверхрешеток сателлитные пики, по которым можно вычислить суммарную толщину Λ пары слоев CoFe–Cu с помощью выражения: $\Lambda = \lambda/(\sin\theta^+ - \sin\theta^-)$ где λ – длина волны излучения, θ^+ и θ^- углы, при которых наблюдаются сверхструктурные сателлитные рефлексы S⁺ и S⁻. Для экспериментально определенных значений углов $2\theta^+ = 46.3^\circ$ и $2\theta^- = 41.1^\circ$ получено значение $\Lambda = 36.2$ Å, что близко к номинальной толщине пары слоев (36 Å), рассчитанной на основе измеренных скоростей и времени напыления слоев СоFe и Cu.

Для количественного исследования степени совершенства текстуры <111> был использован метод кривых качания (ω -скан). На рисунке 4.27 для образцов РуСг(t_{PyCr})/[CoFe(14Å)/Cu(22Å)]₈/Cr(20Å) показана зависимость угла рассеяния текстуры γ от толщины буферного слоя. Значение γ определяется на эксперименте как ширина соответствующей кривой качания на полувысоте. Для образцов с $t_{PyCr} \le 50$ Å форма кривой качания (см. вставку рисунке 4.27) соответствует аксиальной текстуре с осью <111>, перпендикулярной плоскости пленки. Величина γ характеризует совершенство текстуры или угол разориентации осей [111] кристаллитов от оси текстуры. При $t_{PyCr} \le 50$ Å величина γ мала и равна 4–6°, что означает высокое совершенство текстуры <111>. Начиная со значения толщины буферного слоя $t_{PyCr} = 70$ Å, γ возрастает в 2 раза и достигает величины 12°. Для образцов с более толстым буферным слоем при 70 Å $\le t_{PyCr} \le$ 150 Å обнаружено изменение формы кривой качания (вставка рисунке 4.27). Это может быть обусловлено формированием в образце конической текстуры, нормали которой образуют конус с углом раствора 6–7° к направлению <111>.

На рисунке 4.28 приведены зависимости величины магнитосопротивления от толщины буферного слоя для близких по композиции сверхрешеток, но отличающихся материалом буферного слоя – Cr, CoFe, PyCr. Видно, что сверхрешетки с буферным слоем PyCr отличаются более высокими значениями магнитосопротивления и более широким интервалом толщин t_{PyCr} , при которых ($\Delta R/R_s$)_{max} > 20%.





Рисунок 4.28. Сравнение зависимостей величины ГМС от толщины буферного слоя для сверхрешеток [CoFe/Cu(22–23)Å]₈. На рисунке отмечен материал буферного слоя. Экспериментальные точки относятся к образцам с буферным слоем CoFe.

Рисунок 4.29. Зависимость ($\Delta R/R_{\rm s}$)_{тах} и поля магнитного насыщения $H_{\rm s}$ от толщины слоев СоFe для образцов стекло//РуСr(50Å)/[СоFe($t_{\rm CoFe}$)/ Cu(9.5Å)]₈/ Cr(20Å).

При сравнении результатов структурных исследований данных трех вариантов сверхрешеток выявлены следующие отличия.

1. Для образцов с буферными слоями Cr и CoFe максимальные интенсивности рефлекса (111) наблюдаются в области толщин буферного слоя $0 \le t_{\rm EC} \le 20$ Å, далее при 20 Å < $t_{\rm EC}$ < 50 Å рефлекс (111) исчезает. При толщинах 60 Å < $t_{\rm EC}$ < 150 Å рефлекс (111) появляется заново, но относительно малой интенсивности. В то время как для сверхрешеток с буферным слоем РуСr интенсивный пик (111) наблюдается во всей исследованной области толщин буферного слоя вплоть до $t_{\rm PyCr} = 150$ Å (вставка на рисунке 4.27). Максимальные значения интенсивности рефлекса (111) наблюдаются при 10 Å $\le t_{\rm PyCr} \le 50$ Å.

2. Интенсивность рефлекса (111) для образцов с буферным слоем РуСг в 5-10 раз выше, чем для двух других сверхрешеток с буферными слоями Сг и СоFe.

3. Величина γ для образцов с буферным слоем РуСг приблизительно в два раза меньше, чем для образцов с буферными слоями Сг и СоFe.

Перечисленные особенности указывают на то, что в сверхрешетках CoFe/Cu с буферным слоем РуСг формируется более совершенная кристаллическая структура слоев по сравнению с образцами с буферными слоями Cr и CoFe.

Приготовленные образцы с буферными слоями Cr и CoFe и с толщиной слоев Cu, соответствующих первому антиферромагнитному максимуму межслойного обменного взаимодействия, обладают небольшим магнитосопротивлением: $(\Delta R/R_s)_{max} < 10\%$. Аналогичный результат был получен также в [209]. При использовании буферного слоя

214

РуСг и с помощью дополнительной оптимизации толщин слоев были получены значения магнитосопротивлением. При выбранной значительно более высокие оптимальной толщине буферного слоя t_{PyCr} = 50 Å была найдена оптимальная толщина слоев меди $t_{Cu} = 9.5$ Å, при которой наблюдается наибольшее значение ($\Delta R/R_s$)_{max}. При указанных фиксированных значениях t_{PyCr} и t_{Cu} были приготовлены образцы с различной толщиной слоев CoFe. На рисунке 4.29 показаны значения ($\Delta R/R_s$)_{max} и поля магнитного насыщения *H*_s в зависимости от толщины слоя СоFe для образцов состава: стекло//PyCr(50Å)/[CoFe(t_{CoFe})/Cu(9.5Å)]₈/Cr(20Å). Поле магнитного насыщения в них уменьшается пропорционально увеличению t_{CoFe}. Видно также, что в области толщин $t_{CoFe} = 14-16$ Å величина ГМС имеет значение ($\Delta R/R_s$)_{max} = 45 %. Для дополнительного увеличения магнитосопротивления был приготовлен образец с удвоенным числом пар слоев (n = 16). В нем обнаружено магнитосопротивление 54 % при комнатной температуре. На данном образце были проведены также измерения магниторезистивных кривых при температурах (рисунок 4.30). При температуре T = 83 Kразличных величина магнитосопротивления составила 95 %.



Рисунок 4.30. Зависимости $\Delta R/R_s(H)$, измеренные при температурах: T = 83 K (1), T = 173 K (2), T = 293 K (3), T = 373 K (4). Образец: стекло//PyCr(50Å)/[CoFe(14Å)/Cu(9.5Å)]₁₆/ Cr(20Å).

Эффективность использования материала РуСг в качестве буферного слоя для сверхрешеток CoFe/Cu можно также оценить из сравнения полученного на данном этапе исследований величины ГМС 54% с результатами других работ. Близкое значение 55 %

было показано в [83], но при использовании большего числа пар слоев (n = 30). Более высокое значение 63 % было получено лишь в одной работе [84], в которой для случая n = 42 были подобраны условия эпитаксиального роста слоев CoFe и Cu на подложке MgO с составным буферным слоем Fe(12Å)/Pt(50Å).

4.7 Сверхрешетки NiFeCo/Cu с высокой чувствительностью и слабым гистерезисом

Выше было показано, что величина магнитосопротивления в сверхрешетках CoFe/Cu(21–23Å) составляет 20–28 % при комнатной температуре. Типичная кривая магнитосопротивления была приведена выше на рисунке 4.24. Отметим, что для данного образца наблюдается значительное отклонение кривой от линейной зависимости в интервале магнитного поля H= 0–250 Э. При этом поле магнитного насыщения составляет $H_s \approx 400$ Э и гистерезис – около ΔH =70 Э. Чувствительность (S= $\Delta(\Delta R/R_s)/\Delta H$) для данного образца изменяется от S = 0.2 %/Э – в поле H = 50 Э, до S = 0.04 %/Э – в поле H=200 Э. За исключением величины ГМС, остальные 4 функциональные характеристики (H_s , ΔH , S и линейность) не являются оптимальными для практического использования данного материала в магниточувствительных сенсорах.

Оптимизация одновременно всех пяти указанных характеристик у различных ГМС сверхрешеток представляет довольно сложную научную и технологическую задачу. Наиболее часто исследователи ограничиваются оптимизацией одновременно только двух или трех функциональных характеристик. Примером может служить ГМС материал NVE Corporation, базе которого изготавливаются фирмы на коммерческие магниточувствительные сенсоры. Материал представляет собой блочную многослойную структуру, содержащую слои сплавов Со₉₅Fe₅, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀ и немагнитного сплава Си₈₀Аg₁₅Аu₅ [224, 225]. Величина магнитосопротивления у данного типа наноструктур является относительно небольшой – $(\Delta R/R_s)_{max} = 17$ %, поле насыщения довольно большое $H_{\rm s} \approx 450$ Э, из-за чего чувствительность составляет всего $S \approx 0.04$ %/Э. При этом наблюдается выраженная линейность зависимости $\Delta R/R_{s}(H)$ и малый гистерезис $\Delta H \approx$ 15 Э. Сочетание двух последних оптимизированных характеристик и небольшой для ГМС сверхрешеток величины магнитосопротивления в 17 % составили эффективную комбинацию свойств, достаточную для изготовления серии сенсоров магнитного поля.

При синтезе и исследованиях ГМС сверхрешеток значительное внимание уделяется вопросам повышения чувствительности и уменьшения гистерезиса. В связи с этим оптимизация их свойств нацелена на получение максимального магнитосопротивления при минимальном поле магнитного насыщения. Для этой цели часто используют
наноструктуры на основе тройных магнитомягких ферромагнитных сплавов NiFeCo/Cu. Такие сверхрешетки обладают в 2–3 раза более низкой величиной ГМС в сравнении со сверхрешетками Co/Cu и CoFe/Cu, но из-за низких значений полей насыщения в них может быть получена высокая чувствительность в S = 0.2-0.5 %/Э.

Состав тройного сплава NiFeCo значительно влияет как на величину магнитосопротивления, так и на гистерезис. При выборе состава тройного сплава часто которые массивном состоянии используют сплавы, В обладают нулевой магнитострикцией, нулевой константой анизотропии или комбинацией указанных двух свойств. С помощью такого выбора магнитного материала NiFeCo можно дополнительно минимизировать гистерезис. В работах [226, 227] приведена диаграмма составов тройных сплавов NiFeCo с указанием концентраций компонент, соответствующих нулевой магнитострикции и нулевой константы магнитной анизотропии К₁. В [226] приведены магниторезистивные данные для сверхрешеток NiFeCo/Cu с различным соотношением NiFeCo. компонент в сплаве а также показана возможность получения магнитосопротивления свыше 25 % для состава [Ni_{7.5}Fe_{14.5}Co₇₈(15Å)/Cu(20Å)]₂₀.

К настоящему времени были приготовлены и исследованы сверхрешетки NiFeCo/Cu с различными по составу тройными сплавами. В таблице 4.1 приведены некоторые литературные данные о составах приготовленных ранее такого типа сверхрешеток и полученных в них значений величин ГМС, полей насыщения и оценочных величин чувствительности. В таблицу 4.1 включены данные только для сверхрешеток с толщиной слоев меди $t_{Cu} = 20-23$ Å. Из таблицы видно, что большинство величин ГМС для сверхрешеток на основе тройных сплавов NiFeCo, находятся в интервале 10–15 %. При этом поля насыщения, до которых происходит основное изменение сопротивления в магнитном поле, лежат в интервале значений от 50 до 150 Э. Исключение составляет первый тип сверхрешетки на основе сплава с большой концентрацией Со, обладающий величиной ГМС 25%. Поля насыщения, приведенные в таблице 4.1, определены приблизительно по опубликованным графикам с помощью экстраполяции линейных участков магниторезистивных кривых на ось абсцисс. Данный подход в определении полей насыщения позволил получить оценочные значения для чувствительности, включенные в таблицу.

Выше уже отмечалось, что на функциональные характеристики ГМС сверхрешеток, помимо особенностей технологии приготовления и используемых в них магнитных и немагнитных материалов, значительное влияние также оказывает буферный слой. В случае сверхрешеток на основе тройных ферромагнитных сплавов ранее использовались буферные слои из различных магнитных и немагнитных материалов:

Композиция	$(\Lambda R/R)$ %	НЭ	S %/7	Ссилка
мультислоев	$(\Delta I (I R_s) max, 70)$	11 ₈ , J	5, 7075	Ссылка
[Ni _{7.5} Fe _{14.5} Co ₇₈ /Cu] ₂₀	25	100	0.25	[226]
[Ni ₆₆ Fe ₁₆ Co ₁₈ /Cu] ₂₀	15	50	0.3	[226, 230]
[Ni ₁₄ Fe ₂₀ Co ₆₆ /Cu] ₂₀	15	50	0.3	[226]
[Ni ₁₇ Fe ₃₆ Co ₄₇ /Cu] ₂₀	5	100	0.05	[226]
[Ni ₇₆ Fe ₁₀ Co ₁₄ /Cu] ₁₀	9 - 14.5	70 - 100	0.1 – 0.2	[228]
[Ni ₆₆ Fe ₁₆ Co ₁₈ /Cu] ₃₀	15	75	0.2	[229]
[Ni ₆₆ Fe ₁₆ Co ₁₈ /Cu] ₁₀	10.5	70	0.15	[231]
$[Ni_{72}Fe_{11}Co_{17}/Cu]_{10}$	11	70	0.16	[231]
$[Ni_{69}Fe_9Co_{22}/Cu]_{10}$	14	80	0.18	[231]
$[Ni_{63}Fe_8Co_{29}/Cu]_{10}$	13	120	0.11	[231]
$[Ni_{44}Fe_{10}Co_{45}/Cu]_{12}$	10		0.05	[232]
$[Ni_{57.5}Fe_{13}Co_{29}/Cu]_{12}$	10		0.05	[232]

Таблица 4.1. Многослойные структуры NiFeCo/Cu(20–23Å) с различными типами тройного ферромагнитного сплава. Значения поля насыщения (*H*_s) и чувствительности (*S*) определены приблизительно на основе опубликованных магниторезистивных кривых.

NiFeCo, Fe [230]; Fe, Cr, Zr [233]; NiO [234], и др. Эффективность использования буферного слоя пермаллой-хром состава (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ была продемонстрирована выше на примере сверхрешеток CoFe/Cu. Данный тип парамагнитного металла, а также комбинация из двух материалов Ta/PyCr, были использованы нами в качестве буферных слоев также и в сверхрешетках NiFeCo/Cu. На данном этапе исследований основной целью оптимизации характеристик сверхрешеток было получение образцов, сочетающих высокую чувствительность к магнитному полю с низким гистерезисом. Исследования и были проведены на сверхрешетках с двумя типами тройных ферромагнитных сплавов Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀ и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄ [235]. Данные сплавы также использовались ранее для приготовления ГМС материалов [223, 224, 225, 228].

На рисунке 4.31 показана магниторезистивная кривая для образца на основе сплава Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀ с буферным слоем РуСг толщиной $t_{PyCr} = 100$ Å. Для характеризации гистерезиса магниторезистивной кривой в данном случае использована разница магнитных полей ΔH , соответствующих полувысоте кривой $\Delta R/R_s(H)$, измеренной при увеличении и уменьшении магнитного поля. У данного образца с толстым буферным слоем наблюдается относительно большой гистерезис в $\Delta H \approx 60$ Э. Для определения зависимости величины ΔH от толщины буферного слоя РуСг была приготовлена серия сверхрешеток с различными толщинами t_{PyCr} в интервале значений 55 Å< t_{PyCr} <100 Å. Обнаружено, что эта зависимость $\Delta H(t_{PyCr})$ имеет немонотонный характер. График на вставке рисунка 4.32 указывает на двукратное увеличение гистерезиса при изменении толщины буферного слоя от 55Å до 62 Å. При этом также наблюдается резкое возрастание величины ($\Delta R/R_s$)_{max}. Полученные данные указывают на то, что сверхрешетки СоFe/Си

при толщинах буферного слоя выше и ниже 60 Å обладают различными магнитными и магнитотранспортными свойствами. Для выяснения причины резкого изменения гистерезиса были проведены исследования структуры ряда образцов.



Рисунок 4.31. Магниторезистивная кривая для образца: $PyCr(100\text{\AA})/[Ni_{65}Fe_{15}Co_{20}(15\text{\AA})/Cu(23\text{\AA})]_8/Ta(50\text{\AA}).$



Рисунок 4.32. Зависимость величины ГМС от толщины буферного слоя РуСг для образцов $PyCr(t_{PyCr})/[Ni_{65}Fe_{15}Co_{20}(15\text{\AA})/ Cu(23\text{\AA})]_8/Ta(50\text{\AA}).$ На вставке показана зависимость гистерезиса ΔH от t_{PyCr} .



Рисунок 4.33. Дифрактограмма для образца PyCr(100Å)/[Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15Å)/Cu(23Å)]₈/ Ta(50Å).



Рисунок 4.34. Кривые ω -сканов вокруг пика (111) для образцов [Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15Å)/Cu(23Å)]₈ с буферными слоями: (1) $-t_{PyCr} = 60$ Å, (2) $-t_{PyCr} = 80$ Å, (3) - Ta(50Å)/PyCr(80Å).

Дифрактограмма для образца с толстым буферным слоем $t_{PyCr} = 100$ Å показана на рисунке 4.33. Помимо рефлекса от монокристаллической кремниевой подложки на дифрактограмме имеется пик от семейства плоскостей (111) ГЦК структуры и кратный пик (222). Данные пики являются общими для материалов Сu и NiFeCo из-за близости параметров их кристаллической решетки. Отсутствие остальных структурных пиков ГЦКрешетки может быть следствием того, что в напыленных образцах сформировалась текстура <111>.

Аналогичные исследования текстуры были проведены и для образцов с другими толщинами буферного слоя. На рисунке 4.34 приведены ω –сканы для трех образцов с $t_{PyCr} = 60$ Å – кривая (1), $t_{PyCr} = 80$ Å – кривая (2), а также для образца с составным буферным слоем Ta(50Å)/PyCr(80Å) – кривая 3. Кривые были измерены при одинаковых режимах съемки, что дает возможность сравнивать не только формы кривых, но и величины интенсивности пиков (111). Видно, что при увеличении толщины буферного слоя от $t_{PyCr} = 60$ Å до $t_{PyCr} = 80$ Å происходит уменьшение интенсивности пика (111) в три раза и наблюдается значительное его уширение. При добавлении подслоя тантала толщиной $t_{Ta} = 50$ Å происходит значительное увеличение интенсивности пика (111) и происходит сужение кривой качания (кривая 3). Это указывает на формирование в слоях сверхрешетки совершенной текстуры <111>. Менее совершенная текстура <111>формируется при напылении сверхрешетки на толстый буферный слой – кривая 2. В этом случае два максимума на кривой качания указывают на появление конической текстуры, когда направления <111> в кристаллитах преимущественно отклонены от нормали к пленке на некоторый угол и суммарно образуют коническую поверхность.

Дополнительная информация о микроструктуре указанных трех образцов получена при исследовании морфологии поверхности с помощью атомного-силового микроскопа. На рисунке 4.35 показаны изображения их поверхности. Видно, что образование конической текстуры <111> в образце с толстым буферным слоем сопровождается изменением морфологии поверхности. Кристаллиты в нем объединены в более крупные конгломераты с выраженной вытянутой формой – рисунок 4.35,(2). Можно предположить, что в данном случае поверхность образца образована кристаллитами, направление столбчатого роста в которых совпадает с кристаллографическим направлением [111] и оно отклонено от нормали к поверхности подложки на некоторый угол. При добавлении подслоя Ta(50Å) форма кристаллитов в образце (3) вновь становится круглой, как и в образце (1), но с уменьшенными в два-три раза размерами. Увеличение интенсивности брегговского пика (111), уменьшение размеров кристаллитов и уменьшение ширины кривой качания, указывающей на наличие острой текстуры <111>, могут служить качественным объяснением факта значительного уменьшения гистерезиса в образце (3) с составным буферным слоем Ta/PyCr. На рисунке 4.36 для сравнения приведены кривые магнитосопротивления для образцов (2) и (3), составы которых отличаются на слой Ta(50Å). Видно, что по сравнению с образцом без Ta гистерезис в образце с составным буферным слоем уменьшился более чем в 6 раз: от значения $\Delta H = 50$ Э до $\Delta H = 8$ Э.



Рисунок 4.35. Изображения поверхности образцов с буферным слоем PyCr(60Å) – (1); PyCr(80Å) – (2); Ta(50Å)/PyCr(80Å) – (3).



Рисунок 4.36. Полевые зависимости магнитосопротивления образца [Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15Å)/Cu(23Å)]₈ с буферным слоем PyCr(80Å) (светлые символы) и Ta(50Å)/PyCr(80Å) (линия).

Отметим также, что образце (3) при небольшом уменьшении В магнитосопротивления наблюдается значительное уменьшение поля насыщения, что означает повышение чувствительности. Для выяснения особенностей влияния подслоя Та на структуру сверхрешеток были проведены исследования ряда образцов методами просвечивающей электронной микроскопии. На рисунках 4.37(1) и 4.37(2) показаны светлопольные изображения микроструктуры образцов с буферным слоем PyCr(65Å) и Ta(50Å)/PyCr(80Å), соответственно. Видно, что добавление подслоя Та приводит к уменьшению латеральных размеров кристаллитов в образце и единообразию их формы. По проведенным оценкам диаметр зерен составляет 40–50 нм, что совпадает с размером неровностей на АСМ-изображениях морфологии поверхности данного образца, показанной на рисунке 4.35(3).

4.37(2)Ha вставках рисунках 4.37(1)И показаны соответствующие электронограммы. Анализ полученных электронограмм позволил выявить следующие образцах особенности структуры исследованных образцов. Тантал В имеет поликристаллическую ОЦК структуру с малым размером беспорядочно ориентированных кристаллитов. Электронограмма (1) с рефлексами в виде пятен характерна для блочных монокристаллов с угловой разориентацией блоков около 5°. Более яркие рефлексы, образующие сетку из больших равносторонних треугольников, относятся к многослойной структуре [NiFeCo(15Å)/Cu(23Å)]₈. Их расположение на электронограмме совпадает со стандартной сеткой, изображающей обратную решетку ГЦК кристалла, ориентированного параллельно электронному лучу вдоль направления [111]. Такая ориентация кристаллитов характерна для текстуры <111> с осью, перпендикулярной к плоскости пленки.

Обнаруженная различная яркость рефлексов может быть следствием малого отклонения направления [111] от нормали к плоскости пленки, обусловленного выявленной для данного образца конической текстурой <111>. Слабые рефлексы относятся к буферному слою PyCr(65Å), а их расположение на электронограмме указывает на наличие в нем ОЦК решетки с параметром a = 2.92 Å. Взаимное расположение рефлексов, полученных от ОЦК и ГЦК структур, позволяет сделать вывод о том, что данные две решетки развернуты друг относительно друга в плоскости пленки на угол 30° вокруг направления <111>.



Рисунок 4.37. Светлопольные изображения микроструктуры, полученные для образцов [Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15Å)/Cu(23Å)]₈/Ta(50Å) с буферным слоем PyCr(65Å) – (1) и Ta(50Å)/PyCr(80Å) – (2). На вставках показаны соответствующие электронограммы.

Для образца, приготовленного на составном буферном слое Ta(50Å)/PyCr(80Å), были получены электронограммы в виде колец, что свидетельствует о меньшем размере кристаллитов, в сравнении с образцом без подслоя Ta. На электронограмме (2) отсутствуют рефлексы, которые относились бы к ОЦК структуре PyCr, но имеется полный набор колец, соответствующих ГЦК структуре. Эти кольца являются общими для PyCr и NiFeCo/Cu, что возможно при одинаковой симметрии и близости параметров решетки данных материалов. Следовательно, можно предположить, что при использовании подслоя Ta в буферном слое, в сплаве PyCr формируется не OЦК, а ГЦК структура с параметром кристаллической решетки a = 3.58 Å. Наличие самого яркого кольца, относящегося к плоскости (220), свидетельствует о наличии аксиальной текстуры <111>, ось которой перпендикулярна плоскости пленки.

Таким образом, повышение совершенства текстуры в исследованных сверхрешетках NiFeCo/Cu, наблюдаемое при добавлении подслоя Та к буферному слою

РуСг, обусловлено тем, что при этом происходит принципиальное изменение микроструктуры в слое РуСг. А именно, в нем вместо ОЦК формируется ГЦК структура, которая, по-видимому, способствует формированию совершенной текстуры <111> в последующих слоях многослойной структуры и росту столбчатых монокристаллических зерен с малым разбросом по размерам.

Аналогичный подход, использующий составной буферный слой Та/РуСг для уменьшения гистерезиса, был применен нами для сверхрешетках на основе сплава Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄. На рисунке 4.38 показаны полевые зависимости магнитосопротивления для образцов [Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄(15Å)/Cu(23Å)]₈, приготовленных с использованием буферных слоев РуСr(70Å) и Ta(40Å)/РуСr(70Å). Видно, что и в этом случае использование подслоя Ta приводит К двукратному уменьшению ширины петли гистерезиса магнитосопротивления И некоторому снижению поля магнитного насыщения. Магниторезистивная кривая, полученная для образца с буферным слоем Ta(40Å)/PyCr(70Å), имеет следующие характеристики: $(\Delta R/R_s)_{max} = 12.5 \%$, $\Delta H = 9 Э и$ магниторезистивную чувствительность 0.3 %/Э в полях до 25 Э.

Таким образом, в проведенных исследованиях было установлено, что с помощью использования составного буферного слоя Ta/PyCr в сверхрешетках NiFeCo/Cu можно получить магниточувствительный материал, сочетающий высокую чувствительность к магнитному полю и малый гистерезис.



Рисунок 4.38. Полевые зависимости магнитосопротивления, полученные для сверхрешеток [Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄(15)/Cu(23)]₈ с буферным слоем NiFeCr(70) – (светлые символы) и Ta(40)/NiFeCr(70) – (линия).

4.8 Сверхрешетки с оптимизированными функциональными характеристиками

Выше были подробно описаны использованные способы оптимизации функциональных характеристик для трех типов ГМС сверхрешеток: Co₉₀Fe₁₀/Cu, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu. В общем случае оптимизация функциональных характеристик обменно-связанных сверхрешеток является многопараметрической задачей. Она включает следующие основные этапы.

1) Отработку технологии напыления многослойных структур из конкретных магнитных и немагнитных материалов. На этом этапе необходимо определить оптимальные (для данного типа используемого напылительного оборудования) значения технологических параметров – давление газов, скорость осаждения слоев и других. Цель данного этапа – воспроизводимое получение многослойных наноструктур с наиболее «гладкими» и совершенными интерфейсами.

 Поиск эффективного для данного типа сверхрешеток типа материала буферного слоя, позволяющего сформировать определенный тип кристаллической структуры слоев и оптимальный размер зерна.

3) Нахождение оптимальных значений всех задаваемых при напылении параметров сверхрешетки, к которым относятся: толщина слоев, входящих в состав буферного слоя, толщины ферромагнитных и немагнитных слоев в периодической части многослойной структуры, число пар слоев. Перечисленные варьируемые параметры, как правило, зависят от намагниченности насыщения магнитного материала.

4) При напылении сверхрешеток в магнитном поле может сформироваться наведенная анизотропия в магнитных слоях, что приведет к небольшому уменьшению поля насыщения в случае направления поля вдоль оси легкого намагничивания.

В данном пункте приведены без детального описания процедур оптимизации магниторезистивные с выраженной линейной кривые зависимостью магнитосопротивления напряженности [236]. Bo от магнитного поля всех оптимизированных наноструктурах использован составной буферный слой Ру/Сг. Эффективность применения такого буферного слоя наиболее отчетливо видна при сопоставлении на одном графике магниторезистивных кривых для одинаковых сверхрешеток, приготовленных в одних и тех же условиях, но отличающихся типом буферного слоя – рисунок 4.39. Видно, что ширина кривой на полувысоте кривых 1 и 3 отличается более чем в 10 раз, а чувствительность на кривых 2 и 3 – в 4 раза. Таким образом, применение составного буферного слоя Ру/Сг приводит повышению величины ГМС, уменьшению гистерезиса и увеличению чувствительности.



Рисунок 4.39. Магниторезистивные кривые для сверхрешеток [CoFe(15Å)/Cu(23)Å]₈, приготовленных на буферных слоях: 1 – Cr(35Å), 2 – PyCr(50Å), 3 –Ta(40Å)/PyCr(70Å).

Для кривой 3 получены следующие значения: $(\Delta R/R_s)_{max} = 28 \%$, $H_s \approx 200 \Im$, $\Delta H = 24 \Im$. Чувствительность на линейном участке кривой составляет $S \approx 0.5 \%/\Im$.

На рисунке 4.40 показана кривая магнитосопротивления для сверхрешетки Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu. Была получена большая для данного типа сверхрешеток величина ГМС в сочетании малым гистерезисом и выраженной линейностью характеристики. Функциональными характеристиками для данной кривой являются: $(\Delta R/R_s)_{max} = 18 \%$, гистерезис – $\Delta H = 10$ Э, чувствительность – S = 0.35 %/Э.

На рисунке 4.41 показана кривая магнитосопротивления для сверхрешеток Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu. Для данного типа образцов получены следующие характеристики: $(\Delta R/R_s)_{max} = 18 \%$, $\Delta H = 9 \Im$, $S = 0.4 \%/\Im$. На рисунке 4.42 дополнительно показаны два варианта зависимостей $\Delta R/R_s(H)$ для системы Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu. Кривая (1) соответствует образцу с наибольшим полученным магнитосопротивлением ($\Delta R/R_s$)_{max} = 20 %, кривая (2) – образцу наибольшей чувствительностью $S = 0.5 \%/\Im$.

Отметим, что магниторезистивная чувствительность у всех трех типов оптимизированных сверхрешеток превосходит значения для всех типов сверхрешеток, характеристики которых приведены в таблице 4.1. Данные результаты также показывают, что при одинаковых типах магнитных и немагнитных материалов, входящих в состав ГМС сверхрешеток, с помощью изменения толщин слоев и их количества могут быть оптимизированы отдельные функциональные характеристики, представляющие интерес для практических приложений. По литературным данным величина ГМС для

сверхрешеток CoFe/Cu(21–23Å) достигает и больших величин – 30 %, однако характерные магниторезистивные кривые, полученные другими исследователями, обладают в сравнении с кривой 3 на рисунке 4.39 в 4–6 раз более высоким гистерезисом, полями насыщения около 400 Э [227] и более низкой чувствительностью – 0.1 %/Э.



Рисунок 4.40. Кривая $\Delta R/R_s(H)$ для оптимизированной сверхрешетки [Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀(15Å)/Cu(21Å)]₈.



Рисунок 4.41. Кривая $\Delta R/R_s(H)$ для оптимизированной сверхрешетки [Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄(16Å)/Cu(22Å)]₁₂



Рисунок 4.42. Кривая (1) соответствует варианту сверхрешетки Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu с наибольшим магнитосопротивлением, кривая (2) – с наибольшей чувствительностью.

Накопленный опыт по оптимизации функциональных характеристик магнитных сверхрешеток был применен для получения наибольшего магнитосопротивления в хорошо изученной системе $Co_{90}Fe_{10}/Cu$. В результате была приготовлена сверхрешетка с величиной магнитосопротивления ($\Delta R/R_s$)_{max} = 81%, измеренной при комнатной температуре в геометрии СІР (рисунок 4.43). Данное значение превышает величину магнитосопротивления, полученную в [84] для аналогичного типа сверхрешеток, а также известные величины ГМС для системы Co/Cu [79–81], и является рекордным значением магнитосопротивления для всех исследованных ранее типов металлических обменно-связанных сверхрешеток.



Рисунок 4.43. Кривая магнитосопротивления для сверхрешетки с рекордной величиной магнитосопротивления: стекло/Ta(50Å)/PyCr(50Å)/[CoFe(15Å)/Cu(9.5Å)]₂₄/Ta(50Å).

228

4.9 Выводы к главе 4

1. Разработана методика магнетронного напыления обменно-связанных сверхрешеток, обладающих высокими функциональными характеристиками. Приготовлены серии трех типов сверхрешеток Co₉₀Fe₁₀/Cu, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu с различными толщинами слоев и различными по составу и толщине буферными слоями.

2. При использовании буферного слоя хрома различной толщины в сверхрешётках Со₉₀Fe₁₀/Сu обнаружен переход между низкокоэрцитивным и высококоэрцитивным состояниями. Показано, что субнанометровые изменения толщины буферного слоя Cr в интервале толщин (15–20) Å приводят к гигантскому, более чем в 10 раз, изменению ширины петли магнитного гистерезиса. Установлено, что резкое увеличение гистерезиса сопровождается исчезновением аксиальной текстуры <111> в слоях сверхрешётки.

3. Показано, что температурная стабильность сверхрешеток Co₉₀Fe₁₀/Cu зависит как от материала буферного слоя, так и от его толщины. Наибольшей температурной стабильностью обладают сверхрешётки с толщинами буферного слоя хрома более 20 Å. Установлены режимы термообработки, при которых относительное магнитосопротивление сверхрешеток может быть дополнительно увеличено на (2–6)%.

4. Установлено, что использование парамагнитного буферного слоя «пермаллой-хром» (PyCr = $(Ni_{80}Fe_{20})_{60}Cr_{40}$) приводит к повышению степени совершенства текстуры <111> в слоях сверхрешетки и увеличению магнитосопротивления. В сверхрешётках с толстым, более 70 Å, буферным слоем PyCr возникает коническая текстура <111>, что сопровождается увеличением ширины петли гистерезиса магнитосопротивления.

5. Показана высокая эффективность использования буферного Ta/PyCr для создания сверхрешеток с большими значениями магнитосопротивления, малым гистерезисом и высокой чувствительностью. Для сверхрешеток на основе тройных сплавов Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu получены высокие значения магнитосопротивления свыше 18 % и чувствительности – (0.3–0.5)%/Э при малом гистерезисе около 10 Э.

6. С помощью примененного комплексного метода оптимизации функциональных характеристик и при использовании составного буферного слоя Ta/(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ приготовлены сверхрешетки CoFe/Cu с рекордной для всех типов обменно-связанных металлических сверхрешеток величиной магнитосопротивления 81%, измеренной при комнатной температуре в геометрии протекания тока в плоскости слоев.

Результаты, представленные в 4 главе, опубликованы в работах [207, 208, 213, 216, 235, 236].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. В монокристаллах FeGe₂ и Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ в области температур существования коллинеарного антиферромагнитного порядка обнаружены обратимые и необратимые нелинейные изменения намагниченности с магнитным полем. Теоретическое описание наблюдаемых закономерностей дано с учетом анизотропии 4-го порядка в базисной плоскости и учетом зависимости концентраций магнитных фаз от напряженности магнитного поля. Получено хорошее согласие между теорией и экспериментом.

2. Разработана теоретическая модель, хорошо описывающая полученные экспериментальные данные для продольного и поперечного магнитосопротивлений монокристалла FeGe₂. Показана возможность определения концентраций магнитных фаз из магниторезистивных данных.

3. Методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках (211)MgO выращены сверхрешетки (210)[Fe/Cr] с выраженной одноосной магнитной анизотропией в плоскости слоев. Показано, что в случае направления магнитного поля вдоль «легкой оси» проявляется многоступенчатый характер полевых зависимостей намагниченности и магнитосопротивления, обусловленный множественными спин-флип переходами, при которых происходит последовательное перемагничивание отдельных слоев Fe.

4. Магнитооптическим методом с использованием индикаторной пленки железоиттриевого граната визуализирована доменная структура в отдельных внутренних слоях Fe сверхрешетки (210)Fe/Cr и установлена последовательность перемагничивания слоев Fe. Показано отличие доменной структуры в различных слоях Fe.

5. Установлены условия реализации режима безгистерезисного перемагничивания свободного слоя в спиновых клапанах различных композиций. Предложен способ получения скрещенной конфигурации магнитной анизотропии с помощью спин-флоп состояния в синтетическом антиферромагнетике.

6. Для серии спиновых клапанов на основе антиферромагнетика MnIr установлена количественная зависимость ширины низкополевой петли гистерезиса от угла рассеяния текстуры <111>. Показано, что чем более совершенная текстура <111> сформирована в спиновом клапане, тем слабее гистерезис перемагничивания свободного слоя.

7. В полученных сверхрешётках Со₉₀Fe₁₀/Cu с буферным слоем хрома различной толщины обнаружен переход между низкокоэрцитивным и высококоэрцитивным состояниями. Показано, что субнанометровые изменения толщины буферного слоя Cr приводят к многократному изменению ширины петли магнитного гистерезиса.

Установлено, что исчезновение аксиальной текстуры <111> в слоях сверхрешётки приводит к резкому усилению гистерезиса.

8. Установлено, что использование буферного слоя Ta/(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ приводит к значительному ослаблению гистерезиса и уменьшению поля магнитного насыщения в трех типах сверхрешеток: Co₉₀Fe₁₀/Cu, Ni₆₅Fe₁₅Co₂₀/Cu и Ni₇₆Fe₁₀Co₁₄/Cu. С помощью комплексного метода оптимизации функциональных характеристик приготовлены сверхрешетки Co₉₀Fe₁₀/Cu с рекордной величиной магнитосопротивления – 81% при комнатной температуре.

Таким образом, в результате проведенных исследований выявлены особенности магнитных и магнитотранспортных свойств тетрагональных антиферромагнетиков, спиновых клапанов и обменно-связанных сверхрешеток Fe/Cr, обусловленные наличием в них магнитной анизотропии. На основе установленных закономерностей были выработаны способы управления анизотропией и другими свойствами многослойных наноструктур, что позволило создать варианты магниточувствительных материалов с высокими функциональными характеристиками, представляющими интерес для практических применений в области магнитоэлектроники и спинтроники.

Основные публикации автора по теме диссертации

- Ustinov, V.V. Giant magnetoresistance of metallic exchange-coupled multilayers and spin valves [Tekct] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I.Naumova // Physics of Metals and Metallography. – 2017. – V.118. – №13. – P. 38–97.
- Spin-flop in synthetic antiferromagnet and anhysteretic magnetic reversal in FeMn-based spin valves [Teкст] / M.Milyaev, L.Naumova, T.Chernyshova, V.Proglyado, I.Kamensky, V.Ustinov // IEEE Transactions on Magnetics. – 2016. – V.52. – №12. – P.2301104(4).
- Спин-флоп состояния в синтетическом антиферромагнетике и изменения однонаправленной анизотропии в спиновых клапанах на основе FeMn [Teкст] / М.А.Миляев, Л. И.Наумова, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, Н.А.Кулеш, Е.И.Патраков, И.Ю. Каменский // ФММ. – 2016. – Т.117. – №12. – С.1227-1233.
- Сверхрешетки NiFeCo/Cu с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, Т.П.Криницина, Е.И.Патраков, В.В.Проглядо, Т.А.Чернышова, В.В.Устинов // ФТТ. – 2016. – Т.58. – Вып.10. – С.1940-1946.
- Температурная стабильность спиновых клапанов на основе синтетического антиферромагнетика и сплава Fe₅₀Mn₅₀ [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.А.Чернышова, Д.В.Благодатков, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №11. – С.1129-1135.
- Uniaxial anisotropy variations and the reduction of free layer coercivity in MnIr-based top spin valves [Teκct] / M.A.Milyaev, L.I.Naumova, N.S.Bannikova, V.V.Proglyado, I.K.Maksimova, I.Y.Kamensky, V.V. Ustinov // Applied Physics A. – 2015. – V.121. – P.1133–1137.
- Влияние отжига на магнитосопротивление и микроструктуру многослойных систем СоFe/Сu с различным буферным слоем [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Т.А.Чернышова, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №2. – С.165-170.
- Гигантское магнитосопротивление сверхрешеток CoFe/Cu с буферным слоем (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №10. – С.1040-1046.
- 9. Спиновые клапаны на основе Мп₇₅Ir₂₅ с управляемыми функциональными параметрами [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // Известия вузов. ЭЛЕКТРОНИКА. 2014. Т.108. №4. С.15-20.
- Ustinov, V.V. Interlayer coupling and magnetic anisotropy as key factors for creation of hysteresis-less spin valves [Tekct] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I. Naumova // SPIN. – 2014. – V.4. – No.1. – P.1440001-(1-9).
- Безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием [Текст] / Л.И.Наумова, М.А.Миляев, Н.Г.Бебенин, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Н.С.Банникова, В.В.Устинов // ФММ. – 2014. – Т.115. – №4. – С.376-383.
- Безгистерезисные спиновые клапаны с неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии [Текст] / Л.И.Наумова, М.А.Миляев, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФТТ. – 2014. – Т.56. – №6. – С.1082-1087.

- Sharp Angular Dependence of Free Layer Coercivity in Spin Valves with Ferromagnetic Interlayer Coupling [Tekct] / L.I.Naumova, M.A.Milyaev, N.G.Bebenin, T.A.Chernyshova, V.V.Proglyado, T.P.Krinitsina, N.S.Bannikova, I.Yu. Kamensky, V.V.Ustinov // Solid State Phenomena. – 2014. – V.215. – P.474-479.
- Top non-collinear spin valves with a composite free layer for hysteresis-free GMR sensors [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I.Naumova, T.P.Krinitsina, V.V.Proglyado, E.I. Patrakov // Journal of the Korean Physical Society. – 2013. – V.63. – P.663-666.
- Степень совершенства текстуры <111> и гистерезис магнитосопротивления в спиновых клапанах на основе MnIr [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Н.С.Банникова, А.М.Бурханов, В.В.Устинов // ФММ. – 2013. – Т.114. – №5. – С.419-426.
- Low hysteresis FeMn-based top spin valve [Текст] / V.V.Ustinov, T.P.Krinitsina, M.A.Milyaev, L.I.Naumova, V.V. Proglyado // Journal of Nanosciense and Nanotechnology. – 2012. – V.12. – No.9. – P.7558-7561.
- Высокочувствительный безгистерезисный спиновый клапан с композитным свободным слоем [Текст] / В.В.Устинов, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Н.С.Банникова, Т.П.Криницина // ФММ. – 2012. – Т.113. – №4. – С.363-371.
- Гигантские изменения магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешеток СоFe/Си при субнанометровой вариации толщины буферного слоя хрома [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, А.М.Бурханов, Н.С.Банникова, В.В.Устинов // ФММ. – 2011. – Т.112. – №2. – С.146-154.
- Giant drop of magnetic hysteresis with decreasing thickness of Cr-buffer layer of CoFe/Cu superlattices [Tekct] / M.A.Milyaev, L.I.Naumova, V.V.Proglyado, T.P.Krinitsina, N.S.Bannikova, V.V.Ustinov // Solid State Phenomena. – 2011. – V.168-169. – P.303-306.
- 20. Исследование методом КЭМС влияния термообработки на структуру интерфейсов в сверхрешетках Fe/Cr [Текст] / В.А.Цурин, Л.Н.Ромашев, М.А.Миляев, В.В.Устинов // Извести РАН. Серия физическая. 2007. Т.71. №9. С.1276-1279.
- Multi-stepwise GMR and layers magnetic reversal in uniaxial Fe/Cr superlattices [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P.Krinitsina, A.M.Burkhanov, V.V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter // Phys. Stat. Sol. (c). – 2006. – V.3. – Iss.5. – P.1249-1256.
- Multiple spin-flip transitions and stairs-like GMR in Fe/Cr superlattices with uniaxial inplain anisotropy [Tekct] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P.Krinitsina, A.M.Burkhanov, V.V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter // J. Magn. Magn. Mater. – 2006. – V.300. – Iss.1. –P.e281-e283.
- Layer magnetization evolution in Fe/Cr multilayer with uniaxial anisotropy [Текст] / H.J.Lauter, V.Lauter-Pasyuk, B.P.Toperverg, U.Rücker, M.Milyaev, L.Romashev, T.Krinitsina, V.Ustinov // Phisica B. Cond. Matter. – 2003. – V.335. – P.59-62.
- Влияние температуры роста на структуру межслойных границ сверхрешеток Fe/Cr [Текст] / Н.В.Багрец, Е.А.Кравцов, М.А.Миляев, Л.Н.Ромашев, А.В.Семериков, В.В.Устинов // Физика металлов и металловедение. – 2003. – Т.96. – №1. – С.88-93.
- In-plane magnetisation anisotropy of Fe/Cr superlattices with biquadratic exchange coupling [Teκcτ] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P.Krinitsina, E.A.Kravtsov // J. Magn. Magn. Mater. – 2001. – V.226-230. – P.1811-1813.
- 26. Ферромагнитный резонанс в многослойных структурах [Fe/Cr]n с неколлинеарным магнитным упорядочением [Текст] / А.Б.Дровосеков, Н.М.Крейнес, Д.И.Холин,

В.Ф.Мещеряков, М.А.Миляев, Л.Н.Ромашев, В.В.Устинов // Письма в ЖЭТФ. – 1998. – Т.67. – Вып.9. – С.690-695.

- 27. Тонкая структура сверхрешеток Fe/Cr с неколлинеарным упорядочением магнитных моментов слоев железа, эпитаксиально выращенных на (101)Al₂O₃ [Teкст] / В.В.Устинов, Т.П.Криницина, В.В.Попов, В.Г.Пушин, А.М.Бурханов, М.А.Миляев, В.И.Минин, А.А.Панкратов, А.В.Семериков // ФММ. 1997. Т.84, №4. С.161-171.
- Magnetoresistance and magnetization of Fe/Cr (001) superlattices with noncollinear magnetic ordering [Teкст] / V.V.Ustinov, N.G.Bebenin, L.N.Romashev, V.I.Minin, M.A.Milyaev, A.R.Del, A.V.Semerikov // Phys. Rev. B. – 1996. – V.54. – №22. – P.15958-15966.
- Magnetization processes in multiaxial antiferromagnets [Текст] / К.В.Vlasov, R.I.Zainullina, M.A.Milyaev, V.V.Ustinov // J. Magn. Magn. Mater. – 1995. – Iss.3. – P.305-314.
- Четные гальваномагнитные эффекты в магнитомногоосных антиферромагнетиках. Температурные зависимости [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев, В.В.Устинов // ЖЭТФ. – 1995. – Т.108. –Вып.6(12). – С.2125-2131.
- Четные гальваномагнитные эффекты в магнитомногоосных антиферромагнетиках [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев, В.В.Устинов // ЖЭТФ. – 1993. – Т.104. – Вып.6(12). – С.4081-4093.
- Власов, К.Б. Процессы намагничивания многоосного антиферромагнетика Fe0.95C00.05Ge2 [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ФММ. – 1993. – T.5. – C.65-70.
- Власов, К.Б. Кривые намагничивания антиферромагнетиков с несколькими осями антиферромагнетизма. Необратимые процессы [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ЖЭТФ. – 1992. – Т.101. –С.1300-1311.
- Власов, К.Б. Кривые намагничивания антиферромагнетиков с несколькими осями антиферромагнетизма [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ЖЭТФ. – 1991. – Т.99. – Вып.1. – С.300-312.

Благодарности

В заключении считаю своим приятным долгом выразить огромную благодарность научному консультанту, академику, д.ф.-м.н, профессору В.В. Устинову за многолетнее плодотворное руководство исследованиями в области магнитных наноструктур и спинтроники, содействие и решение многочисленных организационных вопросов, касающихся создания необходимой современной экспериментальной базы для приготовления и исследования наноструктур, за всестороннюю поддержку и помощь в подготовке диссертации.

Хочу выразить благодарность моей коллеге Наумовой Л.И. за постоянную помощь в проведении исследований и подготовке публикаций, а также сотрудникам сектора «Нанотехнологий спинтроники» Проглядо В.В., Банниковой Н.С., Каменскому И.Ю, Патракову Е.И., Максимовой И.К., Чернышовой Т.А, Павловой А.Ю и Благодаткову Д.В. за помощь в подготовке магнитных наноструктур, решение задач литографии и других вопросов, касающихся проведения экспериментальных исследований. Огромное спасибо выражаю Кринициной Т.П. за исследования приготовленных нами образцов методами электронной микроскопии.

Выражаю благодарность моим коллегам из числа сотрудников лаборатории электрических явлений Зайнуллиной Р.И. за хорошую экспериментальную школу и плодотворное сотрудничество, а также Бебенину Н.Г. за интересные дискуссии, знакомство с текстом диссертации и полезные критические замечания, Сидун Н.Н. за помощь в оформлении работы.

Отдельно хотелось бы поблагодарить Ромашева Л.Н. за решение организационных вопросов в лаборатории электрических явлений и совместную многолетнюю работу по синтезу и исследованию сверхрешеток Fe/Cr.

Особую благодарность выражаю моей семье и родственникам за понимание и постоянную поддержку.

Список сокращений и условных обозначений

- АМС анизотропное магнитосопротивление;
- ГМС гигантское магнитосопротивление;
- ТМС туннельное магнитосопротивление;
- ФМ ферромагнетик;
- АФМ антиферромагнетик;
- ПМ парамагнетик;
- χ_{\parallel} параллельная восприимчивость
- χ_{\perp} перпендикулярная восприимчивость
- σ внутренние напряжения
- M_s намагниченность насыщения
- *H*_s поле магнитного насыщения
- ℓ длина свободного пробега электронов проводимости
- T_{an} температура отжига
- ГЦК гранецентрированная кубическая
- ОЦК объемноцентрированная кубическая
- ООА ось однонаправленной анизотропии
- ОЛН ось легкого намагничивания
- Н₁ поле межслойного взаимодействия
- Н_А поле одноосной анизотропии
- $M^{\,f}_{\,sat}$ намагниченность насыщения свободного слоя
- *М*^{*p*}_{*sat*} намагниченность насыщения закрепленного слоя
- FWHD полная ширина на полувысоте брегговского рефлекса
- PD (pinning direction) направление оси однонаправленной анизотропии
- *Т*_{*b*} температура блокировки
- САФ синтетический антиферромагнетик
- ТМО термомагнитная обработка
- CIP (current-in-plane) геометрия протекания тока в плоскости пленки

ЛИТЕРАТУРА

- Roth, W. L. Neutron and Optical Studies Domains in NiO [Tekct] / W.L.Roth // J. Appl. Phys. – 1960. – V.31. – P.2000.
- Yamada, T. The Effect of Electron-Electron Interaction on the Nuclear Spin Relaxation in Metals [Текст] / Т.Yamada // J. Phys. Soc. Jap. – 1964. – V.21. – P.650; 1963. – V.18. – P.520.
- Yamada, T. Magnetic Anisotropy, Magnetostriction, and Magnetic Domain Walls in NiO. II. Experiment [Текст] / Т.Yamada, Sh.Saito, Y.Shimomura // J. Phys. Soc. Jap. – 1966. – V.21. – P.672.
- X-ray microdiffraction images of antiferromagnetic domain evolution in chromium [Текст] / P.G.Evans [et al.] // Science. – 2002. – V.295. – P.1042-1045.
- Observation of antiferromagnetic domains in epitaxial thin films [Текст] / A.Scholl, J.Stohr, J. Luning [et al.] // Science. – 2000. – V.287. – P.1014-1016.
- Continuum theory and phase-field simulation of magnetoelectric effects in multiferroic bismuth ferrite [Teκcτ] / L.J.Li, Y.Yang [et al.] // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. – 2010. – V.58. – P.1613-1627.
- 7. Боровик–Романов, А.С. Антиферромагнетизм. / Антиферромагнетизм и ферриты [Текст] / А.С.Боровик–Романов // М.-1962.-С.7-118. (Итоги науки. Физ.-мат. Науки).
- Боровик-Романов, А.С. Лекции по низкотемпературному магнетизму [Текст] / А.С.Боровик-Романов // М.: Изд-во ООО Цифровичок, 2010. – 55 с.
- Туров, Е. А. Кинетические, оптические и акустические свойства антиферромагнетиков [Текст] / Е.А. Туров // Свердловск, 1990. – 134 с.
- Туров, Е.А. Симметрия и физические свойства антиферромагнетиков [Текст] / Е.А.Туров, А.В.Колчанов. [и др.] // М.: Физматлит, 2001. 559 с.
- Вонсовский, С.В. Магнетизм [Текст] / С.В.Вонсовский // М.: Изд-во Наука, гл. ред. физ.-мат. лит., 1971. – Гл. 22. – §5-6.
- Фарзтдинов, М.М. Структура антиферромагнетиков [Текст] / М.М.Фарзтдинов // УФН. – 1964. – 84. – С.611.
- Фарзтдинов, М.М. Домены и S-доменные границы в антиферромагнетиках [Текст] / М.М. Фарзтдинов // Физика металлов и металловедение. – 1965. – Т.19. – С.6321; Изв. АН СССР: Сер. Физ. – 1964. – Т.28. – С.590.
- Фарзтдинов, М.М. О доменной структуре редкоземельных ортоферритов [Текст] / М.М.Фарзтдинов, С.Д.Мальгинова // ФТТ. – 1970. – Т.12. – С.2955-2962.

- Сабитов, Р.М. Двойниковая доменная структура в антиферромагнетиках типа NiO [Текст] / Р.М. Сабитов, М.М. Фарзтдинов // ФТТ. – 1970. – Т.12. – С.1661; Тр. Междунар. конф. по магнетизму. 1973, М., 1974. - Т.6.
- Mitsek, A.I. Domain Structure of Uniaxial Antiferromagnets. The Problem of Nucleation [Tekct] / A.I. Mitsek, P.F. Gaidanski, V.N. Pushkar // Phys. Stat. Sol. – 1970. – V.38. – P.69.
- Барьяхтар В.Г. // Труды Международной конференции по магнетизму. 1973. М. 1974. – Т.6.
- Фарзтдинов, М. М. Физика магнитных доменов в антиферромагнетиках и ферритах / М. М. Фарзтдинов. –М.: Из–во Наука, 1981. – 176 с.
- Мицек, А.И. Метастабильные состояния одноосных антиферромагнетиков [Текст] / А.И. Мицек, Н.П. Колмакова, П.Ф. Гайданский // ФТТ. – 1969. – Т.11. – С.1258.
- 20. Shapira Y. // Phys.Rev. 1969. V.189. P.589; J Appl. Phys. 1971. V.42. P.1588.
- Shapira, Y. Magnetic Phase Diagram of MnF₂ from Ultrasonic and Magnetization Mesurements [Текст] / Y.Shapira, S.Foner // Phys. Rev. B. – 1970. – V.1. – №7. – Р.3083-3096.
- Барьяхтар, В.Г. Теория промежуточного состояния антиферромагнетиков при фазовом переходе первого рода во внешнем магнитном поле [Текст] / В.Г.Барьяхтар, А.А.Галкин, В.А.Попов // Письма в ЖЭТФ. – 1969. – Т.9. – С.634; ЖЭТФ. – 1972. – Т.62. – С.2233.
- Mitsek, A.I. The Influence of Domain Structure on the Magnetic Properties of Hematite [Teκct] / A.I. Mitsek, P.F.Gaidanski // Phys. stat. sol. (a). – 1971. – T.42. – P.319.
- Кондорский, Е.И. К вопросу о природе коэрцитивной силы и необратимых изменениях при намагничении [Текст] / Е.И. Кондорский // ЖЭТФ. – 1937. – Т.7. – С.1117.
- 25. Brown, W.F. Theory of Reversible Magnetization in Ferromagnetics [Текст] / W.F. Brown
 // Phys. Rev. 1939. V.55. P.568.
- Власов, К.Б. Кривые намагничивания антиферромагнетиков с несколькими осями антиферромагнетизма [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ЖЭТФ. – 1991. – Т.99. – Вып.1. – С.300-312.
- 27. Magnetization processes in multiaxial antiferromagnets [Текст] / K.B.Vlasov,
 R.I.Zainullina, M.A.Milyaev, V.V.Ustinov // J. Magn. Magn. Mater. 1995. Iss.3. –
 P.305-314.

- Власов, К.Б. Кривые намагничивания антиферромагнетиков с несколькими осями антиферромагнетизма. Необратимые процессы [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ЖЭТФ. – 1992. – Т.101. – С.1300-1311.
- Штольц А.К. О фазовых составляющих системы железо германий: диссертация / Штольц А.К. – УПИ. Свердловск, 1963.
- Magnetic Structure and critical properties of FeGe₂ [Текст] / L.M.Corliss, J.M.Hastings,
 W.Kunnmann, R.Thomas, J.Zhuang // Phys. Rev. B. 1985. V.31. N7. P.4337.
- Магнитные фазовые превращения в FeGe₂ [Текст] / Ю.А.Дорофеев, А.З.Меньшиков, Г.Л.Будрина, В.Н.Сыромятников // ФММ. – 1987. – Т.63. – N6. – С.1110-1120.
- Кренцис, Р.П. Об анизотропии термического расширения дигерманида железа [Текст] / Р.П.Кренцис, А.В.Михельсон, П.В. Гельд // ФТТ. – 1970. – Т.12. – Вып.3. – С.933-934.
- Михельсон, А.В. Антиферромагнитное превращение в дигерманиде железа [Текст] / Михельсон А.В., Кренцис Р.П., Гельд П.В. // ФТТ. – 1970. – Т.12. – Вып.8. – С.2470-2472.
- Упругие постоянные дигерманида железа [Текст] / Г.П.Зиновьева, А.В.Михельсон, Л.П.Андреева, Р.П.Кренцис, П.В. Гельд // ФТТ.–1972. – Т.14. – Вып.5. – С.1578-1581.
- Сачков, И.Н. Исследование магнитной структуры FeGe₂ методом ЯГР [Текст] / И.Н.Сачков, Р.П.Кренцис, П.В. Гельд // ФТТ. 1977. Т.19. Вып.9. С.1819-1821.
- Пиратинская, И.И. Магнитная восприимчивость неколлинеарного антиферромагнетика FeGe₂ [Текст] / И.И.Пиратинская, А.В.Михельсон, Р.П. Кренцис // ФТТ. – 1979. – Т.21. – Вып.6. – С.1833-1834.
- Магнитные свойства FeGe₂ [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, Н.Г.Бебенин, И.И. Пиратинская // ФММ. – 1982. – Т.53. – №4. – С.722-726.
- 38. Michelson, A. Phase diagrams near the Lifshitz point [Текст] / A.Michelson // Phys. Rev.
 B. 1977. V.16. No1. P.577-584; No11. P.5121-5124.
- Температурные осцилляции внутреннего трения монокристалла FeGe₂ [Текст] / К.Б.Власов, Е.В.Устелемова, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев, С.В. Устелемов // ФТТ. 1990. Т.32. №5. С.1385-1389.
- 40. Kren, E. Antiferromagnetic structure of FeGe₂ [Текст] / E.Kren, P.Szabo // Phys. Letters. 1964. V.11. P.215-216.
- 41. Magnetic structure in the iron germanium system [Текст] / N.S.S.Murthy, R.J.Begum,
 C.S.Somanathan, M.R.L.N.Murthy // Sol. State. Comm. 1965. V.3. P.113-116.
- 42. Forsyth, J.B. The magnetic structure and hyperfine field of FeGe₂ [Текст] / J.B.Forsyth, C.E.Johnson, P.J.Brown // Phil.Mag. 1964. №10. Р.713-721.

- 43. Повзнер, А.А. К магнитной структуре дигерманида железа [Текст] / А.А.Повзнер,
 Р.П.Кренцис, П.В.Гельд // ФТТ. 1976. Т.18. №9. С.2788-2790.
- 44. Soliom J., Kren E. // Sol. St. Commun. 1966. V.4. P.255-256.
- Пиратинская, И.И. Упругие и магнитные характеристики дигерманида железа: диссертация / Пиратинская И.И. – УПИ. Свердловск, 1979.
- 46. Магнитная восприимчивость твердых растворов Fe_{1-x}Co_xGe₂ [Текст] / И.И.Пиратинская, Р.П.Кренцис, А.В.Михельсон, П.В.Гельд // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1975. Т.11. С.211-213.
- 47. Franus-Muir, E. Magnetostiction of antiferromagnetic FeGe₂ [Текст] / E.Franus-Muir,
 E.Fawcett, P V.luzhnikov // Sol. St. Commun. 1984. V.52. P.615.
- 48. Власов, К.Б. Процессы намагничивания многоосного антиферромагнетика Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев // ФММ. – 1993. – T.5. – C.65-70.
- 49. Анизотропия упругих постоянных Fe_{0.95}Co_{0.05}Ge₂ [Текст] / И.И.Пиратинская, Г.П.Зиновьева, А.В.Михельсон, Р.П.Кренцис // Труды вузов РСФСР. Физика металлов и их соединений. – 1978. – Вып.6. – С.67-73.
- Шамсутдинов, М.А. Колебания 90-градусных доменных стенок в тетрагональном антиферромагнетике [Текст] / М.А.Шамсутдинов, Б.Н.Филиппов, А.Т. Бикмеев // Вестник Башкирского университета. – 1996. – №1. – С.20-24.
- 51. Бикмеев, А.Т. Доменная структура тетрагонального антиферромагнетика в магнитном поле [Текст] / А.Т.Бикмеев, М.А.Шамсутдинов, Б.Н. Филиппов // Вестник Башкирского университета. – 1998. – №1. – С.19-21.
- Доменная структура в двухосном антиферромагнетике с неоднородными внутренними напряжениями [Текст] / М.А.Шамсутдинов, Б А.Т.икмеев, Б.Н.Филиппов, АЛ.Халфина // ФММ. – 1999. – Т.88. – №4. – С.33-45.
- Domain structure of a tetragonal antiferromagnet [Текст] / M.A.Shamsutdinov, A.T.Bikmeyev, B.N.Filippov, A.A.Khalfina // J. Magn. Magn. Mater. – 2001. – V.224. – Iss.1. – P.93-105.
- 54. Туров, Е.А. Физические свойства магнитоупорядоченных кристаллов [Текст] / Е.А.Туров // М.: Изд-во АН СССР, 1963, 224 с.
- 55. К.Б. Власов, Е.А. Розенберг, Е.А. Туров, В.Г. Шавров, в сб. Динамические и кинетические свойства магнетиков, под ред. С. В. Вонсовского, Е. А. Турова, Наука, Москва (1986), с. 42.

- 56. Четные гальваномагнитные эффекты в магнитомногоосных антиферромагнетиках [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев, В.В.Устинов // ЖЭТФ. – 1993. – Т.104. – Вып.6(12). – С.4081-4093.
- 57. Сачков, И.Н. Биквадратичный обмен в FeGe₂ [Текст] / И.Н.Сачков, Р.Н.Кренцис, П.В.Гельд // ФТТ. 1979. Т.21. С.607-610.
- Четные гальваномагнитные эффекты в магнитомногоосных антиферромагнетиках. Температурные зависимости [Текст] / К.Б.Власов, Р.И.Зайнуллина, М.А.Миляев, В.В.Устинов // ЖЭТФ. – 1995. – Т.108. – Вып.6(12). – С.2125-2131.
- 59. Baibich, M.N. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices [Текст]
 / M.N.Baibich, J.M.Broto, A.Fert, F.Nguyen Van Dau, F.Petroff, P.Etienne, G.Creuzet, A.Friederich, J.Chazelas // Phys. Rev. Lett. 1988. V.61. No21. P.2472 –2475.
- Barthélémy, A. Giant magnetoresistance in magnetic multilayers, in Handbook of magnetic materials 12 [Текст] / A.Barthélémy, A.Fert, F. Petroff; ed. by K.H.J. Buschow.
 Amsterdam: Elsevier B.V. 1999. P.1–98.
- Bürgler, D.E. Interlayer Exchange Coupling in Layered Magnetic Structures, in Handbook of magnetic materials 13 [Текст] / D.E.Bürgler, E.Grünberg, S.O.Democritov, M.T.Johnson; ed. by K.H.J. Buschow. Amsterdam: Elsevier B.V. 2001. P.1-86.
- 62. Tumanski, S. Thin Film Magnetoresistive Sensors [Текст] / S.Tumanski. Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, 2001. 441 p.
- 63. Wetzig, K. Metal Based Thin Films for Electronics [Текст] / К.Wetzig, C.M.Schneider. –
 Weinheim: WILEY-VCH, 2003. 378 р.
- 64. Gayanath, W.F. Metallic Multilayers and their Applications. Theory, Experiments, and Applications related to Thin Metallic Multilayers [Teκcτ] / Gayanath W. Fernando; ed. by Prasanta Misra, Department of Physics, University of Houston, Houston, TX, USA. – 2008. – 220 p.
- Shinjo, T. Nanomagnetism and Spintronics [Текст] / T.Shinjo. Amsterdam: Elsevier B.V. – 2009. – 346 p.
- 66. Parkin, S.S.P. Oscillatory magnetic exchange coupling through thin copper layers [Текст] / S.S.P.Parkin, R.Bhadra, K.P.Roche // Phys. Rev. Lett. 1991. V.66. P.2152 2155.
- 67. 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 [Teκct] / S.S.PParkin // Phys. Rev. Lett. 1991. V. 67. P.3598.
- Oscillatory interlayer exchange and magnetoresistance in Fe/Cu multilayers [Текст] / F.Petroff, A.Barthélémy, D.H.Mosca, D.K.Lottis, A.Fert, P.A.Schroeder, W.P.Pratt, R.Loloee, S.Lequien // Phys. Rev. B. – 1991. – V.44. – P.5355.

- 69. Oscillatory interlayer coupling and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers [Текст] / D.H.Mosca, F.Petroff, A.Fert, P.Schroeder, W.P.Pratt, R.Loloee // J. Magn. Magn. Mater. 1994. V.94. №1-2. P.L1–L5.
- Oscillatory interlayer exchange coupling of Co/Ru multilayers investigated by Brillouin light scattering [Teκct] / J.Fassbender, F.Norteman, R.L.Stamps, R.E.Camley, B.Hillebrands, G.Guntherodt // Phys. Rev. B. 1992. V.46. P.5810.
- Perpendicular anisotropy and antiferromagnetic coupling in Co/Ru strained superlattices
 [Текст] / K.Ounadjela, D.Miller, A.Dinia, A.Arbaoui, P.Panissod, G. Suran // Phys. Rev.
 B. 1992. V.45. P.7768.
- Huai, Y. Effect of annealing on magnetic and structural properties of Co/Re superlattices
 [Teκct] / Y. Huai, R.W.Cochrane // J. Appl. Phys. 1992. V.72. P.2523.
- Zhang, J. Conductivity and magnetoresistance of magnetic multilayered structures [Teκct] / J.Zhang, P.M.Levy, A.Fert // Phys. Rev. B. – 1992. – V.45. – P.8689.
- 74. Bloeman, P.J.H. Interlayer exchange coupling and magnetoresistance in FM/Os/FM trilayers [Teκcτ] / P.J.H.Bloeman, W.J.M. de Jonge, R.Coehoorn // J. Magn. Magn. Mater. 1993. V.121. P.306.
- 75. Coehoorn, R. Composition dependence of the magnetoresistance and the oscillatory exchange interaction in Fe-Co-Ni/Cu (fcc, 100) multilayers [Teκct] / R.Coehoorn, J.P.W.B.Duchateau // J. Magn. Magn. Mater. – 1993. – V.123. – P.390–393.
- 76. Unguris, J. Determination of the Exchange Coupling Strengths for Fe/Au/Fe [Текст] / J.Unguris, R.J.Celotta, D.T.Pierce // Phys. Rev. Lett. 1997. V.79. P.2734.
- Ustinov, V.V. Correlation of giant magnetoresistance and magnetization of metallic superlattices [Teκct] / V.V.Ustinov // Zh. Eksp. Teor. Fiz. – 1994. – V.106. – P.207–216.
- Ustinov, V.V. Correlation between giant magnetoresistance and magnetization in metallic superlattices: a comparison of perpendicular and in-plane geometries [Teκcτ] / V.V.Ustinov, E.A.Kravtsov // J. Magn. Magn. Mater. – 1995. – V.48. – P.307–308.
- Parkin, S.S.P. Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers [Текст] / S.S.P. Parkin, Z.G.Li, D.J.Smith // Appl. Phys. Lett. 1991. V.58. P.2710.
- Giant magnetoresistance and oscillatory exchange coupling in disordered Co/Cu multilayers [Текст] / C.H.Marrows, N.Wiser, B.J.Hickey, T.P.A.Hase, B.K.Tanner // J. Phys.: Condens. Matter. – 1999. – V.11. – P.81–88.
- Contactless magnetoresistance studies of Co/Cu multilayers using the infrared magnetorefractive effect [Текст] / M.Vopsaroiu, D.Bozec, J.A.D.Matthew, S.M.Thompson, C.H.Marrows, M.Perez // Phys. Rev. B. – 2004. – V.70. – P.214423.

- Dominant role of the size effect for saturation resistivity and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers [Текст] / D.Elefant, D.Tietjen, L. van Loyen, I.Moench, C.M.Schneider // J. Appl. Phys. – 2001. – V.89. – №11. – P.7118-7120.
- 83. Magnetoresistance of Co_X/Cu (X = Fe, Ni) multilayers [Текст] / H.Kano, Y.Iwasaki,
 K.Hayashi, K.Aso // J. Magn. Magn. Mater. 1993. V.126. P.445–447.
- Kuch, W. Seeded epitaxy of Co₉₀Fe₁₀/Cu multilayers on MgO(001):Influence of Fe seed layer thickness [Teкст] / W.Kuch, A.C.Marley, S.S.P.Parkin // J. Appl. Phys. 1998. V.83. №9. P.4709–4713.
- 85. Schad, R. Giant magnetoresistance in Fe/Cr superlattices with very thin Fe layer [Текст] / R.Schad // Appl. Phys. Lett. 1994. V.64. P.3500-3502.
- Strong biquadratic coupling and antiferromagnetic-ferromagnetic crossover in NiFe/Cu multilayers [Текст] / K.Pettit, S.Gider, S.S.P.Parkin, M.B.Salamon // Phys. Rev. B. – 1997. – V.56. – №13. – P.7819-7822.
- 87. Barthélémy, A. Theory of the magnetoresistance in magnetic multilayers: Analytical expressions from a semiclassical approach [Текст] / A.Barthélémy, A.Fert // Phys. Rev. B. 1991. V.43. P.13124.
- 88. Tsymbal, E.Y. Perspectives of Giant Magnetoresistance [Текст] / E.Y.Tsymbal,
 D.G.Pettifor // Sol. St. Phys. 2001. V.56. P.113-237.
- Магнитная анизотропия Co/Cu/Co пленок с косвенной обменной связью [Текст] / А.В.Огнев, А.С.Самардак, Ю.Д.Воробъев, Л.А.Чеботкевич // ФТТ. – 2004. – Т.46. – Вып.6. – С.1054-1057.
- 90. Чеботкевич, Л.А. Коэрцитивная сила и наведенная анизотропия многослойных пленок [Текст] / Л.А.Чеботкевич, Ю.П.Иванов, А.В.Огнев // ФТТ. – 2007. – Т.49. – Вып.11. – С.2039–2044.
- 91. Тонкая структура сверхрешеток Fe/Cr с неколлинеарным упорядочением магнитных моментов слоев железа, эпитаксиально выращенных на (101) Al₂O₃ [Teкст] / В.В.Устинов, Т.П.Криницина, В.В.Попов, В.Г.Пушин, А.М.Бурханов, М.А.Миляев, В.И.Минин, А.А.Панкратов, А.В.Семериков // ФММ. 1997. Т.84. №4. С.161-171.
- 92. Unguris, J. Effect of roughness, frustration, and antiferromagnetic order on magnetic coupling of Fe/Cr multilayers [Tekct] / J.Unguris, R.J.Celotta, M.D.Stiles // J. Magn. Magn. Mater. 1999. V.200. P.290-321.
- 93. Atomic scale observations of alloying at the Cr-Fe(00l) inter¬face [Текст] / A.Davies, J.A.Stroscio, D.T.Pierce, R.J.Celotta // Phys. Rev. Lett. 1996. V.76. №22. P.4175-4178.

- 94. Heinrich, B. Interface alloying at Fe/Cr interfaces and its role in exchange cou¬pling, angular resolved Auger electron, magneto-optic Kerr effect, and Brillouin light scattering studies [Teκct] / B.Heinrich, J.F.Cochran, D.Venus et al. // J. Appl. Phys. 1996. V.79. №8. P.4518-4523.
- 95. Exchange coupling through spindensity waves in Cr(001) structures: Fewhisker/Cr/Fe(001) studies [Teκcτ] / B.Heinrich, J.F.Cochran, T.Monchesky, R.Urban // Phys. Rev. B. – 1999. – V.59. – №22. – P.14520-14530.
- 96. Surface alloy formation of Fe on Cr(100) studied by scanning tunneling microscopy [Tekct] / Y.J.Choi, I.C.Jeond, J.Y.Park, S.J.Kahng, J.Lee, Y.Kuk // Phys. Rev. B. 1999. V.59. №16. P.10918-10922.
- 97. Влияние температуры роста на структуру межслойных границ сверхрешеток Fe/Cr [Текст] / Н.В.Багрец, Е.А.Кравцов, М.А.Миляев, Л.Н.Ромашев, А.В.Семериков, В.В.Устинов // ФММ. – 2003. – Т.96. – №1. – С.88-93.
- 98. Effect of interface structure on magnetic and magnetoresistive properties of Fe/Cr multilayers [Текст] / V.V.Ustinov, L.NRomashev, T.P. Krinitsina, E.A.Kravtsov, M.A.Milyaev, A.V.Semerikov, V.A.Tsurin, N.V.Kourtina // J. Magn. Magn. Mater. – 2002. – V.240. – P.511-513.
- 99. Kohn, V.G. On the theory of reflectivity by an X-ray multilayer mirror [Текст] / V.G.Kohn
 // Phys. stat. sol. (b). 1995. V.187. P.61-70.
- 100. Nevot, L. Characterisation des surfaces par reflexion rasante de rayons X [Текст] / L.Nevot, P.Croce // Revue Phys. Appl. 1980. V.15. P.761-779.
- 101. Magnetic off-specular neutron scattering from Fe/Cr multilayers [Текст] / V.Lauter-Pasyuk, H.Lauter, B.Toperverg, O.Nikonov, E.Kravtsov, M.Milyaev, L.Romashev, V.Ustunov // Physica B. – 2000. – V.283. – P.194–198.
- 102. Исследование атомной и магнитной структуры сверхрешеток Fe/Cr методом мёссбауэровской спектроскопии [Текст] / В.В.Устинов, В.А.Цурин, Л.Н.Ромашев, В.В.Кононихина, В.В.Овчинников // Изв. РАН. Сер. Физ. – 2005. – Т.69. – №10. – С.1449-1454.
- 103. Исследование методом КЭМС влияния термообработки на структуру интерфейсов в сверхрешетках Fe/Cr [Текст] / В.А.Цурин, Л.Н.Ромашев, М.А.Миляев, В.В.Устинов // Извести РАН. Серия физическая. – 2007. – Т.71. – №9. – С.1276-1279.
- 104. Мессбауэровское исследование процесса формирования слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr [Текст] / В.А.Цурин, Л.Н.Ромашев, В.В.Устинов, А.П.Танкеев, В.В.Овчинников // Письма в ЖТФ. 2009.– Т.35. Вып.3. С.74-81.

- 105. Цурин, В.А. Мессбауэровское исследование пространственной дисперсии намагниченности интерфейсов сверхрешеток Fe/Cr [Текст] / В.А.Цурин, Л.Н.Ромашев, В.В.Устинов // Извести РАН. Серия физическая. – 2010. – Т.74. – №3. – С.382-387.
- 106. Noncollinear and collinear magnetic structures in exchange coupled Fe/Cr(001) superlattices [Tekct] / A.Schreyer, J.F.Ankner, Th.Zeidler, H.Zabel, M.Schäfer, J.A.Wolf, P.Grünberg, C.F.Majkrzak // Phys. Rev. B. – 1995. – V.52. – P.16066.
- 107. Magnetic Structure of Cr in Exchange Coupled Fe/Cr(001) Superlattices [Текст] / A.Schreyer, C.F.Majkrzak, Th.Zeidler, T.Schmitte, P.Bödeker, K.Theis-Bröhl, A.Abromeit, J.A.Dura, T.Watanabe // Phys. Rev. Lett. 1997. V.79. P.4914.
- 108. Fullerton, E.E. Interplay between biquadratic coupling and the Néel transition in Fe/Cr₉₄Fe₆(001) superlattices [Текст] / E.E.Fullerton, C.H.Sowers, S.D.Bader // Phys. Rev. B. – 1997. – V.56. – P.5468.
- 109. Slonczewski, J.C. Overview of interlayer exchange theory [Текст] / J.C.Slonczewski // J. Magn. Magn. Mater. – 1995. – V.150. – P.13.
- 110. Меньшов, В.Н. Неколлинеарные магнитные состояния в мультислоях типа железохром [Текст] / В.Н.Меньшов, В.В.Тугушев // ЖЭТФ. – 2002. – Т.122. – Вып.5(11). – С.1044-1059.
- Magnetoresistance and magnetization of Fe/Cr (001) superlattices with noncollinear magnetic ordering [Текст] / V.V.Ustinov, N.G.Bebenin, L.N.Romashev, V.I.Minin, M.A.Milyaev, A.R.Del, A.V.Semerikov // Phys. Rev. B. 1996. V.54. №22. P.15958-15966.
- 112. Зависимость магнитосопротивления сверхрешеток Fe/Cr от ориентации внешнего магнитного поля [Текст] / В.В.Устинов, Л.Н.Ромашев, В.И.Минин, А.В.Семериков, А.Р.Дель // ФММ. – 1995. – Т.80. – №2. – С.71-80.
- In-plane magnetisation anisotropy of Fe/Cr superlattices with biquadratic exchange coupling [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P Krinitsina, E.A.Kravtsov // J. Magn. Magn. Mater. – 2001. – V.226-230. – P.1811-1813.
- 114. Demokritov, S.O. Biquadratic interlayer coupling in layered magnetic systems [Текст] / S.O. Demokritov // J. Phys. D: Appl. Phys. 31, 925 (1998).
- 115. Fonseca, T.L. Almeida Equilibrium configuration of magnetic trilayers [Текст] / T.L. Fonseca, N.S. Almeida // Phys. Rev. B 57, 76 (1998).
- 116. Kostyuchenko, V.V. Field-induced spin-reorientation transitions in magnetic multilayers with cubic anisotropy and biquadratic exchange / V.V. Kostyuchenko, A.K.Zvezdin // Phys. Rev. B 57, 5951 (1998).

- 117. Ферромагнитный резонанс в многослойных структурах [Fe/Cr]n с неколлинеарным магнитным упорядочением [Текст] / А.Б.Дровосеков, Н.М.Крейнес, Д.И.Холин, В.Ф.Мещеряков, М.А.Миляев, Л.Н.Ромашев, В.В.Устинов // Письма в ЖЭТФ. – 1998. – Т.67. – Вып.9. – С.690-695.
- 118. Inhomogeneous FMR modes in [Fe/Cr](n) superlattices with a strong biquadratic coupling [Текст] / A.B.Drovosekov, D.I.Kholin, N.M.Kreines, V.F.Mescheriakov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, V.V.Ustinov // The Physics of Metals and Metallography. 2001. V.91. Suppl.1. P.S38-S41.
- Magnetic neutron off-specular scattering for the direct determination of the coupling angle in exchange couple multilayers [Tekct] / V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter, B.Toperverg, O.Nikonov, E.Kravtsov, M.A.Milyaev, L.Romashev, V.Ustinov // J. Magn. Magn. Mater. - 2001. - V.226-230. - P.1694-1696.
- 120. Domains and interface roughness in Fe/Cr multilayers: influence on the GMR effect [Tekct] / H.Lauter, V.Lauter-Pasyuk, B.Toperverg, L.Romashev, M.Milyaev, T.Krinitsina, E Kravtsov, V.Ustinov, A.Petrenko, V.Aksenov // J. Magn. Magn. Mater. – 2003. – V.258-259. – P.338-341.
- 121. Ordering in magnetic multilayers by off-specular neutron scattering [Текст] / V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter, B.Toperverg, L.Romashev, M.Milyaev, A.Petrenko, V.Aksenov, V.Ustinov // J. Magn. Magn. Mater. – 2003. – V.258-259. – P.382-387.
- 122. Hellwig, O. Domain Walls in Antiferromagnetically Coupled Multilayer Films [Текст] / O.Hellwig, A.Berger, E.Fullerton // Phys. Rev. Lett. 2003. V.91. P.197203.
- 123. A new phase diagram for layered antiferromagnetic films [Текст] / O.Hellwig, T.L.Kirk, J.B.Kortright, A.Berger, E.E.Fullerton // Nature Mater. 2003. V.2. P.112.
- 124. Hellwig, O. Magnetic reversal and domain structure in perpendicular AF-coupled films
 [Tekct] / O.Hellwig, A.Berger, E.E.Fullerton // J. Magn. Magn. Mater. 2005. V.290/291. P.1.
- 125. Spin engineering with Fe–Au monolayers [Текст] / T.Ślezak, W.Karaś, K.Krop, M.Kubik,
 D.Wilgocka-Ślezak, N.Spiridis, J.Korecki // J. Magn. Magn. Mater.–2002.–V.240. P.362.
- 126. Observation of the domain structure in Fe–Au superlattices with perpendicular anisotropy [Tekct] / M.Żołądź, T.Slezak, D.Wilgocka-Slezak, N.Spiridis, J.Korecki, T.Stobiecki, K.Röll // J. Magn. Magn. Mater. – 2004. – V.272-276. – P.1253.
- 127. Willekens, M.M.H. Magnetic Ultrathin Films: Multilayers and Surface, Interfaces and Characterization; ed. by B.T. Jonker et al., MRS Symp. Proc. – No. 313. – Materials Research Society. – Pittsburg. – 1993. – P.129.

- 128. Hellwig, O. Magnetic phase separation in artificial *A*-type antiferromagnetic films [Текст]
 / O. Hellwig, A.Berger, E.E.Fullerton // Phys. Rev. B. 2007. V.75. P.134416.
- 129. Rößler, U.K. Synthetic metamagnetism magnetic switching of perpendicular antiferromagnetic superlattices [Tekct] / U.K.Rößler, A.N. Bogdanov // J. Magn. Magn. Mater. – 2004. – V.269. – P.L287.
- Parkin, S.S.P. Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr [Текст] / S.S.P.Parkin, N.More, K.P.Roche // Phys. Rev. Lett. – 1990. – V.64. – P.2304.
- 131. Fullerton, E.E. Oscillatory interlayer coupling and giant magnetoresistance in epitaxial Fe/Cr (211) and (100) superlattices [Текст] / E.E.Fullerton, M.J.Conover, J.E.Mattson, C.H.Sowers, S.D.Bader // Phys. Rev. B. – 1993. – V.48. – №21. – P.15755.
- 132. Orientation dependence of interlayer coupling and interlayer moments in Fe/Cr multilayers
 [Tekct] / M.A.Tomaz and W.J.Antel, W.L.O'Brein, and G.R.Harp // Phys. Rev. B. 1997.
 V.55. P.3716.
- 133. Surface spin-flop transition in Fe/Cr(211) superlattices: Experiment and theory [Текст] / R.W.Wang, D.L.Mills, E.E.Fullerton, J.E.Mattson, S.D.Bader // Phys. Rev. Lett. 1994. V.72. P.920.
- 134. Magnetic configurations in exchange-biased double superlattices [Текст] / S.G.E. Velthuis, G.P.Felcher, J.S.Jiang, C.S.Nelson, A.Berger, S.D.Bader // Appl. Phys. Lett. 1999. V.75 (26). P.4174.
- 135. Exchange-bias effect in Fe/Cr(211) double superlattice structures [Текст] / J.S.Jiang,
 G.P.Felcher, A.Inomata, R.Goyette, C.Nelson, S.D.Bader // Phys. Rev. B. 2000. V.61.
 P.9653.
- 136. Velthuis, S.G.E. Switching of the exchange bias in Fe/Cr(211) double-superlattice structures [Teκct] / S.G.E. de Velthuis, J.S.Jiang, G.P.Felcher // Appl. Phys. Lett. – 2000. – V.77(14). – P.2222.
- Oscillatory exchange bias in Fe/Cr double superlattices [Текст] / L.Lazar, J.S.Jiang,
 G.P.Felcher, A.Inomata, S.D.Bader // J. Magn. Magn. Mater. 2001. V.223. P.299.
- 138. Layer magnetization evolution in Fe/Cr multilayer with uniaxial anisotropy [Текст] / H.J.Lauter, V.Lauter-Pasyuk, B.P.Toperverg, U.Rücker, M.Milyaev, L.Romashev, T.Krinitsyna, V.Ustinov // Physica B. Cond. Matter. – 2003. – V. 335. – P.59-62.
- 139. Willekens M.M.H., in: Magnetic Ultrathin Films: Multilayers and Surface, Interfaces and Characterization, edited by B.T. Jonker et al., MRS Symp. Proc. No. 313 (Materials Research Society, Pittsburg, 1993), P. 129.

- 140. Multi-stepwise GMR and layers magnetic reversal in uniaxial Fe/Cr superlattices [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P.Krinitsina, A.M.Burkhanov, V.V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter // Phys. Stat. Sol. (c). – 2006. – V.3. – Iss.5. – P.1249-1256.
- 141. Multiple spin-flip transitions and stairs-like GMR in Fe/Cr superlattices with uniaxial inplain anisotropy [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, T.P.Krinitsina, A.M.Burkhanov, V.V.Lauter-Pasyuk, H.J.Lauter // J. Magn. Magn. Mater. – 2006. – V.300. – Iss.1. –P.e281-e283.
- 142. Studies of HTSC crystal magnetization features using indicator magnetooptic films with in plane anisotropy [Teкct] / L.A.Dorosinskii, M.V.Indenbom, V.I.Nikitenko, Y.A.Ossipyan, A.A.Polyanskii, V.K.Vlasko-Vlasov // Physica C. – 1992. – V.203. – №1-2. – P.149-156.
- 143. Direct experimental study of the exchange spring formation process [Текст] / V.S.Gornakov, V.I.Nikitenko, A.J.Shapiro, R.D.Shull, J.S.Jiang, S.D.Bader // J. Magn. Magn. Mater. 2002. V.246. №1-2. P.80-85.
- 144. Хиральность формирующейся спиновой пружины и особенности перемагничивания двухслойной ферромагнитной системы [Текст] / В.С.Горнаков, Ю.П.Кабанов, В.И.Никитенко, О.А.Тихомиров, А.И.Шапиро, Р.Д.Шулл // ЖЭТФ. 2004. Т. 26. №3. С.691-703.
- 145. Горнаков В.С. Элементарные акты перемагничивания квазидвумерных магнетиков и доменных границ: диссертация / В.С.Горнаков. Черноголовка, 2007.
- 146. Visualization of the layer-by-layer magnetization reversal accompanied by multi-step GMR in uniaxial (210)[Fe/Cr] superlattices / V.V.Ustinov, T.P.Krinitsina, M.A.Milyaev, L.N.Romashev, V.S.Gornakov, Yu.P.Kabanov // Book of Digests 20th International Colloquium on Magnetic Films and Surfaces (ICMFS'09). Berlin. Germany. – 2009. – P.280-281.
- 147. Визуализация доменной структуры нанослоёв Fe в сверхрешётке Fe/Cr при её послойном перемагничивании / В.В.Устинов, М.А.Миляев, Т.П.Криницина, В.С.Горнаков, Ю.П.Кабанов, А.А.Панкратов // Сборник тезисов докладов III Всероссийской конференции по наноматериалам (НАНО-2009). Екатеринбург. 2009. С. 94-97.
- 148. Kools, J.C.S. Exchange-Biased Spin-Valves for Magnetic Storage [Текст] / J.C.S.Kools // IEEE Trans. on Magn. – 1996. – V.32. – №4. – Р.3165-3184.
- 149. Labrune, M. Spin-valve thermal stability: Magnetization rotation in spin-valve multilayers
 [Tekct] / M.Labrune, J.C.S.Kools, A.Thiaville // J. Magn. Magn. Mater. 1997. V. 171.
 №1. P.1-15.

- 150. Magnetotransport properties of magnetically soft spin-valve structures [Текст] / B.Dieny, V.S.Speriosu, S.Metin, S.S.P.Parkin, B.A.Gurney, B.Baumgart, D.R.Wilhoit // J. Appl. Phys. – 1991. – V.69. – P.4774-4779.
- 151. Spin-valve read heads with NiFe/Co₉₀Fe₁₀ layers for 5 Gbit/in2 density recording [Текст] / H.Kanai, K.Yamada, K.Aoshima, Y.Ohtsuka, J.Kane, M.Kanamine, J.Toda, Y.Mizoshita // IEEE Trans. on Magn. 1996. V.32. №5. Р.3368-3373.
- 152. Effect of Ta buffer and NiFe seed layers on pulsed-DC magnetron sputtered Ir₂₀Mn₈₀/Co₉₀Fe₁₀ exchange bias [Текст] / R.M.Öksüzoğlu, M.Yıldırım, H.Çınar, E.Hildebrandt, L.Alff // J. Magn. Magn. Mater. – 2011. – V.323. – P.1827-1834.
- 153. GMR properties of spin valves using multilayered Co₉₀Fe₁₀ for free magnetic layer [Текст]
 / K.Nishioka, T.Iseki, H.Fujiwara, M.R.Parker // J. Appl. Phys. 1996. V.79. №.8. –
 P.4970-4972.
- 154. Высокочувствительный безгистерезисный спиновый клапан с композитным свободным слоем [Текст] / В.В.Устинов, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Н.С.Банникова, Т.П.Криницина // ФММ. 2012. Т.113. №4. С.363-371.
- 155. Seed layer characterization for PtMn bottom spin-filter spin valves [Текст] / C.-L.Lee, A.Devasahayam, M.Mao, J.Kools, P.Cox, K.Masaryk, D.Mahenthiran, J.Munson // J. Appl. Phys. – 2003. – V.93. – P.8406-8408.
- 156. Effect of material selection and background impurity on interface property and resulted CIP-GMR performance [Текст] / Х.Репg, А.Morrone, K.Nikolaev, M.Kief, M. Ostrowski // J. Magn. Magn. Mat. – 2009. – V.321. – P.2902-2910.
- 157. High-sensitivity GMR with low coercivity in top-IrMn spin-valves [Текст] / H.R.Liu,
 B.J.Qu, T.L.Ren, L.T.Liu, H.L.Xie, C.X.Li, W.J. Ku // J. Magn. Magn. Mater. 2003. –
 V.267. P.386-390.
- 158. Lu, Z.Q. Giant magnetoresistive spin valves with a strong exchange bias field and a weak interlayer coupling field [Текст] / Z.Q.Lu, W.Y. Lai // J. Appl. Phys. – 1998. – V.83. – №6. – Р.3285-3289.
- 159. Jérome, R. Correlation Between Magnetic and Structural Properties of Ni₈₀Fe₂₀ Sputtered Thin Films Deposited on Cr and Ta Buffer Layers [Teκcτ] / R.Jérome, T.Valet, P.Galtier // IEEE Trans. on Magn. – 1994. – V.30. – №6. – P.4878-4880.
- 160. Ion Beam Deposition of Mn-Ir Spin Valves [Текст] / B.Gehanno, P.P.Freitas, A.Veloso, J.Ferreira, B.Almeida, J.B.Sousa, A.Kling, J.C.Soares, M.F. da Silva // IEEE Trans. on Magn. 1999. V.35. №5. P.4361-4367.
- 161. Степень совершенства текстуры <111> и гистерезис магнитосопротивления в спиновых клапанах на основе MnIr [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова,

В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Н.С.Банникова, А.М.Бурханов, В.В.Устинов // ФММ. – 2013. – Т.114. – №5. – С.419-426.

- 162. Ustinov, V.V. Interlayer coupling and magnetic anisotropy as key factors for creation of hysteresis-less spin valves [Teкст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I. Naumova // SPIN. – 2014. – V.4. – №1. – P.1440001(1-9).
- 163. Investigation of ion beam deposited spin valve interface structure by Co nuclear magnetic resonance [Teкст] / E.Jedryka, W.E.Bailey, M.Wójcik, S.Nadolski, S.X.Wang // J. Appl. Phys. – 1999. – V.85. – №8. – P.4439-4441.
- 164. Microstructure and magnetic properties of sputtered spin valve systems [Текст] / J.Langer, R.Mattheis, B.Ocker, W.Maaß, S.Senz, D.Hesse, J.Kräußlich // J. Appl. Phys. – 2001. – V.90. – №10. – P.5126-5134.
- 165. Marrows, C.H. Angular dependence of characteristic fields in spin-valves [Текст] / C.H.Marrows, F.E.Stanley, B.J.Hickey // Sensors and Actuators. – 2000. – V.81. – P.49-52.
- 166. The influence of the texture on properties of IrMn spin valve magnetic tunnel junctions with MgO barrier and CoFeB electrodes [Texct] / J.Kanak, T.Stobiecki, V.Drewello, J.Schmalhorst, G.Reiss // Phys. stat. sol. (a). – 2007. – V.204. – P.3942-3948.
- 167. Influence of buffer layer texture on magnetic and electrical properties of IrMn spin valve magnetic tunnel junctions [Текст] / P.Wisniowski, T.Stobiecki, J.Kanak, G.Reiss, H.Brucki // J. Appl. Phys. – 2006. – V.100. – №1. – P.013906-013909.
- 168. Alayo, W. Magnetization studies in IrMn/Co/Ru/NiFe spin valves with weak interlayer coupling [Tekct] / W.Alayo, Y.T.Xing, E.Baggio-Saitovitch // J. Appl. Phys. – 2009. – V.106. – P.113903.
- 169. Interlayer coupling and magnetic reversal of antiferromagnetically coupled media [Текст] / D.T.Margulies, M.E.Schabes, W.McChesney, E.E.Fullerton // Appl. Phys. Lett. 2002. V.80. №1. P.91-93.
- 170. Separation of contributions to spin valve interlayer exchange coupling field by temperature dependent coupling field measurements [Teκct] / C.-L.Lee, J.A.Bain, S.Chu, M.E.McHenry // J. Appl. Phys. 2002. –V.91. №10. P. 7113-7115.
- 171. Leal, J.L. Oscillatory interlayer exchange coupling in Ni₈₁Fe₁₉/Cu/Ni₈₁Fe₁₉/Fe₅₀Mn₅₀ spin valves [Текст] / J.L.Leal, M.H.Kryder // J. Appl. Phys. 1996. V.79. №5. P.2801-2803.
- 172. Low hysteresis FeMn-based top spin valve [Текст] / V.V.Ustinov, T.P.Krinitsina, M.A.Milyaev, L.I.Naumova, V.V.Proglyado // JNN. 2012. V.12. №9. P.7558-7561.

- 173. Top non-collinear spin valves with a composite free layer for hysteresis-free GMR sensors
 [Tekct] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I.Naumova, T.P.Krinitsina, V.V.Proglyado,
 E.I.Patrakov // Journal of the Korean Physical Society. 2013. V.63. P.663-666.
- 174. On the free layer reversal mechanism of FeMn-biased spin-valves with parallel anisotropy
 [Текст] / J.P.King, J.N.Chapman, J.C.S.Kools, M.F.Gillies // J. Phys. D: Appl. Phys. –
 1999. V.32. P.1087-1096.
- 175. Uniaxial anisotropy variations and the reduction of free layer coercivity in MnIr-based top spin valves [Teкст] / M.A.Milyaev, L.I.Naumova, N.S.Bannikova, V.V.Proglyado, I.K.Maksimova, I.Y.Kamensky, V.V.Ustinov // Applied Physics A. 2015. V.121. P.1133-1137.
- 176. Sharp Angular Dependence of Free Layer Coercivity in Spin Valves with Ferromagnetic Interlayer Coupling [Teкст] / L.I.Naumova, M.A.Milyaev, N.G.Bebenin, T.A.Chernyshova, V.V.Proglyado, T.P.Krinitsina, N.S.Bannikova, I.Yu.Kamensky, V.V.Ustinov // Solid State Phenomena. – 2014. – V.215. – P.474-479.
- 177. Безгистерезисное перемагничивание спиновых клапанов с сильным и слабым межслойным взаимодействием [Текст] / Л.И.Наумова, М.А.Миляев, Н.Г.Бебенин, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Н.С., Н.С.Банникова, В.В.Устинов // ФММ. – 2014. – Т.115. – №4. – С.376-383.
- Безгистерезисные спиновые клапаны с неколлинеарной конфигурацией магнитной анизотропии [Текст] / Л.И.Наумова, М.А.Миляев, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФТТ. – 2014. – Т.56. – №6. – С.1082-1087.
- 179. Annealing Effect on Spin-Valve Sensor Transfer Curves [Текст] / O.Redon,
 G.B.Albuquerque, L.M.Rodrigues, F.I.Silva, P.P.Freitas // IEEE Trans. on Magn. 1998. –
 V.34. №2. P.562-567.
- 180. Spin-valve thermal stability: Magnetization Processes in Spin-Valve Meanders for Sensor Applications [Текст] / R.Schäfer, D.Chumakov, O.Haas, L.Schultz, W.Maass, K-U.Barholz, R.Mattheis // IEEE Trans. on Magn. – 2003. – V.39. – №4. – P.2089-2097.
- 181. The Linewidth Dependence of GMR Properties in Patterned Spin Valve Resistors [Текст] / Y.Sun, Z.Qian, R.Bai, J.Zhu // J. Appl. Phys. 2011. V.263. P.1-5.
- 182. Effective anisotropy field in the free layer of patterned spin-valve resistors [Текст] / Z.Qian, R.Bai, C.Yang, Q.Li, Y.Sun, D.Huo, L.Li, H.Zhan, Y.Li, J.Zhu // J. Appl. Phys. – 2011. – V.109. – P.104904(1-5).
- 183. Спиновые клапаны на основе Mn₇₅Ir₂₅ с управляемыми функциональными параметрами. [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // Известия вузов. ЭЛЕКТРОНИКА. 2014. Т.108. №4. С.15-20.

- 184. Anderson, G.W. Spin-valve thermal stability: The effect of different antiferromagnets [Tekct] / G.W.Anderson, Y.Huai, M.Pakala // J. Appl. Phys. – 2000. – V.87. – P.5726-5728.
- 185. Improved exchange coupling between ferromagnetic Ni-Fe and antiferromagnetic Ni-Mnbased films [Текст] / T.Lin, D.Mauri, N.Staud, C.Hwang, J.K.Howard // Appl. Phys. Lett. – 1994. – V.65. – P.1183-1185.
- 186. Devasahayam, A.J. Biasing Materials For Spin-Valve Read Heads [Текст] / A.J.Devasahayam, M.H.Kryder // IEEE Trans. on Magn.–1999. –V.35. №2. P.649-654.
- 187. Stefanita, C.-G. From Bulk to Nano. The many Sides of Magnetism [Текст] / С.-G.Stefanita // Springer Series in Materials Science. – 2008. – Р.71-98.
- 188. Yihong, Wu. Nano Spintronics for Data Storage [Текст] / Wu Yihong // Encyclopedia of Nanoscience and Nannotechnology. – 2003. – P.1-50.
- 189. Spin-valve heads with synthetic antiferromagnet CoFe/Ru/CoFe/IrMn [Текст] / Y.Huai, J.Zhang, G.W.Anderson, P.Rana, S.Funada, C.-Y.Hung, M.Zhao, S.Tran // J. Appl. Phys. – 1999. – V.85. – P.5528-5530.
- 190. Spin-Valve Films Using Synthetic Ferrimagnets for Pinned Layer [Текст] / К.Меguro, H.Hoshiya, K.Watanabe, Y.Hamakawa, M.Fuyama // IEEE Trans. on Magn. 1999. V.35. №5. Р.2925-2927.
- 191. PtMn spin valve with synthetic ferrimagnet free and pinned layers [Текст] / M.Saito, N.Hasegawa, K.Tanaka, Y.Ide, F.Koike, T.Kuriyama // J. Appl. Phys. 2000. V.87. №9. Р.6974-6976.
- 192. Sensor properties of a robust giant magnetoresistance material system at elevated temperatures [Teκcr] / K.-M.H.Lenssen, A.E.T.Kuiper, J.J. van den Broek, R.A.F. van der Rijt, A. van Loon // J. Appl. Phys. – 2000. – V.87(9). – P.665-667.
- 193. Exchange coupling of bilayers and synthetic antiferromagnets pinned to MnPt [Текст] / M.Rickart, A.Guedes, B.Negulescu, J.Ventura, J.B.Sousa, P.Diaz, M.MacKenzie, J.N.Chapman, P.P.Freitas // Eur. Phys. J. B. – 2005. – P.1-6.
- 194. Nucleation field in synthetic antiferromagnet stabilized with uniaxial or unidirectional anisotropy [Текст] / D.V.Dimitrov, J. van Ek, Y.F.Li, J.Q.Xiao // J. Magn. Magn. Mater. – 2000. – V.218. – P.273-286.
- 195. Memory effect and temperature behavior in spin valves with and without antiferromagnetic subsystems [Tekct] / Y.F.Li, R.H.Yu, D.V.Dimitrov, J.Q. Xiao // J. Appl. Phys. – 1999. – V.80. – P.5692-5695.
- 196. Interlayer coupling field in spin valves with CoFe/Ru/CoFe/FeMn synthetic antiferromagnets [Tekcr] / K.Y.Kim, S.H.Jang, K.H.Shin, H.J.Kim, T.Kang // J. Appl. Phys. - 2001. - V.89. - P.7612-7615.
- 197. Температурная стабильность спиновых клапанов на основе синтетического антиферромагнетика и сплава Fe₅₀Mn₅₀ [Teкст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.А.Чернышова, Д.В.Благодатков, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №11. С.1129-1135.
- 198. Dependence of exchange coupling direction on cooling-field strength [Текст] / J.Son, Lee Soogil, Lee Sangho, S.Kim, J.Hong // J. Appl. Phys. 2011. V.110. P.053908(1-6).
- 199. Marrows, C.H. Canted exchange bias in antiparallel biased spin valves [Текст] / C.H.Marrows, F.E.Stanley, B.J.Hickey // J. Appl. Phys. 2000. V.87. P.5058-5060.
- 200. On the control of spin flop in synthetic antiferromagnetic films [Текст] / B.Negulescu,
 D.Lacour, M.Hehn, A.Gerken, J.Paul, C.Duret // J. Appl. Phys. 2011. V.109. –
 P.103911(1-9).
- 201. The spin flop of synthetic antiferromagnetic films [Текст] / H.C.Tong, C.Qian, L.Miloslavsky, S.Funada, X.Shi, F.Liu, S.Dey // J. Appl. Phys. 2000. V.87. P.5055-5057.
- 202. Spin-flop in synthetic antiferromagnet and anhysteretic magnetic reversal in FeMn-based spin valves [Текст] / M.Milyaev, L.Naumova, T.Chernyshova, V.Proglyado, I.Kamensky, V.Ustinov // IEEE Trans. on Magn. – 2016. – V.52. – №12. – P.2301104.
- 203. Спин-флоп состояния в синтетическом антиферромагнетике и изменения однонаправленной анизотропии в спиновых клапанах на основе FeMn [Teкст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, Т.А.Чернышова, В.В.Проглядо, Н.АКулеш, Е.И.Патраков, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФММ. 2016. Т.117. №12. С.1227-1233.
- 204. Kataoka, N. Magnetoresistance of Co-X/Cu multilayers [Текст] / N.Kataoka, K.Saito, H.Fujimori // J. Magn. Magn. Mater. 1993. V.121. P.383-385.
- 205. Saito, Y. Giant magnetoresistance in Co/Cu, Co₉Fe/Cu, and Co_{7.5}Fe_{2.5}/Cu multilayers
 [Teкст] / Y.Saito, S.Hashimoto, K.Inomata // IEEE Trans. on magn. 1992. V.28. N^o23. P.2751-2753.
- 206. Wang, D. Thermally stable, low saturation field, low hysteresis, high GMR CoFe/Cu multilayers [Teкст] / D.Wang, J.Anderson, J.M.Daughton // IEEE Trans. on magn. 1997.
 V.33. №5. P.3520-3522.

- 207. Giant drop of magnetic hysteresis with decreasing thickness of Cr-buffer layer of CoFe/Cu superlattices [Текст] / M.A.Milyaev, L.I.Naumova, V.V.Proglyado, T.P.Krinitsina, N.S.Bannikova, V.V.Ustinov // Solid State Phenomena. 2011. V.168-169. P.303-306.
- 208. Гигантские изменения магнитных и магниторезистивных свойств сверхрешеток СоFe/Сu при субнанометровой вариации толщины буферного слоя хрома [Текст] / М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, А.М.Бурханов, Н.С.Банникова, В.В.Устинов // ФММ. – 2011. – Т.112. – №2. – С.146-154.
- 209. Giant magnetoresistance in CoFe/Cu multilayers with different buffer layers and substrates [Tekct] / S.Gangopadhyay, J.X.Shen, M.T.Kief, J.A.Barnard, M.R.Parker // IEEE Trans. on magn. – 1995. – V.31. – №6. – P.3933-3935.
- 210. The interfacial structure and degradation mechanism of the GMR effect in Co₉₀Fe₁₀/Cu and Ni₇₀Co₃₀/Cu magnetic multilayers [Текст] / Y.An, B.Dai, H.Zhang, Z.Mai, J.Cai, Z.Wu // J. Phys. D: Appl. Phys. 2006. V.39. P.1711-1717.
- 211. Matsui, M. Giant Magnetoresistance Effect of [bcc-Fe(M) /Cu](M = Co, Ni) Multilayers
 [Текст] / M.Matsui, M.Doi, N.Shimizu // J. Mater. Sci. Technol. 2000. V.16. №2. –
 P.186-190.
- 212. Wetzig, K. Metal Based Thin Films for Electronics [Текст] / K.Wetzig, C.M.Schneider // WILEY_VCH GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.
- 213. Влияние отжига на магнитосопротивление и микроструктуру многослойных систем СоFe/Сu с различным буферным слоем [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, Т.А.Чернышова, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №2. – С.165-170.
- 214. Piecuch, M. Diffusion in multilayers [Текст] / M.Piecuch // Revue Phys. Appl. 1988. V.23. №10. P.1727-1732.
- 215. Interdiffusion in CoFe/Cu multilayers and its application to spin-valve structures for data storage [Tekct] / E.B.Svedberg, K.J.Howard, M.C.Bønsagerand, B.B.Pant, A.G.Roy, D.E.Laughlin // J. Appl. Phys. 2003. V.94. №2. P.1001-1006.
- 216. Гигантское магнитосопротивление сверхрешеток CoFe/Cu с буферным слоем (Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀ [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, В.В.Проглядо, Т.П.Криницина, И.Ю.Каменский, В.В.Устинов // ФММ. – 2015. – Т.116. – №10. – С.1040-1046.
- 217. High magnetoresistance permalloy films deposited on a thin NiFeCr or NiCr underlayer
 [Текст] / W.-Y.Lee, M.F.Toney, P.Tameerug, E.Allen, D.Mauri // J. Appl. Phys. 2000. –
 V.87. №9. Р.6992-6994.

- 218. Vas'ko, V.A. Effect of grain size on the properties of the CoFe–NiFe/NiMn top spin valve [Teκcτ] / V.A.Vas'ko, M.T. Kief // J. Appl. Phys. 2003. V.93. №10. P.8409-8411.
- 219. Thermal stability of PtMn based synthetic spin valves using thin oxide layer [Текст] / Y.Sugita, Y.Kawawake, M.Satomi, H.Sakakima // J. Appl. Phys. 2001. V.89. №11. P.6919-6921.
- 220. Effect of material selection and background impurity on interface property and resulted CIP-GMR performance [Текст] / X.Peng, A.Morrone, K.Nikolaev, M.Kief, M.Ostrowski // J. Magn. Magn. Mat. – 2009. – V.321. – P.2902-2910.
- 221. Jo, S. Magnetostriction and stress of NiFeCr/(Cu/Co90Fe10)×N/NiFeCr multilayer films [Tekct] / S.Jo // J. Korean Magn. Soc. – 2010. – V.20. – №1. – P.8-11.
- 222. Seigler, M.A. Current-in-Plane Giant Magnetoresistance Sensor Using a Thin Cu Spacer and Dual Nano-Oxide Layers With a DR Greater Than 20 Ohms/sq [Текст] / M.A.Seigler // IEEE Trans. Magn. 2007. V.43. №2. P.651-656.
- 223. High Frequency Permeability Measurements on Ni76Fel0Co14/Cu Giant Magnetoresistive Multilayers [Текст] / W.D.Doyle, H.Fujiwara, S.Hossain, A.Matsuzono, M.R.Parker // IEEE Trans. on magn. – 1994. – V.30. – №6. – P.3828-3830.
- 224. Growth of giant magnetoresistance multilayers: Effects of processing conditions during radio-frequency diode deposition [Текст] / W.Zou, H.N.G.Wadley, X.W.Zhou, S.Ghosal, R.Kosut, D.Brownell // J. Vac. Sci. Technol. A. – 2001. – V.19. – №5. – P.2414-2424.
- 225. Composition-Morphology-Property Relations For Giant Magnetoresistance Multilayers Grown By RF Diode Sputtering [Tekct] / W.Zou, H.N.G.Wadley, X.W.Zhou, R.A.Johnson, D.Brownell // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. – 2001. – V.674. – P.T1.5.1-T1.5.6.
- 226. Composition dependence of giant magnetoresistance effect in NiFeCo/Cu multilayers [Текст] / K.Meguro, S.Hirano, M.Jimbo, S.Tsunashima, S.Uchiyama // J. Magn. Magn. Mater. – 1995. –V.140-144. – P.601-602.
- 227. A review of high magnetic moment thin films for microscale and nanotechnology applications [Текст] / G.Scheunert, O.Heinonen, R.Hardeman, A.Lapicki, M.Gubbins, R.M.Bouman // Appl. Phys. Rev. 2016. V.3. P.011301(1–44).
- 228. Low-field giant magnetoresistance in Co/Cu, CoFe/Cu and CoNiFe/Cu multilayer systems [Teкст] / M.R.Parker, S.Hossain, D.Seale, J.A.Barnard, M.Tan, H.Fujiwara // IEEE Trans. on Magn. – 1994. – V.30. – №2. – P.358-363.
- 229. Giant magnetoresistance in soft magnetic NiFeCo/Cu multilayers [Текст] / M.Jimbo,
 S.Tsunashima, T.Kanda, S.Goto, S.Uchiyama // J. Appl. Phys. 1993. V.74(5). Р. 3341-3344.

- 230. Giant magnetoresistance in NiFeCo/Cu multilayers [Текст] / Т.Kanda, M.Jimbo, S.Tsunashima, S.Goto, M.Kumazawa, S.Uchiyama // IEEE Trans. on Magn. in Japan. 1994. V.9. №1. Р.103-109.
- 231. Hysteresis reduction in NiFeCo/Cu multilayers exhibiting large low-field giant magnetoresistance [Текст] / S.Hossain, D.Seale, G.Qiu, J.Jarratt, J.A.Barnard, H.Fujiwara, M.R.Parker // J. Appl. Phys. – 1994. – V.75(10). – P.7067-7069.
- 232. Magnetic layer composition effect on giant magnetoresistance in (NiFeCo/Cu) multilayers [Текст] / D.M.Mtalsi, M.E.Harfaoui, A.Qachaou, M.Faris, J.B.Youssef, H.L.Gall // Phys. Stat. Sol. (a). 2001. V.187. №2. Р.633-640.
- 233. Role of the buffer layers in determining the antiferromagnetic coupling and magnetoresistance of NiFeCo/Cu superlattices [Tekct] / Z.D.Diao, S.Goto, K.Meguro, S.Hirano, M.Jimbo // J. Appl. Phys. – 1997. – V.81. – P.2327.
- 234. Giant magnetoresistance and low saturation fields in Ni-Fe-Co/Cu multilayers with NiO buffer layers [Teкст] / R.Nakatani, K.Hoshino, H.Hoshiya, Y.Sugita // Mater. Trans. – 1996. – V.37. – №11. – P.1710-1714.
- 235. Сверхрешетки NiFeCo/Cu с высокой магниторезистивной чувствительностью и слабым гистерезисом [Текст] / Н.С.Банникова, М.А.Миляев, Л.И.Наумова, Т.П.Криницина, Е.И.Патраков, В.В.Проглядо, Т.А.Чернышова, В.В.Устинов // ФТТ. – 2016. – Т.58. – Вып.10. – С.1940-1946.
- 236. Ustinov, V.V. Giant magnetoresistance of metallic exchange-coupled multilayers and spin valves [Текст] / V.V.Ustinov, M.A.Milyaev, L.I.Naumova // Physics of Metals and Metallography. – 2017. – V.118. – №13. – Р. 38–97.