

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

На правах рукописи

Кравцов Евгений Алексеевич

**Комплементарное применение рассеяния нейтронного и
синхротронного излучений для исследования магнитных
металлических наноструктур**

01.04.11 — Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание учёной степени
доктора физико-математических наук

Научный консультант:
доктор физико-математических наук,
академик РАН Устинов В.В.

Екатеринбург – 2017

Содержание

Введение	5
Глава 1 Структура межслойных границ и магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr	16
1.1 Магнетизм сверхрешеток Fe/Cr	16
1.2 Экспериментальные детали	19
1.3 Влияние условий роста на структуру межслойных границ в сверхрешетках Fe/Cr	20
1.4 Незеркальное рассеяние нейтронов от сверхрешеток Fe/Cr с неколлинеарным магнитным упорядочением	24
1.5 Прямое определение угла неколлинеарности в сверхрешетках Fe/Cr из анализа незеркального рассеяния нейтронов	30
1.6 Влияние структуры интерфейсов на магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr	34
1.7 Заключение и выводы по главе 1	36
Глава 2 Неоднородная магнитная структура в сверхрешетках Fe/Gd .	37
2.1 Магнетизм ферромагнитных сверхрешеток Fe/Gd	38
2.2 Рефлектометрия поляризованных нейтронов и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия	41
2.3 Экспериментальные детали	44
2.4 Структурная и магнитная характеристика	46
2.5 Анализ данных РРМР и РПН	56
2.5.1 Единая параметризованная модель	56
2.5.2 Схема расчета спектров РРМР	58
2.5.3 Определение длин рассеяния для Gd	65
2.5.4 Неоднородные магнитные состояния при низких температурах	70
2.6 Обсуждение результатов	77
2.7 Заключение и выводы по главе 2	79

Глава 3 Эффекты близости в слоистых наноструктурах Cr/V	81
3.1 Волны спиновой плотности в объемных материалах и наноструктурах на основе Cr	81
3.2 Комплементарное применение рентгеновской и нейтронной дифрактометрии для прямого определения параметров волн спиновой плотности	86
3.3 Экспериментальные детали	92
3.4 Ориентационные переходы в наноструктурах Cr/V	94
3.4.1 Экспериментальные результаты	94
3.4.2 Обсуждение результатов	104
3.5 Формирование волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V	108
3.5.1 Экспериментальные результаты	108
3.5.2 Анализ результатов	123
3.6 Управление спин-волновым состоянием сверхрешеток Cr/V путем насыщения их водородом.	130
3.7 Заключение и выводы по главе 3	139
Глава 4 Определение локальной атомной структуры тонких магнитных пленок марганцевых ферритов	142
4.1 Атомная структура ферритов Fe_2MnO_4	142
4.2 Техника DAFS	145
4.2.1 Экспериментальные аспекты	145
4.2.2 Обработка данных	148
4.3 Локальная атомная структура тонких пленок Fe_2MnO_4	153
4.3.1 Экспериментальные детали	153
4.3.2 Анализ спектров	160
4.3.3 Обсуждение результатов	174
4.4 Заключение и выводы по главе 4	175
Заключение	177
Список сокращений и условных обозначений	180

Литература

181

Введение

Магнитные металлические наноструктуры - новый класс искусственных магнитных материалов, которые чрезвычайно активно исследуются в последние 30 лет. Эти объекты представляют собой тонкие плёнки либо многослойные структуры, образованные чередующимися слоями различных металлов, выращенных на монокристаллической подложке, которая задаёт кристаллографическую ориентацию системы. Хотя бы один из слоев, образующих наноструктуру, содержит магнитоупорядоченный металл - ферромагнетик либо антиферромагнетик. Типичные толщины отдельных слоёв обычно составляют от единиц до сотен нанометров и прецизионно контролируются на атомном уровне. Одним из важных представителей магнитных металлических наноструктур являются магнитные сверхрешетки, в которых несколько раз повторяются блоки из чередующихся слоев различных металлов, образуя таким образом искусственную магнитную решетку в направлении роста слоев.

Сегодня область магнитных наноструктур исследований представляет собой чрезвычайно перспективную часть физики конденсированного состояния, быстрое развитие которой диктуется как актуальностью возникающих фундаментальных физических проблем, так и потребностями современной микроэлектроники и наноэлектроники. Присуждение А. Ферту и П. Грюнбергу Нобелевской премии по физике 2007 года за их пионерские работы в данной области [1,2] подчёркивает актуальность и фундаментальную значимость исследований многослойных металлических наноструктур. В настоящее время за рубежом исследования и поиски новых перспективных материалов спинтроники приняли массовый характер, по результатам исследований опубликовано множество научных статей и ряд монографий, регулярно

появляются сообщения о коммерциализации предложений по технологическому использованию полученных материалов.

Фундаментальный интерес к многослойным металлическим наногетероструктурам обусловлен прежде всего тем, что эти объекты обладают новыми уникальными свойствами и открывают новые возможности по сравнению с традиционными объёмными материалами. Во-первых, использование сверхчистых материалов, высокосовершенных монокристаллических подложек и современных методик послойного роста (молекулярно-лучевой эпитаксии, высоковакуумного магнетронного распыления, лазерной абляции и др.) позволяет контролируемым образом варьировать неравновесные условия роста наноструктур (задаваемая подложкой кристаллографическая ориентация системы, скорости напыления материалов, температуры подложки и источников) и, таким образом, контролируемым образом влиять на формирование внутрислойной атомной структуры образцов. Во-вторых, возможность выращивать сверхтонкие слои металлов и прецизионно контролировать их толщину позволяет управлять размерными эффектами, связанными с малой толщиной слоёв. Одним из наиболее существенных проявлений размерных эффектов является осциллирующее межслойное обменное взаимодействие между ферромагнитными слоями в магнитных металлических наноструктурах через парамагнитную или антиферромагнитную прослойку [3,4]. В-третьих, послойный рост различных ферромагнитных, антиферромагнитных и парамагнитных материалов позволяет выращивать многослойные магнитные структуры, обладающие новой искусственной периодичностью магнитных моментов отдельных слоёв - ферромагнитного, антиферромагнитного и неколлинеарного типа.

В формировании макроскопических свойств металлических магнитных наноструктур большую роль играет атомная и магнитная структура межслойных границ, влияние близости соседних слоёв и, в частности, гибридизация двух различных материалов в интерфейсной области, образование областей с уменьшенной или увеличенной намагниченностью вблизи интерфейсов и др. Кроме того, очень важную роль играет распределение магнитных моментов внутри отдельных слоёв магнитных сверхрешёток, т.к. конкуренция межслойного и внутрислойного обменного взаимодействия может приводить к неоднородному распределению магнитных моментов внутри отдельных слоёв. Все указанные факторы нередко решающим образом влияют на макроскопическое поведение магнитных наноструктур и определяют их свойства. Для понимания природы эффектов, присущих металлическим магнитным наноструктурам, и эффективного их прикладного использования необходимо развитие и применение новых неразрушающих методов исследования атомной и магнитной микроструктуры отдельных слоёв, образующих такие наноструктуры. Методы, основанные на использовании рассеяния нейтронов и синхротронного излучения, особенно, в случае комплементарного (взаимодополняющего) их использования, позволяют наиболее эффективно решить сформулированную задачу. Тема настоящей диссертации, посвящённой развитию нейтронно-синхротронных методов исследования металлических магнитных наноструктур и применению их к исследованию широкого класса научно и технологически важных магнитных металлических наноструктур, несомненно, является актуальной.

Актуальность. Актуальность темы настоящей работы определяется настоятельной необходимостью разработки неразрушающих методов

прямого определения атомной и магнитной микроструктуры магнитных металлических наноструктур, имеющих большое научное и прикладное значение. Актуальность диссертационной работы подтверждается также тем, представленные исследования были выполнены в рамках государственного задания ФАНО России (тема "Спин"01201463330) и была частично поддержана грантами Минобрнауки Российской Федерации № 8682 ("Спин-зависящие эффекты в магнитных металлических наноструктурах") и № 14.616.21.0067 ("Исследование обменных взаимодействий кирально-упорядоченных магнитных слоев в редкоземельных сверхрешетках"), а также грантами РФФИ № 14-02-00013-а, 14-22-01063-офи-м, 95-02-04813-а, 98-02-17517-а, 01-0217119-а, 01-02-17202-а, 04-02-16464-а, 10-02-96033-р-урал, 12-02-12054-офи-м.

Целью данной работы является исследование атомной и магнитной микроструктуры магнитных металлических наноструктур, основанное на комплементарном (взаимодополняющем) использовании рассеяния нейтронов и синхротронного излучения.

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

1. Исследование влияния структурных свойств межслойных границ на магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr с помощью комплементарного применения рефлектометрии поляризованных нейтронов, незеркального рассеяния нейтронов и рентгеновской рефлектометрии.
2. Определение внутрислойной магнитной структуры сверхрешеток Fe/Gd с помощью комплементарного применения резонансной

рентгеновской магнитной рефлектометрии и рефлектометрии поляризованных нейтронов.

3. Исследование влияния эффектов близости и размерных эффектов на волны спиновой плотности в слоистых наноструктурах Cr/V с помощью комплементарного применения рентгеновской и нейтронной дифрактометрии.
4. Определение локальной атомной структуры вблизи кристаллографически неэквивалентных узлов в пленках ферритов MnFe_2O_4 с использованием техники DAFS спектроскопии.
- 5.

Объектами исследования были магнитные металлические сверхрешетки (Fe/Cr, Fe/Gd, Cr/V), наногетероструктуры (Cr/V, V/Cr/V), тонкие пленки (Cr и MnFe_2O_4), выращенные на различных монокристаллических подложках.

Научная новизна:

1. Установлена корреляция между степенью несовершенства межслойных границ Fe-Cr и углом между магнитными моментами соседних слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr с неколлинеарным магнитным упорядочением.
2. Впервые экспериментально показано, что в сверхрешетках Fe/Cr формируется латеральная доменная структура, рассеяние поляризованных нейтронов на которой приводит к незеркальному рассеянию нейтронов с переворотом спина. Предложен метод прямого определения угла неколлинеарности в магнитных сверхрешетках с латеральной доменной структурой из анализа незеркального рассеяния поляризованных нейтронов.

3. Впервые определены векторные профили намагниченности в магнитных сверхрешетках с разрешением по элементам и по глубине с помощью комплементарного применения рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии.
4. Впервые показано, что эффекты близости слоев ванадия приводят к изменению поляризации и направления распространения волн спиновой плотности в наноструктурах Cr/V.
5. Установлено, что в слоях Cr в сверхрешетках Cr/V вблизи межслойных границ формируются парамагнитные области толщиной до 5 нм.
6. Впервые экспериментально продемонстрирована возможность управляемого обратимого изменения магнитного состояния сверхрешеток Cr/V путем насыщения их водородом.
7. Впервые экспериментально обнаружено значительное уменьшение координационного числа первой координационной сферы для атомов Mn, расположенных в узлах типа В в пленках искусственных марганцевых ферритов.

Соответствие диссертации паспорту специальности.

Содержание диссертации соответствует пункту 2 паспорта специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений «Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий» и пункту 3 «Исследование явлений, связанных с

взаимодействием различного рода электромагнитных излучений и потоков элементарных частиц с магнитными моментами вещества или его структурных составляющих: атомов, атомных ядер, электронов (парамагнитный, ферромагнитный, ядерный магнитный, ядерный гамма резонансы и др)».

Научная и практическая значимость работы.

Разработанные в диссертационной работе методы исследования магнитных наноструктур, основанные на комплементарном применении нейтронного и синхротронного рассеяния, будут востребованы в ведущих нейтронных и синхротронных центрах для проведения исследований, усовершенствования существующих и создания новых экспериментальных установок.

Научные положения и результаты, сформулированные и обоснованные в работе, позволяют понять природу формирования магнитных свойств металлических магнитных наноструктур, установить фазовые диаграммы магнитных сверхрешеток и будут способствовать расширению элементной базы спинтроники.

Результаты исследований по управлению магнитным состоянием металлических наноструктур путем насыщения их водородом могут быть использованы для конструирования датчиков водорода. Результаты исследований искусственных ферритов могут быть использованы при разработке новых материалов для высокочастотных устройств.

Методология и методы исследования.

Для исследования структурных и магнитных свойств магнитных металлических сверхрешеток был задействован широкий спектр методик,

основанных на использовании рассеяния нейтронов и синхротронного излучения.

Структурные исследования образцов проводились методами рентгеновской дифрактометрии и рефлектометрии высокого разрешения. Определение межслойного магнитного упорядочения в магнитных металлических сверхрешетках выполнено с помощью рефлектометрии и незеркального рассеяния поляризованных нейтронов.

Определение векторных магнитных профилей с разрешением по элементам и по глубине в магнитных металлических сверхрешетках было проведено с использованием разработанной нами оригинальной методики, предполагающей комбинированное применение поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии, одновременный анализ синхротронных и нейтронных был произведен с использованием разработанного нами программного кода.

Определение магнитной структуры внутри антиферромагнитных слоев Cr в наноструктурах Cr/V было произведено с помощью комбинированного применения рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения и нейтронной дифрактометрии.

Определение локальной атомной структуры атомов, расположенных в кристаллографически неэквивалентных узлах кристаллической решетки в тонких пленках искусственных ферритов было выполнено с использованием DAFS спектроскопии.

Положения, выносимые на защиту.

1. Экспериментальное доказательство формирования латеральной доменной структуры в сверхрешетках Fe/Cr, полученное с помощью незеркального рассеяния тепловых нейтронов, падающих под малыми углами скольжения к поверхности образца.

2. Установление корреляции между среднеквадратичной шероховатостью межслойных границ и углом между магнитными моментами слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr с неколлинеарным магнитным упорядочением.
3. Экспериментальное доказательство формирования при низких температурах неоднородной магнитной структуры внутри слоев Gd в сверхрешетках Fe/Gd с малым числом повторений.
4. Экспериментальное доказательство влияния эффектов близости ванадия на поляризацию и направление распространения несоизмеримых волн спиновой плотности в наноструктурах Cr/V.
5. Экспериментальное доказательство формирования парамагнитной области в слоях Cr вблизи интерфейсов Cr-V с характерной толщиной до 5 нм.
6. Экспериментальное доказательство возможности обратимого контролируемого изменения магнитного состояния сверхрешеток Cr/V путем насыщения их водородом.
7. Установлено, что по мере увеличения толщины слоев Cr в сверхрешетках Cr/V формирование магнитного состояния идет от парамагнитного состояния к соизмеримой волне спиновой плотности и далее к несоизмеримой волне спиновой плотности.
8. Доказательство уменьшения координационного числа для первой координационной сферы атомов В(Mn) в пленках искусственных марганцевых ферритов.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и конкретных задач исследования, проведении экспериментальных исследований магнитных наноструктур с использованием рентгеновского излучения,

пучков нейтронов и синхротронного излучения. Автором были сформулированы теоретические модели и разработаны компьютерные программы для моделирования, обработки и фитирования спектров рентгеновской рефлектометрии, рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии, рентгеновской и нейтронной дифрактометрии, спектров DAFS. Автором лично был проведен анализ полученных экспериментальных результатов и проведено фитирование полученных нейтронных и рентгеновских данных с использованием разработанных им компьютерных программ, сопоставление полученных результатов с данными магнитных и магнитотранспортных измерений. Автором проведено обобщение полученных результатов и сформулированы выводы.

Результаты, изложенные в диссертации, получены автором в кооперации с сотрудниками лаборатории электрических явлений ИФМ Уро РАН, ведущих научных центров России (ОИЯИ), Франции (Институт ЛауэЛанжевена, Европейский центр синхротронного излучения), Германии (Научный центр Юлих, Рур-университет г. Бохум, Немецкий центр синхротронного излучения в г. Гамбург), Швеции (университет г. Уппсала), США (Аргоннская национальная лаборатория, Национальный институт стандартов и технологий).

Исследования по теме диссертации выполнены в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин» № 01201463330) и были частично поддержана грантами Минобрнауки Российской Федерации № 8682 и № 14.616.21.0067, а также грантами РФФИ (№ 14-02-00013-а, 14-22-01063-офим, 95-02-04813-а, 98-02-17517-а, 01-02-17119-а, 01-02-17202-а, 04-02-16464-а, 10-02-96033-р-урал, 12-02-12054-офи-м). Актуальность и значимость проведенных исследований подчеркивается

большим числом грантов и проектов, в рамках которых выполнялись работы по теме диссертации.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием аттестованных образцов и апробированных методик исследования, проведением различных экспериментов на одних и тех же образцах при одних и тех же экспериментальных условиях, согласием и непротиворечивостью полученных результатов и результатов, полученных другими авторами и опубликованных в литературе.

Апробация работы. Результаты работы были представлены на международных конференциях: международная школа-семинар «Новые магнитные материалы микроэлектроники» НМММ-2000, 2002 и 2009, международный симпозиум «ILL Millennium» -2001, международный Евроазиатский симпозиум «Тенденции в магнетизме» EASTMag-2001 и 2010, на международных симпозиумах по металлическим мультислоям MML в 2001 и 2004, на годовых сессиях немецкого (2003) и американского (2006) физических обществ, на 13 международной конференции EXAFS-2006, на американской конференции по нейтронному рассеянию ACNS-2008.

Публикации. Результаты работы изложены в 22 статьях в журналах [5–26], включенных ВАК в перечень ведущих рецензируемых журналов.

Структура диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения и списка использованной литературы. Работа изложена на 199 страницах, в том числе 58 рисунков и 8 таблиц, список литературы включает 132 наименований.

Глава 1 Структура межслойных границ и магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr

В настоящей главе развит исследована корреляция структурных свойств межслойных границ и магнитного упорядочения в сверхрешетках $^{57}\text{Fe}/\text{Cr}$. Была исследована серия сверхрешеток, выращенных при различных температурах подложки, и, следовательно, имеющих различные структурные свойства. Экспериментально установлено, что в сверхрешетках Fe/Cr формируется латеральная доменная структура, проявляющаяся при незеркальном рассеянии поляризованных нейтронов в таких сверхрешетках. Среднеквадратичная шероховатость межслойных границ была определена с помощью рентгеновской рефлектометрии, магнитное упорядочение в сверхрешетках - с помощью незеркального рассеяния поляризованных нейтронов. Установлена прямая корреляция между структурными свойствами межслойных границ и типом межслойного магнитного упорядочения в сверхрешетках Fe/Cr.

1.1. Магнетизм сверхрешеток Fe/Cr

Первые исследования металлических многослойных наноструктур начались в середине 70-х годов прошлого века в связи с прогрессом в развитии технологий роста высокосоввершенных тонких плёнок и наногетероструктур (прежде всего, молекулярно-лучевой эпитаксии и высоковакуумного магнетронного распыления). Широкое систематическое изучение металлических многослойных наноструктур началось после открытия в 80-х годах прошлого века ряда важных эффектов: антиферромагнитного упорядочения магнитных моментов слоёв Fe [27] и гигантского магниторезистивного эффекта (GMR) в сверхрешетках Fe/Cr [28,29], осциллирующего межслойного обменного взаимодействия в

магнитных сверхрешетках на основе переходных [3,4] и редкоземельных [30] металлов. Одно из основных направлений исследования магнитных металлических наноструктур связано с изучением межслойного обменного взаимодействия ферромагнитных моментов, разделенных парамагнитной либо антиферромагнитной прослойкой.

Сверхрешетки Fe/Cr считаются классической системой и изучаются наиболее интенсивно. Как упоминалось выше, первым важным открытием было обнаружение антипараллельного магнитного упорядочения в слоистых наноструктурах Fe/Cr/Fe [27], которое реализуется при некоторых толщинах антиферромагнитной прослойки Cr. Несколько позднее было показано [3,4], что в зависимости от толщины неферромагнитной прослойки наблюдается либо ферромагнитное либо антиферромагнитное упорядочение. В частности, в Fe/Cr при изменении толщины Cr межслойное обменное взаимодействие осциллирует с периодом примерно 18 Å. Несколько позже, при исследовании наноструктур, выращенных на высокосовершенных, и потому имеющих идеально гладкую поверхность, усах (вискерах) Fe, было обнаружено также дополнительно наличие короткопериодных осцилляций межслойного обменного взаимодействия с периодом в 2 атомных монослоя Cr [31]. Дальнейшие исследования показали, что короткопериодные осцилляции возникают только в системах с высокосовершенными межслойными границами, таким образом, решающую роль в формировании магнитных свойств сверхрешеток играет структура межслойных границ.

Следующим важным результатом было обнаружение неколлинеарного магнитного упорядочения в системах Fe/Cr/Fe: оказалось, что при некоторых толщинах прослойки Cr возможно неколлинеарное упорядочение магнитных моментов соседних слоев Fe

[32]. Для объяснения неколлинеарного магнитного упорядочения была предложена концепция биквадратичного межслойного обменного взаимодействия, физические причины возникновения которого активно обсуждались. Было предложено несколько возможных физических механизмов биквадратичного обменного взаимодействия: нелинейные поправки в рамках косвенного РККИ взаимодействия [33], флуктуации толщины неферромагнитной прослойки [34], наличие магнитных примесей вблизи интерфейсов в прослойке Cr [35] и другие.

Главным вопросом стала экспериментальная проверка предлагаемых механизмов биквадратичного обменного взаимодействия, для чего потребовалось развитие экспериментальных методик прямого определения магнитного упорядочения в металлических магнитных сверхрешетках с разрешением по отдельным слоям, а также методик для определения структуры межслойных границ. Одной из апробированных методик прямого определения магнитного упорядочения в многослойных наноструктурах является рефлектометрия поляризованных нейтронов (РПН) [36], которая начала активно развиваться к началу работы над диссертацией. Ввиду прямого взаимодействия спина нейтрона с атомным магнитным моментом, рефлектометрия поляризованных нейтронов позволяет определять распределение магнитных моментов в магнитных наноструктурах на уровне отдельных слоев [37], а незеркальное рассеяние нейтронов позволяет получить информацию о латеральной доменной структуре образцов. Ввиду сравнительно слабого потока нейтронов на современных нейтронных источниках, нейтронная рефлектометрия менее эффективна для исследования межслойных границ, однако, данное исследование может быть эффективно проведено с помощью рентгеновской рефлектометрии. Комплементарное (взаимодополняющее)

применение нейтронного и рентгеновского рассеяния позволяет достичь значительного прогресса в исследовании магнитных наноструктур.

1.2. Экспериментальные детали

Исследования были проведены на тонкопленочных системах и сериях сверхрешеток $^{57}\text{Fe}/\text{Cr}$ с различными толщинами слоев Fe и Cr, выращенных в лаборатории электрических явлений ИФМ УрО РАН на монокристаллических подложках $(102)\text{Al}_2\text{O}_3$ и $(001)\text{MgO}$. В процессе роста подложка сначала отжигалась в течение 1 часа при температуре $700\text{ }^\circ\text{C}$, после чего на нее наносился буферный слой Cr при температуре $300\text{ }^\circ\text{C}$. Дальнейший рост многослойной структуры проводился при пониженной температуре подложки. Типичные скорости роста составляли 1 \AA в минуту для Cr и 0.8 \AA в минуту для Fe. Для исследования влияния структуры межслойных границ на магнитные свойства сверхрешеток была выращена серия сверхрешеток при различных температурах роста основной многослойной структуры в интервале температур подложки от $20\text{ }^\circ\text{C}$ до $480\text{ }^\circ\text{C}$. Помимо указанной серии образцов, выращенных при разных температурах, исследовалась также серия образцов сверхрешеток $^{57}\text{Fe}/\text{Cr}$ с различными толщинами слоев Fe и Cr, выращенных при температуре подложки $180\text{ }^\circ\text{C}$.

Структурная характеристика образцов проводилась методами рентгеновской рефлектометрии и дифрактометрии на лабораторных рентгеновских дифрактометрах, а также методом резерфордского обратного рассеяния на ускорителе EG-5 в лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований.

Измерения рефлектометрии и незеркального рассеяния поляризованных нейтронов проводились на времяпролетном спектрометре СПН (познее РЕМУР) в лаборатории нейтронной физики им. И.М. Франка Объединенного института ядерных исследований, а также на нейтронных рефлектометрах ADAM, EVA и D17 в институте Лауэ-Ланжевена (Гренобль, Франция). Регистрация отраженной интенсивности производилась с помощью позиционно-чувствительных детекторов, как правило, производился также анализ поляризации отраженных нейтронов.

1.3. Влияние условий роста на структуру межслойных границ в сверхрешетках Fe/Cr

Структура межслойных границ оказывает важное влияние на формирование физических свойств магнитных металлических наноструктур. Изменяя структурные свойства интерфейсов в наноструктурах, можно существенным образом воздействовать на их макроскопическое поведение. Структура межслойных границ магнитных металлических наноструктур в значительной степени определяется условиями их роста, в частности, температурой подложки в процессе роста. Варьируя температуру подложки в процессе роста наноструктур, можно влиять на структурные свойства межслойных границ [38].

Следует отметить, что, согласно опубликованным результатам по *in situ* исследованиям процессов роста, формирование межслойных границ Fe/Cr (рост слоя хрома на поверхности железа) и Cr/Fe (рост слоя железа на поверхности хрома) происходит в одних и тех же условиях по-разному. Известно [39–41], что при росте слоев Cr на поверхности Fe наблюдается диффузия атомов Cr в поверхностные монослои Fe, приводящая к образованию неупорядоченного поверхностного сплава Fe-Cr. Этот процесс начинается уже при достаточно низких температурах роста (около

100 °C), а при температуре 300°C атомы Cr проникают в Fe на глубину от 2 до 4 монослоев. 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. При росте слоя Fe на поверхности Cr при низких температурах сплавообразования не происходит [40,41], однако, при отжиге полученных образцов в интервале температур от 200 °C до 300 °C наблюдалось сплавообразование – атомы Fe проникают в слой Cr, образуя упорядоченный сплав $Fe_{0.5}Cr_{0.5}$. [42]. Таким образом, при анализе структурных свойств интерфейсов с сверхрешетках Fe/Cr следует обращать внимание на разницу в структуре Fe/Cr и Cr/Fe интерфейсов.

Для установления корреляции между условиями роста и структурой межслойных границ нами была исследована серия сверхрешеток $Fe(20 \text{ \AA})/Cr(9 \text{ \AA})$, выращенных на монокристаллических подложках $(102)Al_2O_3$ при температурах роста T_{sub} в интервале от 20 °C до 280 °C. Для определения структуры межслойных границ сверхрешеток использовалась рентгеновская рефлектометрия, измерения проводились на лабораторном дифрактометре в излучении $Co K_{\alpha}$ при длине волны излучения $\lambda = 1.789 \text{ \AA}$. 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. Структурные свойства межслойных границ характеризовалась среднеквадратичной шероховатостью σ . Первоначально сверхрешетке ставился в соответствие идеальный профиль, параметры

которого в дальнейшем уточнялись по мере обработки экспериментальных результатов.

На рисунке 1.1 представлены экспериментальные рефлектограммы и результаты их моделирования для двух типичных образцов серии. Результаты представлены в виде зависимости интенсивности отраженного сигнала от вектора рассеяния $Q = 4\pi \sin(\theta)/\lambda$, где θ - угол скольжения. Результаты определения среднеквадратичной шероховатости межслойных границ Fe/Cr и Cr/Fe в сверхрешетках Fe/Cr в зависимости от температуры подложки представлены на рисунке 1.2.

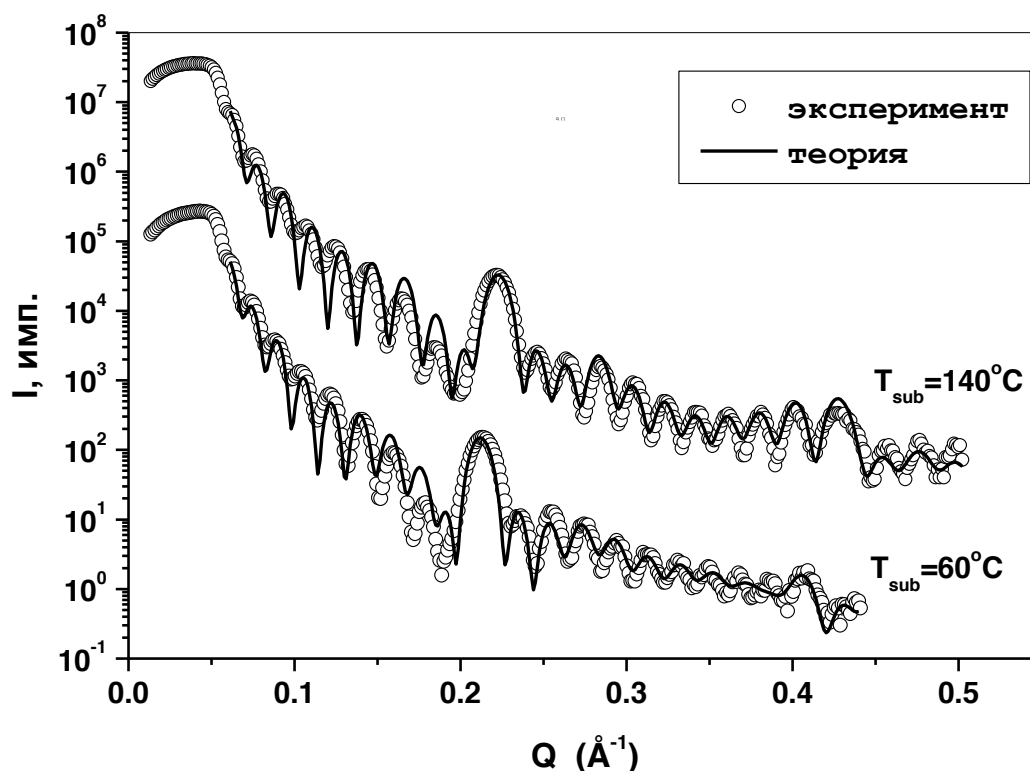


Рисунок 1.1. Экспериментальные рефлектограммы (символы) и результаты их моделирования (линии) для двух сверхрешеток Fe/Cr, выращенных при температурах подложки T_{sub} 60 °C и 140 °C.

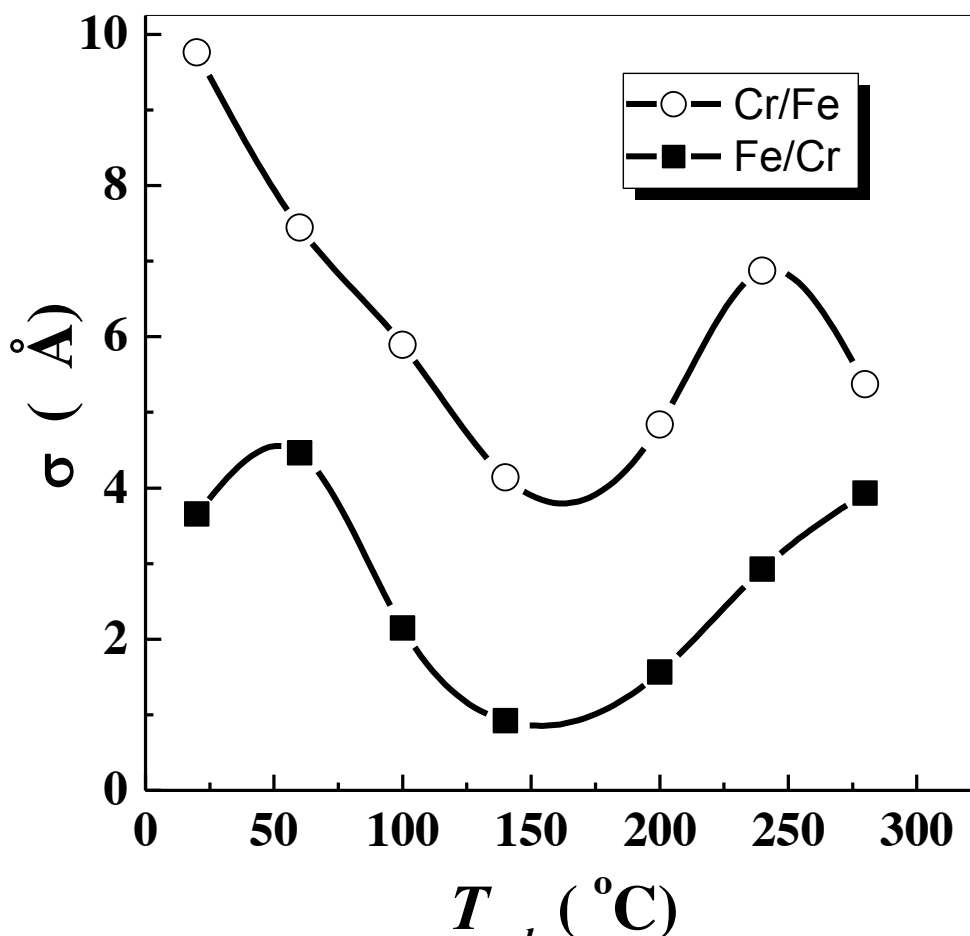


Рисунок 1.2. Зависимость σ_{sub} среднеквадратичной шероховатости межслойных границ Fe/Cr и Cr/Fe в сверхрешетках Fe/Cr от температуры роста сверхрешеток.

Отметим некоторые важные особенности полученных результатов. Из приведенных на рисунке 1.2 результатов видно, что характеристики интерфейсов Fe/Cr и Cr/Fe отличаются, причем во всех случаях шероховатость на границе Fe/Cr меньше. Сверхрешетки с наименьшей шероховатостью интерфейсов формируются при росте в узком интервале температур подложки $T_{sub} = 140$ °C - 200 °C.

Видно, что зависимости имеют немонотонный характер и отличаются друг от друга, что свидетельствует о разных механизмах формирования границ Fe/Cr и Cr/Fe. Следует отметить, что

рефлектометрический метод не дает однозначного ответа на вопрос, чем обусловлено несовершенство и различие межслойных границ. Согласно [39–41], 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 нашей оценкой среждеквадратичной шероховатости межслойной границы 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.

1.4. Незеркальное рассеяние нейтронов от сверхрешеток Fe/Cr с неколлинеарным магнитным упорядочением

Магнитная структура сверхрешеток Fe/Cr была определена с помощью незеркального рассеяния поляризованных нейтронов. На рисунке 1.3 в координатах углов падения (α_{in}) и отражения (α_f) нейтронного пучка приведены карты незеркального рассеяния поляризованных нейтронов от сверхрешетки $^{57}\text{Fe}(70\text{\AA})/\text{Cr}(9\text{\AA})$, измеренные с использованием позиционно-чувствительного детектора в состоянии насыщения (рис. 1.3а, $H = 5.5$ кЭ) и вдали от этого состояния (рис 1.3б, $H=440$ Э). Магнитное поле было приложено в плоскости образца и задавало направление поляризации падающих нейтронов. Измерения проведены на длине волны нейтронов 4.41\AA .

В состоянии насыщения (рисунок 1.3а) полученные результаты согласуются с моделью сверхрешетки с ферромагнитно упорядоченными моментами слоев Fe. Видна только линия, соответствующая зеркально отраженным от поверхности нейтронам ($\alpha_{in} = \alpha_f$). Интенсивные пики при $\alpha_{in} = \alpha_f = 0.029$ рад. и 0.058 рад. суть структурные брегговские пики первого и второго порядка, отражающие наличие периодической слоистой структуры вдоль нормали к поверхности образца. Незеркальное рассеяние нейтронов практически отсутствует, что свидетельствует о высоком структурном качестве сверхрешетки.

При уменьшении величины приложенного магнитного поля до 440 Э карта нейтронного рассеяния (рисунок 1.3б) существенно изменяется. По сравнению с картой рассеяния в состоянии насыщения, наблюдается дополнительное незеркальное рассеяние нейтронов вблизи положений полуцелых брегговских пиков при 0.0145 рад. и 0.0435 рад. Это дополнительное незеркальное рассеяние распределено вдоль линий, перпендикулярных рефлектометрической кривой, образуя сверхструктурные брегговские листы. Характерно, что никакого дополнительного незеркального рассеяния не наблюдается вблизи структурных брегговских пиков целых порядков.

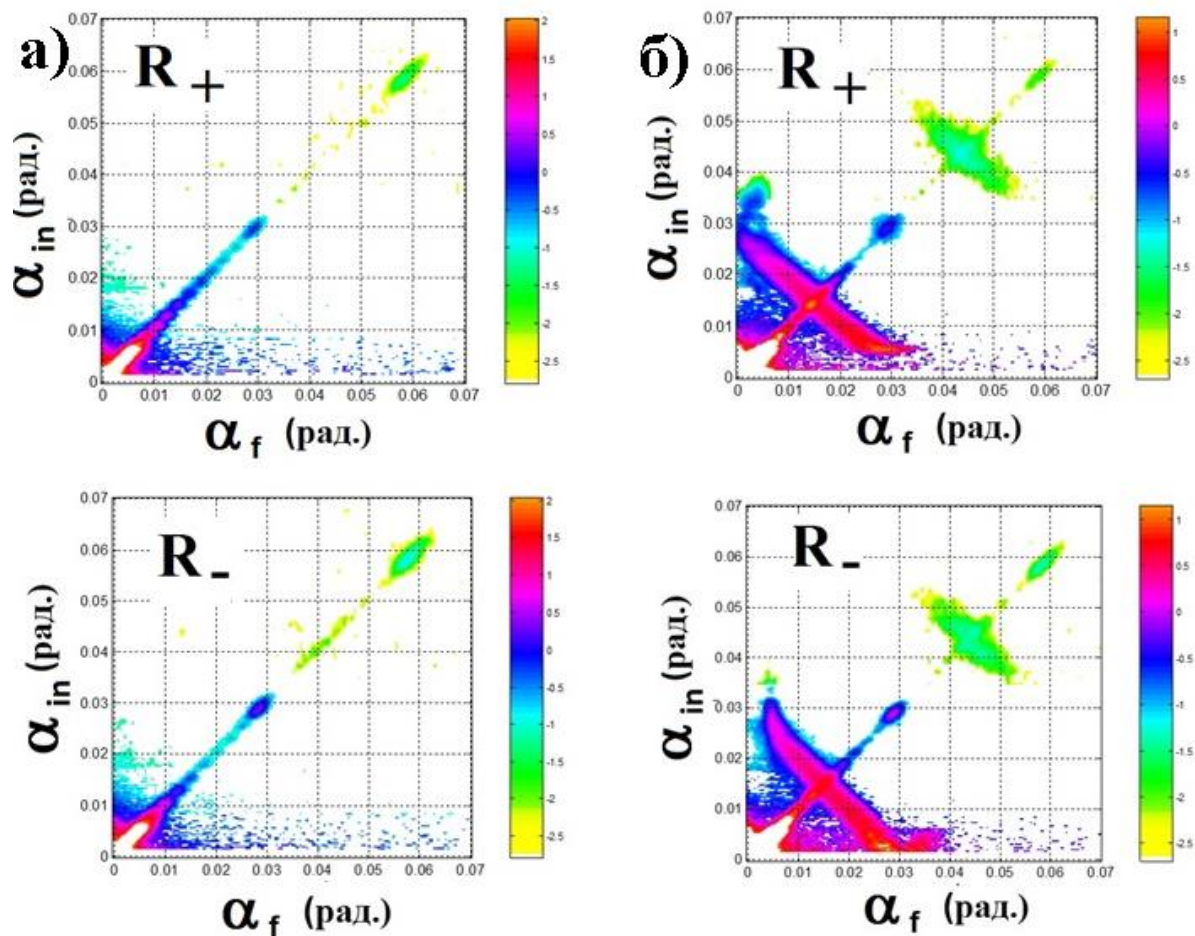


Рисунок 1.3. Карты незеркального рассеяния поляризованных нейтронов от сверхрешетки Fe(70 Å)/Cr(9 Å), измеренные (а) в состоянии насыщения ($H = 5.5$ кЭ) и (б) вдали от этого состояния ($H=440$ Э).

Природа наблюдаемых эффектов в нейтронном незеркальном рассеянии выяснилась после измерений с поляризационным анализом отраженного пучка. На пути отраженного пучка между образцом и детектором был помещен анализатор поляризации рассеянных нейтронов. Анализатор функционировал одновременно в двух модах: нейтроны одного спинового состояния проходили через анализатор, а другого - отражались от него. На рисунке 1.4 показана карта незеркального рассеяния для падающего (-) спинового состояния нейтронов. Полоса

пропускания анализатора, показанная на рисунке штриховой линией, захватывает только небольшой угловой диапазон рассеянных от образца нейтронов. Зеркальная линия для прошедших через анализатор нейтронов соответствует коэффициенту отражения нейтронов без переворота спина R_{-} . На зеркальной линии для R_{-} не наблюдается никаких пиков на положениях сверхструктурных брегговских рефлексов, в полосе пропускания анализатора не видно также незеркально отраженного от образца сигнала. За пределами полосы пропускания анализатора, где регистрируются нейтроны, рассеянные с переворотом спина (R_{+} состояние), заметен сигнал от сверхструктурного брегговского листа.

На рисунке 1.5 показана карта незеркального рассеяния для падающего (+) спинового состояния нейтронов. На этот раз полоса пропускания анализатора, показанная на рисунке штриховой линией, соответствует коэффициенту отражения нейтронов с переворотом спина R_{+-} . На зеркальной линии для R_{+-} не наблюдается никаких пиков на положениях структурных брегговских пиков целых порядков, в полосе пропускания анализатора видны брегговские листы на положениях, соответствующих сверхструктурным брегговским рефлексам. Таким образом, все незеркальное рассеяние, наблюдающееся на приведенных картах, происходит с переворотом спина, т.е., имеет чисто магнитное происхождение.

Из анализа приведенных графиков можно сделать вывод, что в малых магнитных полях вдали от состояния насыщения в образце формируется магнитная суперструктура с периодом, вдвое превышающим период сверхрешетки. Возникновение такой суперструктуры связано с формированием в образце антиферромагнитного или неколлинеарного упорядочения магнитных моментов соседних слоев Fe, при этом

возникшая магнитная периодичность строго выдерживается по всей сверхрешетке.

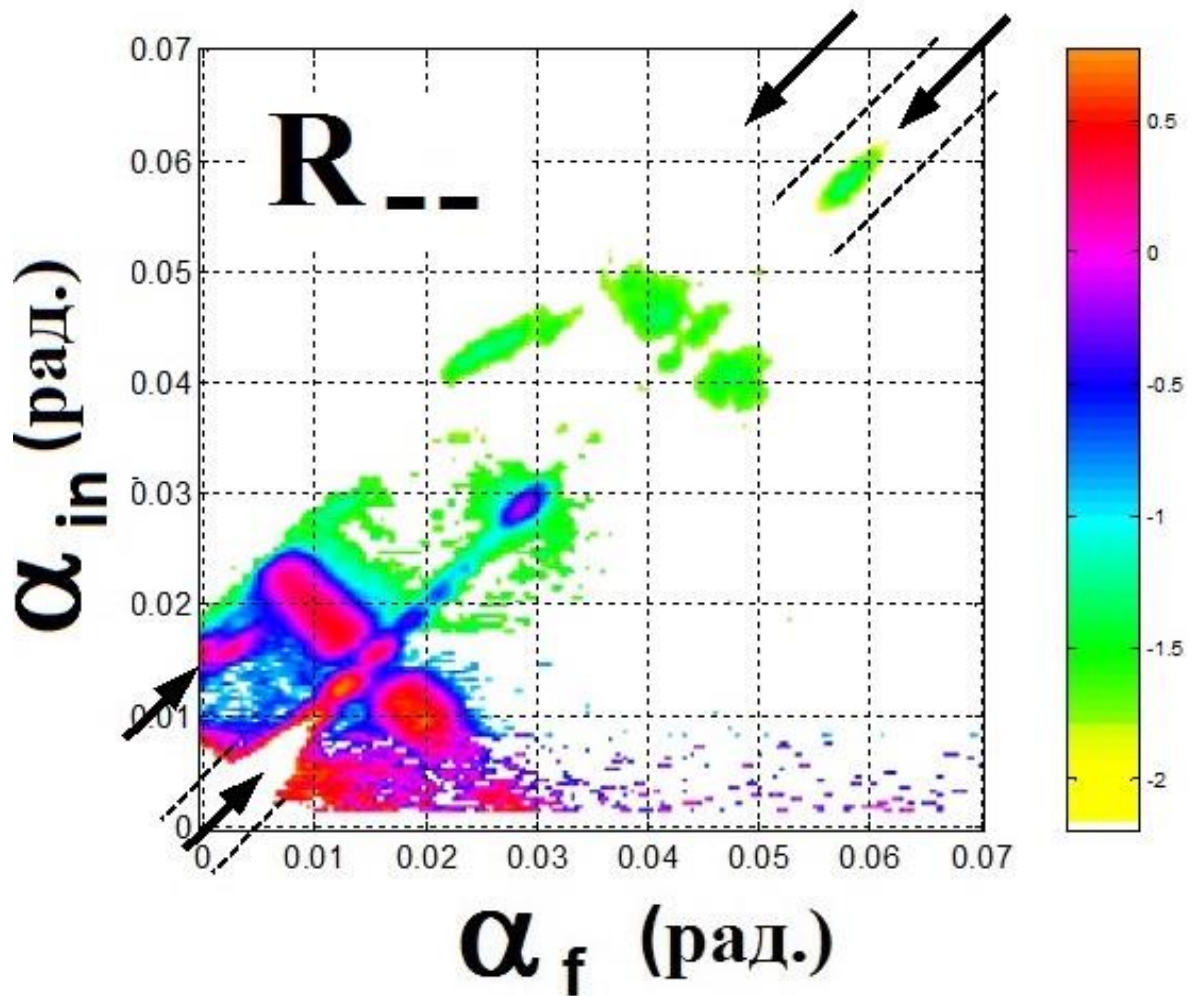


Рисунок 1.4. Карта незеркального рассеяния (-) поляризованных нейтронов от сверхрешетки Fe(70 Å)/Cr(9 Å), измеренная с анализатором в магнитном поле $H=440$ Э.

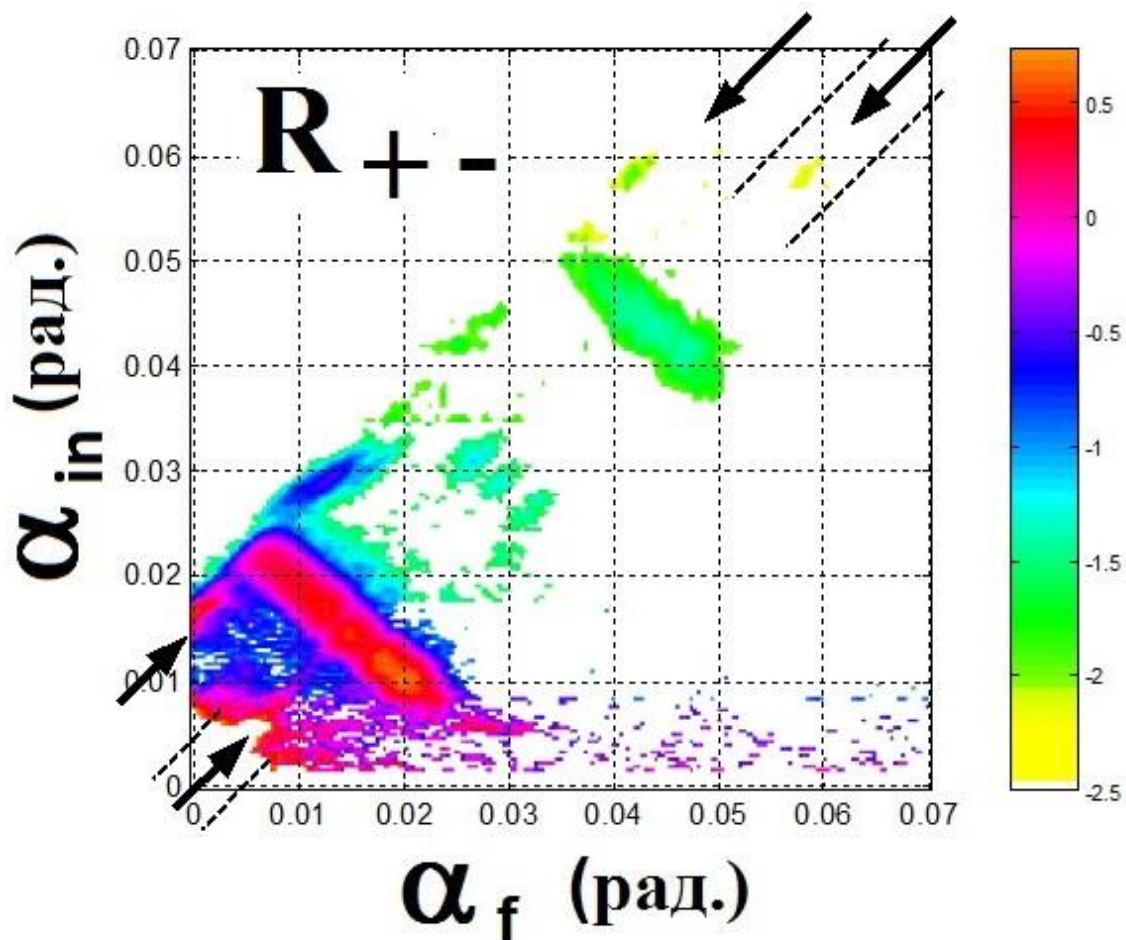


Рисунок 1.5. Карта незеркального рассеяния (+) поляризованных нейтронов от сверхрешетки Fe(70 Å)/Cr(9 Å), измеренная с анализатором в магнитном поле $H=440$ Э.

Тот факт, что, вместо рефлексов на положения сверхструктурных брегговских пиков, наблюдаются брегговские листы свидетельствует о разбиении системы на латеральные магнитные домены, отличающиеся знаком компоненты намагниченности, перпендикулярной приложенному внешнему магнитному полю. Магнитная структура в пределах каждого латерального домена вдоль нормали к поверхности образца строго коррелирована, магнитные моменты соседних слоев Fe отличаются знаком

проекции на направление, перпендикулярное направлению магнитного поля.

Таким образом, модель однородно намагниченных слоев, магнитные моменты которых ориентированы под некоторыми углами друг у другу, не применима для анализа рассеяния нейтронов в сверхрешетках Fe/Cr. Анализ только зеркально отраженного пучка (рефлектометрия) не позволяет определить магнитное упорядочение в таких сверхрешетках, т.к. при этом не учитываются незеркально отраженные нейтроны, рассеянные с переворотом спина.

Определение магнитной структуры в сверхрешетках с латеральной доменной структурой, таких как Fe/Cr, возможно только при анализе как зеркально, так и незеркально отраженных нейтронов, для получения информации о микроскопической магнитной структуре сверхрешеток нельзя ограничиваться экспериментальными данными только зеркального рассеяния нейтронов и необходимо привлекать данные по незеркальному рассеянию нейтронов.

1.5. Прямое определение угла неколлинеарности в сверхрешетках Fe/Cr из анализа незеркального рассеяния нейтронов

Определение угла между магнитными моментами соседних ферромагнитных слоев в сверхрешетках с латеральной доменной структурой из анализа нейтронного рассеяния представляет сложную задачу. Как мы показали выше, разбиение образца на латеральные домены приводит к появлению незеркального рассеяния нейтронов с переворотом спина в широком интервале углов падения и отражения нейтронов. Анализ полной карты незеркального рассеяния требует достаточно сложных

модельных теоретических расчетов. Мы покажем, что угол между магнитными моментами ферромагнитных слоев в сверхрешетках с латеральной доменной структурой может быть определен непосредственно из анализа незеркального рассеяния нейтронов при углах падения, близких к углам полного внешнего отражения.

На картах незеркального рассеяния нейтронов в малом магнитном поле (рисунок 1.3) можно заметить существенную разницу в форме береговских листов для нейтронов двух различных поляризаций при малых значениях углов падения α_{in} . В то время, как для нейтронов с (-) поляризацией незеркальное рассеяние присутствует при всех углах падения α_{in} вплоть до нуля, для (+) нейтронов существует некоторый критический угол α_{in}^c , ниже которого незеркально рассеянных нейтронов не регистрируется. Наличие такого критического угла является отражением того факта, что проникновение в образец нейтронов с (+) поляризацией ограничено эффектом полного внешнего отражения.

Критический угол, ограничивающий проникновение нейтронов с положительной проекцией спина в магнитную сверхрешетку, определяется уравнением

$$\sin(\alpha_{in}^c) = \lambda \sqrt{N(b_n + b_m)} / \pi, \quad (1.1)$$

где λ - длина волны нейтронов, N - атомная плотность, b_n и b_m - ядерная и магнитная части нейтронной длины рассеяния, соответственно.

В случае неколлинеарно упорядоченных магнитных моментов соседних ферромагнитных слоев в сверхрешетке, когда магнитные моменты слоев повернуты на угол $\pm\theta/2$ относительно приложенного магнитного поля, магнитная часть длины рассеяния будет определяться параллельной компонентой намагниченности $b_m = C \mu \cos(\theta/2)$. Здесь μ - атомный магнитный момент (в магнетонах Бора μ_B), а $C = 0.2692 \times 10^{-4}$

$\text{\AA}/\mu_B$. Таким образом, определяя критический угол α_{in}^c из экспериментальной карты незеркального рассеяния, можно рассчитать угол неколлинеарности с помощью уравнения (1.1). Отметим также, что для (-) поляризованных нейтронов в Fe/Cr критический угол отсутствует, т.к. разность $(b_n - b_m) < 0$.

На рисунке 1.6 приведены примеры оценок угла неколлинеарности в сверхрешетке Fe(70 °А)/Cr(9 °А), проведенные с помощью незеркального рассеяния положительно поляризованных нейтронов при двух значениях магнитного поля $H=440$ Э и $H = 1.6$ кЭ. Измерения проведены при длине волны нейтронов 4.41 Å. Как можно оценить из приведенных на рисунке 1.6 графиков, в магнитном поле $H = 440$ Э критический угол составляет $\alpha_{in}^c = 5 \times 10^{-3}$ радиан, а в поле $H = 1.6$ кЭ $\alpha_{in}^c = 6.1 \times 10^{-3}$ радиан. Используя известные параметры для ^{57}Fe $N = 8.48 \times 10^{22}$ ат. /см³, $b_n = 0.235 \times 10^{-12}$ см, $\mu = 2.2 \mu_B$, получаем значения углов θ 130° в поле $H = 440$ Э и 70° в поле $H = 1.6$ кЭ. Приведенные на том же рисунке результаты теоретического моделирования незеркального рассеяния в рамках модели DBWA, выполненные Б.П. Топервергом для данных значений углов, подтверждают правильность предложенного нами метода определения угла неколлинеарности.

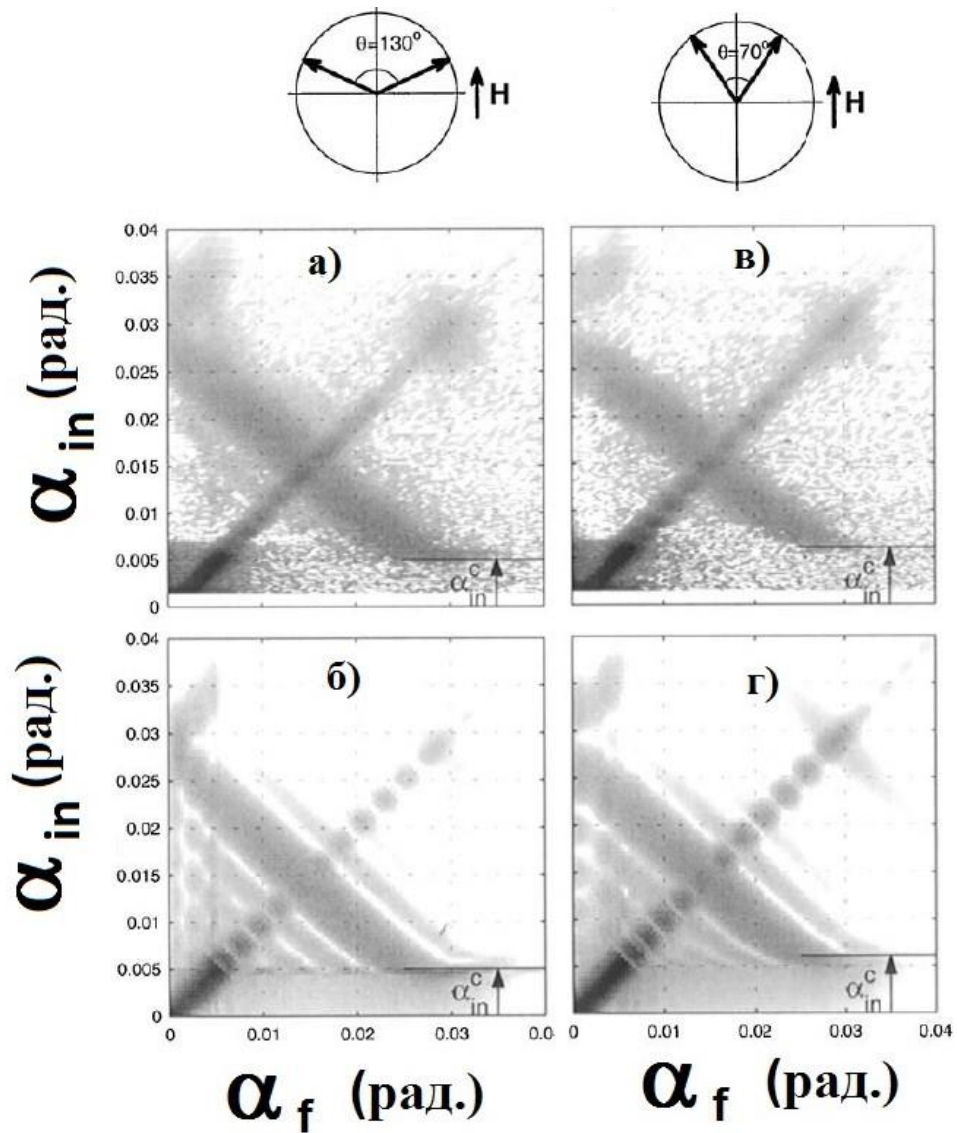


Рисунок 1.6. Определение угла неколлинеарности в сверхрешетке Fe(70 Å)/Cr(9 Å) с помощью незеркального рассеяния положительно поляризованных нейтронов в магнитном поле а) $H=440$ Э и в) $H = 1.6$ кЭ, а также результаты теоретического моделирования в рамках модели DBWA для магнитных полей б) $H=440$ Э и г) $H = 1.6$ кЭ.

1.6. Влияние структуры интерфейсов на магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr

В результате применения предложенного выше метода определения угла неколлинеарности с помощью незеркального рассеяния нейтронов, был определен угол между соседними моментами слоев Fe в ряде образцов серии. На рисунке 1.7 представлены полученные нами результаты. Поскольку прямым следствием наличия антиферромагнитного (или неколлинеарного) магнитного упорядочения в Fe/Cr является эффект гигантского магнетосопротивления [28, 29], для сравнения приведены также данные по величине эффекта GMR в исследованных образцах (измерения проведены Л.Н. Ромашевым). Из сопоставления результатов рентгеновских (рисунок 1.2) и нейтронных (рисунок 1.7) измерений можно сделать следующие выводы.

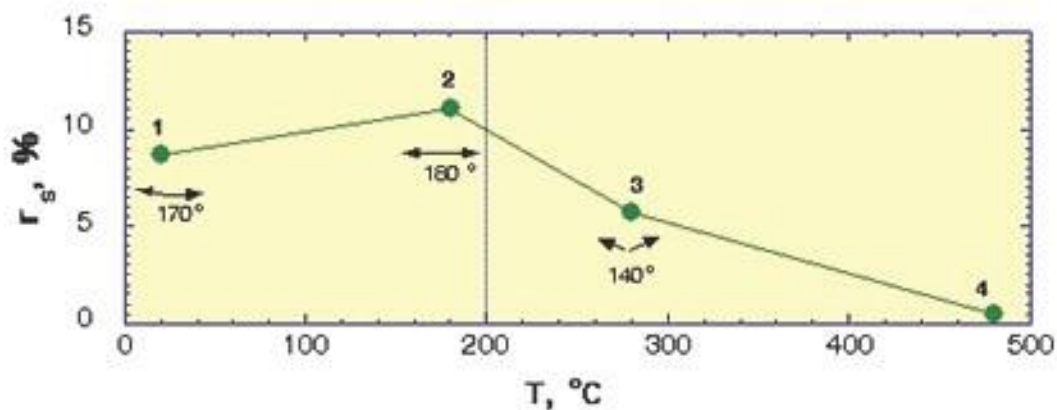


Рисунок 1.7. Величина эффекта гигантского магнетосопротивления и угол между магнитными моментами слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr, выращенных при различных температурах подложки.

Из сопоставления данных рентгеновской рефлектометрии и незеркального рассеяния нейтронов установлено, что в сверхрешетках Fe, выращенных при различных температурах подложки, существует прямая корреляция между среднеквадратичной шероховатостью межслойных границ и углом между соседними моментами слоев Fe, составляющим 180° при оптимальной температуре роста $T_{sub}=180^\circ\text{C}$, 170° при $T_{sub}=60^\circ\text{C}$ и 140° при $T_{sub}=280^\circ\text{C}$. Во-первых, в сверхрешетке, выращенной при оптимальных условиях наблюдается антиферромагнитное упорядочение и, соответственно, наибольшая величина магниторезистивного эффекта. Во-вторых, отклонение от оптимальных условий роста приведет к формированию неколлинеарного магнитного упорядочения в сверхрешетках. Можно предположить, что при повышенных температурах роста несовершенство межслойных границ будет обусловлено эффектами интердиффузии Fe-Cr, а при пониженных температурах - геометрической шероховатостью сравнительно резких межслойных границ. Отметим, что в сверхрешетках, выращенных при пониженных температурах наблюдается лишь незначительное изменение угла между соседними моментами слоев Fe, в то время как повышение температуры роста приводит к значительному уменьшению угла.

Таким образом, на формировании неколлинеарного магнитного упорядочения в сверхрешетках Fe/Cr главным образом сказывается несовершенство межслойных границ только определенного типа - интердиффузия на межслойных границах. Геометрическая шероховатость (вариации толщины слоев при сохранении резкой границы Fe/Cr) менее существенны при формировании неколлинеарного упорядочения. Отметим также, что наши результаты еще раз подтверждают, что величина магнетосопротивления в сверхрешетках Fe/Cr определяется углом между магнитными моментами соседних ферромагнитных слоев в сверхрешетке

и лишь в незначительной степени зависит от структурных свойств межслойных границ.

1.7. Заключение и выводы по главе 1

В настоящей главе нами исследовано влияние структурных свойств межслойных границ на магнитное упорядочение в сверхрешетках Fe/Cr. Комплементарным применением рентгеновской рефлектометрии и незеркального рассеяния поляризованных нейтронов установлена прямая корреляция между степенью несовершенства межслойных границ Fe-Cr и углом между магнитными моментами соседних слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr. В сверхрешетках с наилучшими межслойными границами реализуется антиферромагнитное упорядочение, ухудшение структурных свойств межслойных границ приводит к формированию неколлинеарного магнитного упорядочения. Экспериментально показано, что в сверхрешетках Fe/Cr формируется латеральная доменная структура, рассеяние поляризованных нейтронов на которой приводит к незеркальному рассеянию нейтронов с переворотом спина. Предложен оригинальный метод определения угла неколлинеарности в магнитных сверхрешетках из анализа незеркального рассеяния поляризованных нейтронов. Основные результаты данной главы опубликованы в работах [5–15].

Глава 2. Неоднородная магнитная структура в сверхрешетках Fe/Gd

В настоящей главе развит оригинальный комплементарный метод, сочетающий применение рефлектометрии поляризованных нейтронов (РПН) и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии (РРМР) для определения атомной и магнитной структуры магнитных сверхрешеток. Предложен новый метод расчета сечений рассеяния РРМР, разработана программа одновременной обработки и самосогласованного фитирования рентгеновских и нейтронных спектров в рамках единой модели. Разработанный метод был успешно применен для определения магнитной структуры сверхрешеток $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$ как функции температуры и магнитного поля.

Показано, что самосогласованное одновременное фитирование спектров ПНР и РРМР позволяет определить толщинную и элементную зависимость профили намагниченности в сверхрешетке с разрешением по элементам и по глубине с беспрецедентным разрешением, близким к атомному. Установлено, что наличие малого числа периодов и асимметричная структура сверхрешетки (слои Fe сверху и слои Gd снизу) приводит к возникновению уникальных низкотемпературных магнитных фаз, замечательных вращением магнитных моментов Fe и Gd, а также неоднородным изменением вектора намагниченности внутри слоев Gd. Данное магнитное состояние остается стабильным в малых магнитных полях и при температуре 20 К, что значительно ниже температуры компенсации данной системы.

2.1. Магнетизм ферромагнитных сверхрешеток Fe/Gd

Одно из активно развивающихся направлений в физике магнитных металлических наноструктур - исследование многослойных систем, образованных двумя ферромагнитными металлами, в частности, редкоземельными и переходными ферромагнетиками. Для таких систем характерно разнообразие структурных и магнитных свойств, сложные магнитные фазовые диаграммы. Примерами таких систем могут служить Co/Gd [43] и Ni/Gd [44], где большую роль в формировании магнитных свойств играет интердиффузия редкоземельных и переходных металлов, а также системы со сравнительно резкими границами, например, Fe/Gd.

Поскольку в Fe/Gd образуются резкие интерфейсы из-за слабой взаимной диффузии Fe и Gd [45], становится возможным выращивать сверхрешетки с почти совершенной слоистой структурой. Многообразие магнитных конфигураций в системах Fe/Gd вытекает из конкуренции различных магнитных взаимодействий: зеемановского, сильного антиферромагнитного обменного взаимодействия на интерфейсах Fe-Gd и внутрислойного обменного взаимодействия, которое относительно слабо для Gd и сильно для Fe. Сильная температурная зависимость намагниченности для Gd ($T_c = 293$ K) и относительно слабая температурная зависимость для Fe ($T_c = 1043$ K) позволяют получать сложные магнитные фазовые диаграммы в зависимости от температуры и приложенного магнитного поля [46–48]. Кроме того, эффект близости Fe-Gd приводит к увеличению магнитного момента Gd вблизи интерфейсов Gd/Fe [49].

Основное внимание при изучении систем Fe/Gd было сфокусировано на исследовании сверхрешеток с большим числом повторений (пар слоев Fe/Gd). Теоретические расчеты [46–48] показали, что для сверхрешеток

Fe/Gd с бесконечным числом повторений в магнитном поле могут реализовываться три магнитные фазы: Gd-упорядоченная, Fe-упорядоченная и скошенная. В случае Gd-упорядоченной фазы магнитные моменты Gd ориентированы вдоль направления магнитного поля, а магнитные моменты Fe - против поля. Эта фаза стабильна при низких температурах, когда магнитный момент Gd доминирует. При высоких температурах, когда доминирует магнитный момент Fe, реализуется Fe-упорядоченная фаза с противоположной магнитной конфигурацией. Скошенная фаза, когда магнитные моменты Fe и Gd ориентированы под некоторым углом к внешнему магнитному полю, реализуется вблизи температуры компенсации, при которой магнитные моменты Fe и Gd примерно равны друг другу. Скошенная фаза может быть также получена из упорядоченной фазы при приложении достаточно сильного магнитного поля.

Вышеописанная теоретическая картина для сверхрешеток Fe/Gd была подтверждена большим числом экспериментов. Были успешно применены экспериментальные техники, позволяющие определить распределение магнитных моментов по глубине, такие как рефлектометрия поляризованных нейтронов [50–53] и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия [49,54–56], которые подтвердили справедливость данной теоретической модели.

Был обнаружен также температурный гистерезис при переходе между Gd и Fe-ориентированными фазами и успешно описан в рамках той же теоретической модели [57,58]. Было также обнаружено [49,56], что при высоких температурах модуль вектора намагниченности изменяется с толщиной внутри слоев Gd таким образом, что магнитные моменты Gd увеличены вблизи интерфейсов Fe/Gd и уменьшены в центре слоев Gd.

Аналогичные эффекты были обнаружены и в других системах на основе Gd, например, Co/Gd [57], CoGd/Gd [59], Ni/Gd [60].

В то время, как магнитная фазовая диаграмма для сверхрешеток $[\text{Fe}/\text{Gd}]_n$ с большим числом повторений хорошо известна, системы с малым числом повторений мало изучены. Нарушенная симметрия на интерфейсах, размерные эффекты, асимметричная компоновка (слои разных металлов сверху и снизу слоистой структуры) играют значительную роль в формировании новых магнитных конфигураций. Микромагнитные расчеты показывают [61], что возможны ситуации, когда размерные эффекты приводят к появлению сложной доменной структуры внутри слоев Gd, то есть, в отличие от обычных сверхрешеток Fe/Gd, формируется неоднородная внутрислойная магнитная структура, когда возможно изменение магнитных моментов с глубиной как по величине, так и по направлению.

Ниже будет показано, что именно такая ситуация реализуется в сверхрешетках $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$, где магнитометрические данные не могут быть описаны в рамках стандартной модели и можно предполагать наличие сложной внутрислойной магнитной структуры. Для того, чтобы исследовать такие структуры, необходимо использовать экспериментальные техники, способные определять элементарно-чувствительные векторные профили намагниченности в слоистых наноструктурах с разрешением по глубине. Разрешение по глубине должно быть достаточным для определения неоднородной внутрислойной магнитной структуры в системе.

2.2. Рефлектометрия поляризованных нейтронов и резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия

Для того, чтобы понимать и использовать физические механизмы, ответственные за новые физические свойства магнитных наноструктур, необходимо иметь возможность прецизионно определять (на субнанометровом уровне) неоднородные профили намагниченности, которые типичны для таких систем. Определение неоднородного профиля намагниченности внутри тонких ферромагнитных слоёв представляет собой очень сложную задачу, особенно, если магнитные моменты могут изменяться как по величине, так и по направлению. Как отмечалось выше, к числу наиболее значимых методик для таких исследований относятся РПН и РРМР. Обе методики достаточно хорошо разработаны и неоднократно применялись по-отдельности для определения распределений магнитных моментов с толщиной в магнитных наноструктурах [50,62].

РПН основана на анализе спин-зависящего зеркального отражения поляризованных нейтронов, падающих под малыми углами скольжения, от поверхности магнитных наногетероструктур. Преимуществом этой методики является то, что она основана на прямом взаимодействии спинов нейтронов с атомными магнитными моментами и позволяет получить информацию о глубинной зависимости двух компонент магнитного момента, лежащих в плоскости образца, в абсолютных единицах. С другой стороны, эта техника не обладает чувствительностью к элементному составу и, ввиду низкой интенсивности нейтронных пучков, имеет ограниченное пространственное разрешение. В случае магнитных наноструктур, РПН способна определять локальные изменения магнитных моментов, спектры РПН могут быть описаны, используя модельный

профиль намагниченности, свернутый с номинальной функцией разрешения.

Не смотря на то, что пространственное разрешение ограничено, РПН зачастую способна разрешать вариации магнитных моментов в пространственных областях меньших, чем номинальное экспериментальное пространственное разрешение, оцененное из измеренного интервала векторов рассеяния [63], но в этом случае остается нерешенной проблемой отсутствие систематического способа определения профилей намагниченности за пределами номинального экспериментального разрешения. Если же такие возможные решения могут быть генерированы независимо, РПН становится эффективным инструментом для отбора правильного решения.

В частном случае наноструктур Fe/Gd возникает дополнительное усложнение при использовании РПН как инструмента для определения профилей намагниченности. Как правило, нейтронные сечения рассеяния для тепловых нейтронов хорошо известны и табулированы, причем они не зависят от энергии нейтронов. Gd представляет собой редкое исключение; нейтронные сечения рассеяния для Gd сильно зависят от энергии из-за значительного резонансного поглощения в области тепловых энергий, причем каждый изотоп Gd характеризуется своей собственной энергетической зависимостью [64]. Фактически, даже малые изменения в изотопном составе Gd сильно сказывается на нейтронных сечениях рассеяния Gd. С практической точки зрения это означает, что для каждой конкретной системы, содержащей Gd, необходимо экспериментально определять нейтронные длины рассеяния.

При работе в режиме жёсткого рентгеновского излучения, РРМР основана на использовании резонансного усиления магнитного рассеяния рентгеновских лучей вблизи К-краёв переходных металлов и L-краёв

редкоземельных элементов. РРМР обеспечивает как чувствительность к элементному составу, так и высокое пространственное разрешение ввиду высокого потока фотонов на современных синхротронных источниках.

Однако, при работе с циркулярно-поляризованным излучением, с помощью РРМР можно измерить только одну компоненту магнитного момента, лежащую в плоскости образца и в плоскости рассеяния. Поскольку фотоны не взаимодействуют напрямую с магнитными моментами, сечения рассеяния для резонансного магнитного рассеяния достаточно малы и могут зависеть от локальной структуры образца, что делает необходимым проведение дополнительных экспериментов по поглощению для определения длин рассеяния. Кроме того, не всегда можно измерить резонансные магнитные сигналы для всех элементов, присутствующих в исследуемых наногетероструктурах.

Слабым местом обеих рассматриваемых методик является то, что измеренная интенсивность рассеяния не содержит фазовой информации и это делает невозможным нахождение единственного решения для профиля намагниченности из экспериментальных данных. Сигнал РРМР с использованием циркулярно-поляризованного рентгеновского излучения определяется интерференцией зарядового и магнитного рассеяния [19] и потому зависит от изменений с глубиной как химического состава, так и магнитных моментов. При этом надо иметь в виду, что сечения зарядового рассеяния на несколько порядков превосходят сечения магнитного рассеяния, так что неопределенность в установлении химической структуры образца как функции глубины будет влиять на результаты определения толщинных профилей намагниченности.

При исследовании сложных магнитных систем, в которых изменения магнитных моментов происходят как на коротких, так и на больших масштабах, РРМР зачастую более чувствительна к изменениям на

коротких масштабах. Малая глубина проникновения рентгеновского пучка в образец при углах, близких к углу полного внешнего отражения, ограничивает чувствительность РРМР к вариациям магнитных моментов на больших масштабах, включая даже сложность определения интегрального магнитного момента системы.

В отличие от РРМР, РПН крайне чувствительна к изменениям магнитных моментов на больших масштабах, надежна в определении интегрального магнитного момента. Комплементарный подход, сочетающий РПН и РРМР, позволяет компенсировать недостатки и усилить достоинства обоих методов и, таким образом, определять неоднородные элементчувствительные профили намагниченности в ферромагнитных наногетероструктурах с очень высоким пространственным разрешением. Наш подход предполагает проведение измерений РПН и РРМР на одних и тех же образцах при одних и тех же экспериментальных условиях, а затем самосогласованное фитирование нейтронных и рентгеновских экспериментальных спектров с использованием единой параметризованной модели. Подчёркиваем важность такого комбинированного подхода, поскольку он позволяет получить результаты, которых невозможно добиться при использовании только одной из этих методик.

2.3. Экспериментальные детали

Исследованная сверхрешетка $[\text{Fe}(3.5 \text{ нм})/\text{Gd}(5 \text{ нм})]_5$ была выращена в Аргоннской национальной лаборатории США методом высоковакуумного магнетронного распыления на подложке Si с буферным и защитным слоями Al толщиной 10 нм и 5 нм, соответственно. Образец был разрезан на две части, одна использовалась для магнитометрических измерений,

вторая - для нейтронно-синхротронных измерений. Структурная характеристика была проведена с помощью рентгеновской рефлектометрии, измерения были выполнены на станции 4ID-D (Advanced Photon Source) в Аргоннской национальной лаборатории США. Рефлектометрические измерения были выполнены при двух энергиях: в нерезонансных условиях ($E=6500$ эВ) вдали от краев поглощения Fe and Gd и на краю поглощения Gd L_2 ($E=7929$ эВ). Нерезонансные измерения были проведены при комнатной температуре для линейно σ -поляризованного излучения, резонансные измерения - при температурах $T=140$ К и $T=20$ К с циркулярно-поляризованным излучением (кривые для правой и левой циркулярных поляризаций были усреднены).

Магнитометрические измерения были выполнены на СКВИДмагнетометре. Измерения РРМР и XMCD проводились на станции 4ID-D (Advanced Photon Source) в Аргоннской национальной лаборатории США. РРМР была измерена на Gd- L_2 крае поглощения при энергии фотонов $E=7929$ эВ. Линейно поляризованный пучок синхротронного излучения был сначала монохроматизирован с помощью двухкристального монохроматора Si(111), а затем преобразован в циркулярно-поляризованный пучок с помощью четвертьволновой алмазной (111) пластинки, работающей в брегговской геометрии на прохождение [65, 66]. Сигнал РРМР измерялся как разность в интенсивностях коэффициентов отражения для двух различных циркулярных поляризаций ($R_+ - R_-$). Измерения рентгеновского циркулярного магнитного дихроизма (XMCD) были выполнены во флуоресцентной моде, измеряя поглощение для излучения двух противоположных циркулярных поляризаций при сканировании энергии фотонов через край поглощения Gd L_2 .

Измерения РПН спектров были проведены на рефлектометре NG1 (NIST) в стандартной геометрии $\theta - 2\theta$ с постоянной длиной волны 4.75 Å

и с полным поляризационным анализом. Отраженные нейтроны регистрировались с помощью точечного детектора только в канале зеркального отражения. Нейтронные и синхротронные измерения были выполнены при температуре $T = 20$ К для двух значений магнитного поля $H=50$ мТ и 500 мТ. Было проведено также дополнительное калибровочное измерение при $T = 140$ К в магнитном поле $H=50$ мТ. Чтобы приготовить магнитное состояние, образец был сначала охлажден от комнатной температуры в поле $H=500$ мТ; затем магнитное поле уменьшали до требуемого значения. В нейтронных экспериментах магнитное поле направляли перпендикулярно горизонтальной плоскости рассеяния, ось квантования нейтронов была ориентирована вдоль приложенного магнитного поля. В синхротронных экспериментах магнитное поле было приложено в горизонтальной плоскости рассеяния. В обоих случаях магнитное поле находилось в плоскости образца.

2.4. Структурная и магнитная характеристика

Резонансная и нерезонансная кривые рентгеновской рефлектометрии были фитированы одновременно в рамках одной структурной модели, результаты представлены на рисунке 2.1. Длины рассеяния фотонов с энергией $E=7929$ эВ на Gd были определены нами экспериментально с помощью комплементарных измерений по поглощению. Методика проведения измерений обсуждается ниже. Для нерезонансных элементов были использованы табулированные значения длин рассеяния, взятые с сайта http://henke.lbl.gov/optical_constants/.

Результаты структурной характеристики представлены в таблице 2.1. При моделировании рефлектометрических спектров, слои Fe и Gd полагались идентичными, за исключением нижнего слоя Gd, выращенного

на буфере Al и образующего в интерфейсной области сплав с Al. Такое образование интерфейсных сплавов хорошо известно для слоистых систем Al/Gd [67]. Хорошо определенные брегговские пики вплоть до 5 порядка свидетельствуют о хорошо скоррелированной слоистой структуре в сверхрешетке. Отметим также малую среднеквадратичную шероховатость σ на межслойных границах между Fe и Gd.

Таблица 2.1

Структурные параметры сверхрешетки $[\text{Fe}(35^\circ \text{A})/\text{Gd}(50^\circ \text{A})]_5$ согласно данным рентгеновской рефлектометрии.

слой	толщина (Å)	σ (Å)
Al ₂ O ₃	45.1(2)	4.5(2)
Al	5.4(6)	1.9(4)
Fe (сверхрешетка)	38.4(6)	1.3(6)
Gd (сверхрешетка)	48.4(3)	4.7(8)
Gd (последний слой)	22.9(7)	4.3(9)
Gd ₂ Al ₃	27.5(7)	1.6(6)
Al (буфер)	91(10)	4.4(9)

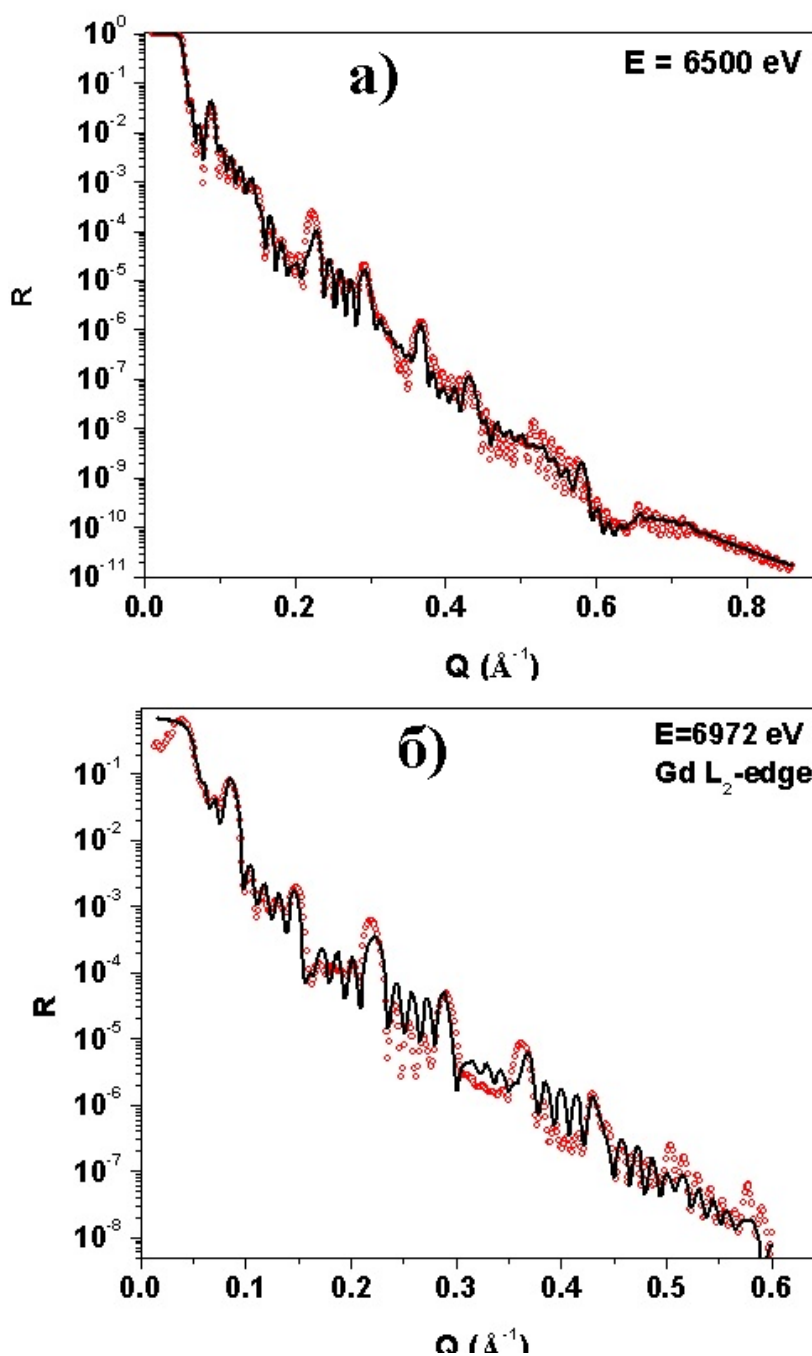


Рисунок 2.1. Экспериментальные (символы) и соответствующие теоретические (линии) кривые рентгеновской рефлектометрии от образца $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$, измеренные при энергии фотонов (а) $E=6500$ эВ и (б) $E=7929$ эВ (Gd L_2 резонанс).

Интегральные магнитные свойства с разрешением по элементам были получены с помощью комбинированной СКВИД и ХМСД магнитометрии. Обычная магнитометрия дает информацию об интегральном магнитном моменте системы в абсолютных единицах, в то время как интегральный сигнал ХМСД пропорционален усредненному по толщине магнитному моменту Gd . Комбинируя информацию, полученную с помощью СКВИД и ХМСД магнитометрии, можно определить полный магнитный момент системы в абсолютных единицах с разрешением по элементам. Интегральный магнитный сигнал, измеряемый СКВИД и ХМСД, может изменяться либо из-за уменьшения величины магнитного момента Gd , например, из-за дефектов или эффекта близости $Gd-Fe$, либо из-за поворота магнитных моментов относительно направления приложенного магнитного поля.

На рисунке 2.2 представлена температурная зависимость магнитного момента на единицу площади, измеренная с помощью СКВИД в магнитных полях 10 мТ и 50 мТ. Изменение намагниченности с температурой обусловлено, главным образом, изменением с температурой величины упорядоченного магнитного момента Gd , который в объемном Gd меняется от $7.55\mu_B$ в расчете на атом при $T=0$ К до нуля при $T=293$ К. Минимум магнитного сигнала при $T=65$ К (в поле $H=10$ мТ) и $T=90$ К (в поле $H=50$ мТ) соответствует температуре компенсации T_{comp} системы, при которой суммарный магнитный момент Gd и Fe равен нулю. Температура компенсации в нулевом поле оценивается $T_{comp}=60$ К. Петли гистерезиса, измеренные при $T=60$ К вблизи температуры компенсации, а также вдали от этой температуры ($T=20$ К и $T=140$ К), представлены на рисунке 2.3.

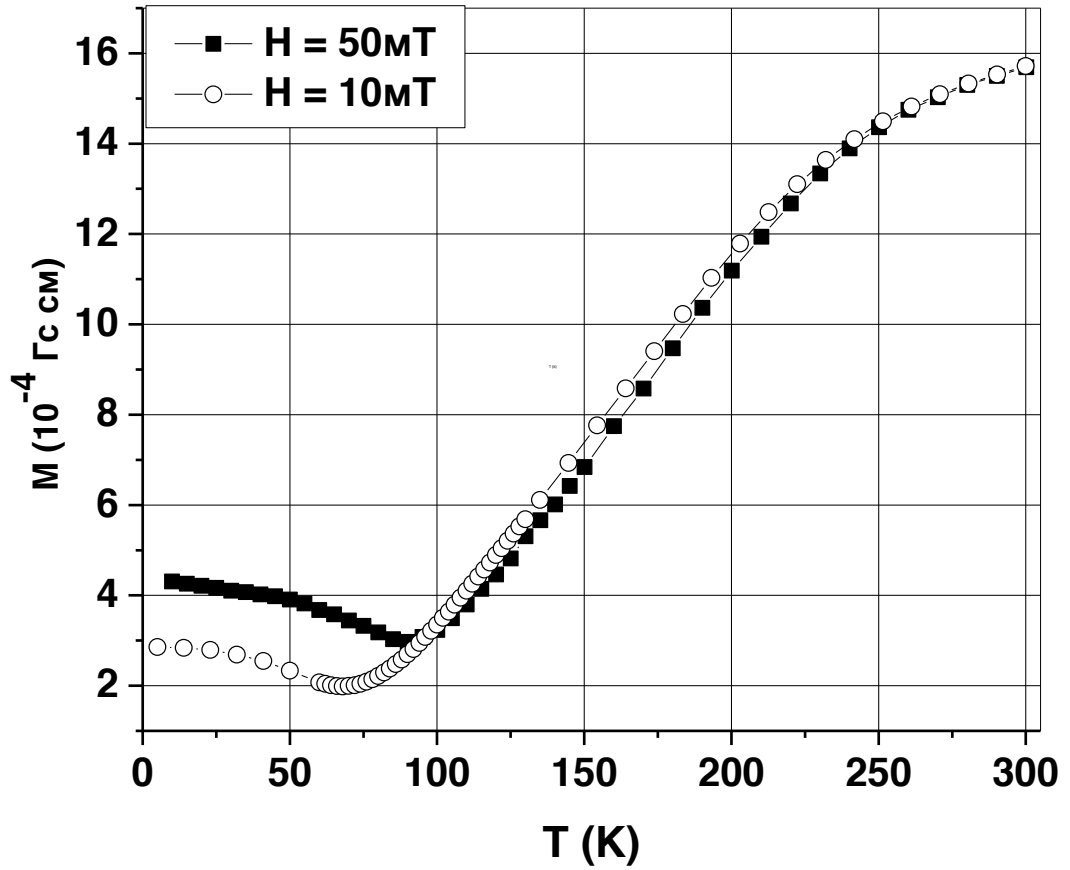


Рис. 2.2. Температурная зависимость магнитного момента на единицу площади $M(T)$ для сверхрешетки $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$, измеренная в магнитных полях $H = 10$ мТ и 50 мТ.

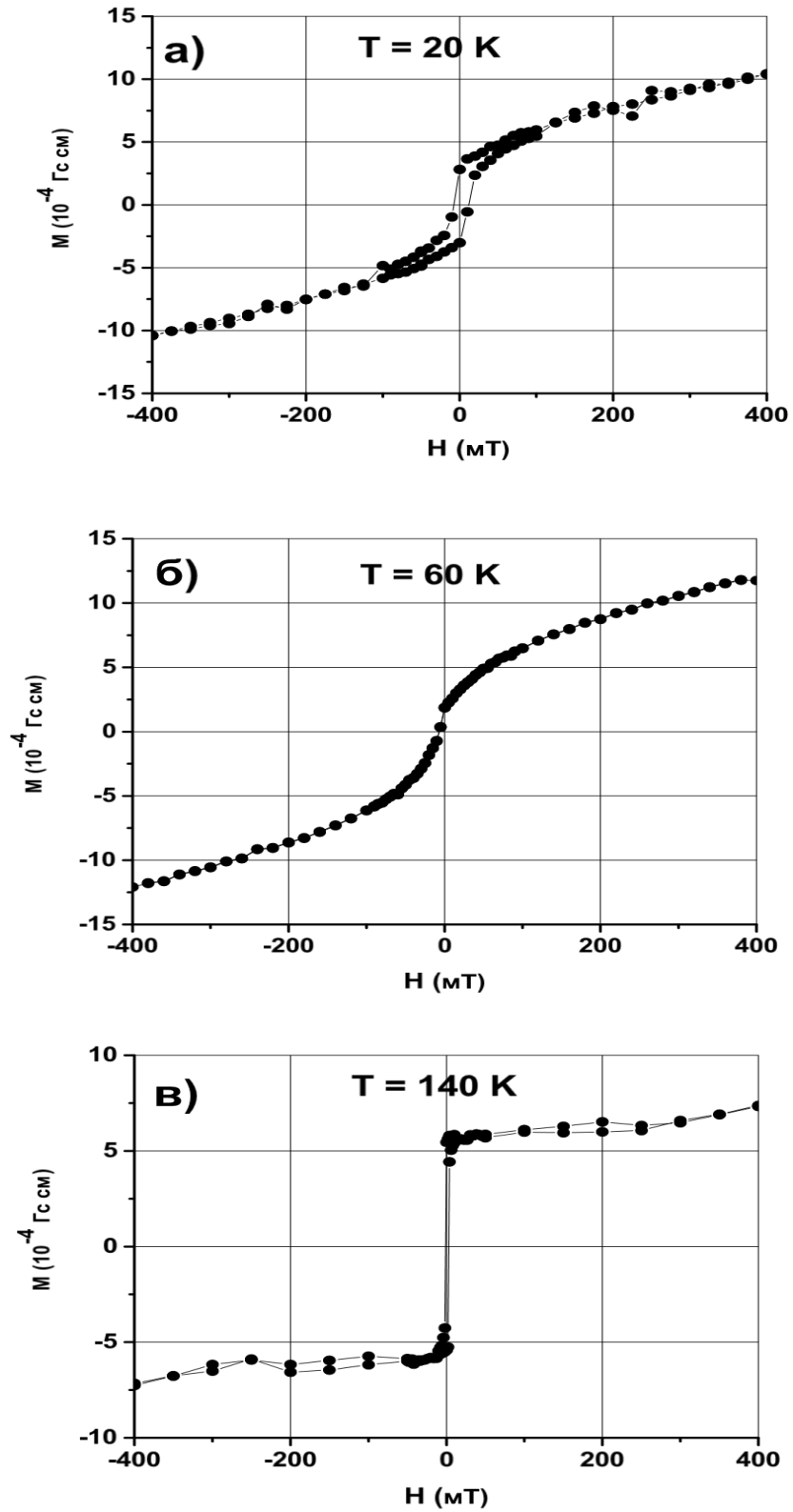


Рис. 2.3. Петли гистерезиса для сверхрешетки $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$, измеренные для Fe-упорядоченной фазы ($T = 140$ K), в точке компенсации ($T = 60$ K) и при температуре значительно ниже компенсации ($T = 20$ K).

Магнитный гистерезис, представленный на рисунке 2.3в, типичен для сверхрешеток Fe/Gd систем, находящихся в Fe-упорядоченной фазе. Его существенная особенность – «плато» на петле гистерезиса. При увеличении магнитного поля от 0 до 300 мТ магнитный сигнал не изменяется. Эта область представляет собой "истинное- Fe-упорядоченное состояние, когда магнитные моменты Fe направлены вдоль приложенного магнитного поля, а магнитные моменты Gd - против поля. Когда магнитное поле становится достаточно сильным (около 300 мТ), начинает возникать скошенное состояние, при котором магнитные моменты повернуты под некоторым углом к приложенному магнитному полю. Аналогичное магнитное поведение наблюдалось в сверхрешетках Fe/Gd с теми же толщинами слоев Fe и Gd, но с большим 15-ти повторений [56]. Петля гистерезиса, измеренная при $T = 20$ К (рисунок 2.3а), не соответствует Gd-упорядоченному состоянию [56], скорее, она похожа на кривую, измеренную вблизи температуры компенсации (рисунок 2.3б). Это становится еще более очевидным при сравнении данных СКВИД и XMCD.

На рисунке 2.4 показаны графики сигнала XMCD, измеренного в различных магнитных полях от $H = 0$ до 500 мТ при температуре $T = 20$ К, а также измеренного в Fe-упорядоченном состоянии ($T=140$ К, $H = -50$ мТ). Магнитное состояние для XMCD измерений было приготовлено следующим образом: образец был охлажден от комнатной температуры в магнитном поле $H = 500$ мТ до требуемой температуры, после чего магнитное поле было уменьшено до требуемого значения. Измерения проводились для двух противоположных направлений магнитного поля. Представленный на графике сигнал есть разность сигналов XMCD для положительного и отрицательного направлений магнитного поля. Интегральный XMCD сигнал представляет собой меру интегрального

магнитного момента Gd в сверхрешетке. В таблице 2.2 приведены данные, полученные из СКВИД и XMCD измерений (рисунки 2.2 - 2.4.)

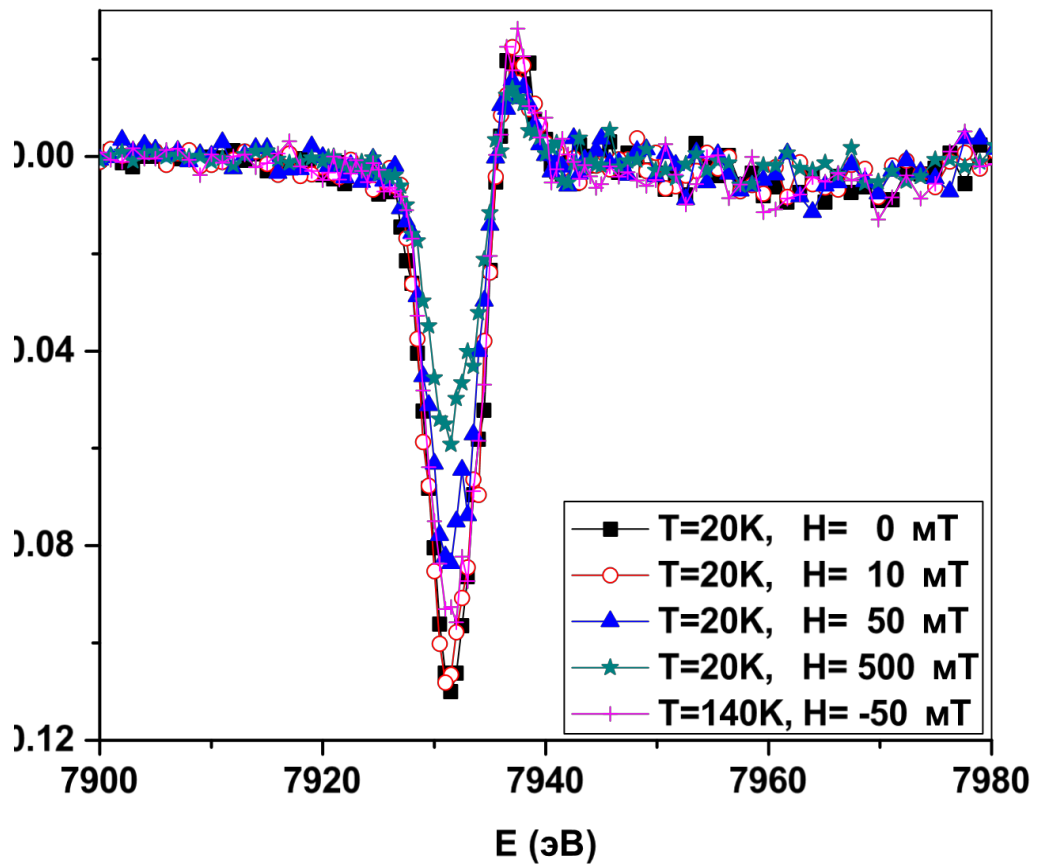


Рис. 2.4. Сигнал XMCD, измеренный вблизи L_2 края поглощения Gd в сверхрешетке $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$ для разных значений магнитного поля при температуре $T=20 \text{ K}$ и для $H= -50 \text{ мТ}$ при $T = 140 \text{ K}$.

Таблица 2.2

Интегральный магнитный момент на единицу площади M и интегральный сигнал XMCD от сверхрешетки $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_5$, измеренный на L_2 крае поглощения Gd.

T (K)	H (mT)	M (10^{-4} Гс см)	XMCD (отн. ед.)
20	0	2.91	1.0
20	50	4.76	0.77
140	-50	5.86	0.89

Основываясь на данных таблицы 2.2, проведем предварительные оценки магнитных свойств системы с тем, чтобы выяснить вопрос о наличии или отсутствии Gd-упорядоченной фазы при температуре $T = 20$ К. Для наших оценок используем данные для намагниченности Fe и Gd в состоянии насыщения. Объемный Gd при $T = 0$ К имеет магнитный момент $7.55\mu_B$ на атом, что для рассматриваемой системы соответствует намагниченности насыщения $M_s(\text{Gd}) = 2010$ Гс. Для объемного Fe магнитный момент при $T = 0$ К составляет $2.22 \mu_B$ на атом, что соответствует намагниченности насыщения $M_s(\text{Fe}) = 1740$ Гс. Магнитные моменты Fe и Gd на единицу площади в состоянии насыщения для рассматриваемой сверхрешетки составляют $M_{\text{Fe}} = 33.4 \times 10^{-4}$ Гс см; $M_{\text{Gd}} = 48.6 \times 10^{-4}$ Гс см. Будем предполагать, что упорядоченный магнитный момент Fe не зависит от температуры в интервале от $T = 0$ до 140 К, в то время как упорядоченный магнитный момент Gd уменьшается с ростом температуры и его температурная зависимость описывается температурной зависимостью сигнала XMCD.

Если предположить, что при $T = 20$ К реализуется Gd-упорядоченное состояние, то, для согласования с данными СКВИД, надо принять, что магнитный момент Gd уменьшен по сравнению с выше приведенным значением примерно на 25%. Такое уменьшение магнитного момента Gd в Fe/Gd можно допустить, в литературе есть на это указания [52, 68], основанные на данных низкотемпературной магнитометрии. Используя температурную зависимость сигнала XMCD, оценим ожидаемое значение упорядоченного магнитного момента Gd в Fe-упорядоченной состоянии (при $T = 140$ К): $M_{Gd}(140 \text{ К}) = 30.7 \times 10^{-4}$ Гс см. Для достижения согласия с данными СКВИД при $T = 140$ К нужно будет принять $M_{Fe}(140 \text{ К}) = 36.5 \times 10^{-4}$ Гс см, что соответствует увеличению магнитного момента Fe до $2.43 \mu_B$ на атом. Такое увеличение магнитного момента Fe с температурой представляется мне невозможным, следовательно нужно отказаться от предположения о существовании Gd-упорядоченного состояния при $T = 20$ К. Таким образом, сравнительный анализ данных XMCD и СКВИД приводит к выводу, что при низких температурах в системе реализуется неоднородное распределение магнитных моментов, при котором возможно изменение как величины, так и направления магнитных моментов Fe и Gd.

2.5. Анализ данных РРМР и РПН

2.5.1. Единая параметризованная модель

Комплементарный подход к использованию РПН и РРМР предполагает анализ данных, включающий самосогласованное фитирование экспериментальных нейтронных и рентгеновских спектров. Схема расчета теоретических нейтронных и рентгеновских кривых предполагает использование единой параметризации для изменяющихся с глубиной элементночувствительных векторных магнитных моментов. Сигнал РРМР, измеренный с циркулярно поляризованным излучением, зависит от изменения химического состава с глубиной в сверхрешетки, а также изменения с глубиной компоненты магнитного момента резонансного элемента, лежащей в плоскости рассеяния. РПН чувствительна к указанным изменениям химического состава двух компонент намагниченности (лежащих в плоскости образца) для всех образующих сверхрешетку материалов. Чтобы параметризовать зависящий от глубины z вектор намагниченности, мы предполагаем, что для каждого значения z он может быть задан двумя величинами: модулем магнитного момента $M(z)$ и углом $\theta(z)$, отсчитываемым от направления приложенного внешнего магнитного поля.

Для того, чтобы описать изменение магнитных моментов внутри отдельных слоев, будем использовать следующую параметризацию:

$$M(z) = M_0 + \frac{\text{sh}[|t - 2z|/2\tau]}{\text{sh}[t/2\tau]} [(M_T - M_0)\eta(t - 2z) + (M_B - M_0)\eta(2z - t)], \quad (2.1)$$

$$\theta(z) = \theta_0 + \frac{\text{sh}[|t - 2z|/2\tau_1]}{\text{sh}[t/2\tau_1]} [(\theta_T - \theta_0)\eta(t - 2z) + (\theta_B - \theta_0)\eta(2z - t)], \quad (2.2)$$

где $\eta(x)$ есть функция Хевисайда; t - толщина слоя; M_T, M_B, M_0 - величины магнитных моментов сверху, снизу и в середине слоя, соответственно; $\theta_T, \theta_B, \theta_0$ - направления магнитных моментов сверху, снизу и в середине слоя, соответственно. Параметры τ и τ_1 описывают характерные масштабы изменения величины и ориентации магнитных моментов внутри слоя.

Схемы расчета спектров РПН достаточно хорошо известны. Сверхрешетка может быть разбита на набор тонких подслоев, в которых ядерные и магнитные длины рассеяния нейтронов предполагаются однородными, далее расчет спин-зависящих коэффициентов отражения поляризованных нейтронов можно выполнить, используя стандартные методы в рамках динамического подхода [36,69–71]. Мы не будем останавливаться здесь на деталях расчетов спектров РПН. Методы расчета спектров РРМР не столь хорошо отработаны. В следующем разделе мы изложим нашу схему расчета спектров РРМР, основанную на подходе, развитом в работах [72,73], и модифицированную с тем, чтобы учесть неоднородное изменение магнитных моментов внутри слоев, не разбивая при этом систему на отдельные подслои.

Для того, чтобы определить параметры модели, была использована процедура нелинейной оптимизации метода наименьших квадратов, основанная на тесте χ^2 [74]. Статистическая сумма для наименьших квадратов была определена как $\chi^2 = P \cdot \chi^2_N + (1-P) \cdot \chi^2_X$, где P есть весовой параметр. Здесь χ^2_N and χ^2_X - это нейтронные и рентгеновские суммы наименьших квадратов, определенные ниже. Для нейтронов она была определена как разность между экспериментальными и теоретическими значениями коэффициентов отражения R :

$$\chi_N^2 = \sum_{ss'} \sum_j \frac{(R_{exp}^{ss'}(Q_j) - R_{theor}^{ss'}(Q_j))^2}{\sigma_{ss'}(Q_j)^2}, \quad (2.3)$$

где $ss' = ++, --, +-;$ Q_j - значения переданного импульса и σ - статистические неопределенности соответствующих экспериментальных значений. Рентгеновская сумма наименьших квадратов χ^2_X определена на основе разницы между экспериментальными и теоретическими значениями сигнала РРМР $\Delta R = (R_+ - R_-)$:

$$\chi_X^2 = \sum_j \frac{[\Delta R_{exp}(Q_j) - \Delta R_{theor}(Q_j)]^2}{\sigma(Q_j)^2}. \quad (2.4)$$

Многомерная оптимизация была проведена с использованием пакета минимизации MINUIT, свободно распространяемого компьютерным департаментом CERN (<http://wwwinfo.cern.ch/asdoc/minuit/minmain.html>).

2.5.2. Схема расчета спектров РРМР

Высокое магнитное пространственное разрешение РРМР требует выполнять анализ данных с соответствующим высоким разрешением для того, чтобы учесть возможные вариации плотности магнитных моментов внутри слоев. Традиционно анализ экспериментальных данных РРМР проводился либо в рамках модифицированного магнитного формализма Паррата [54], либо в рамках динамического рекурсивного матричного подхода [72]. Последний был позднее обобщен с тем, чтобы включить в расчет структурную и магнитную шероховатость на межслойных границах

в рамках борновского приближения искаженных волн [73]. Применение любого из этих подходов к анализу данных РРМР предполагает разбиение магнитных слоев на тонкие подслои, в которых магнитный момент предполагается однородным. Изменение плотности магнитных моментов от одного подслоя к другому параметризуется с помощью функциональной формы, включающей достаточное число параметров для описания изменений магнитного профиля. Необходимость процедуры разбиения на подслои делает анализ данных для сложных магнитных систем чрезвычайно времязатратным и зависящим от выбора толщины подслоев. Ввиду большого количества численных вычислений накапливается значительная ошибка округления. При анализе сложных магнитных систем с большим числом магнитно неоднородных слоев процедура разбиения на подслои зачастую приводит к нестабильным решениям.

Автором был предложен подход, модифицирующий динамический формализм [72, 73] таким образом, чтобы учесть неоднородное изменение магнитных моментов внутри слоев без разбиения системы на подслои. Ниже мы подробно излагаем этот предложенный нами формализм. Формализм основан на использовании характеристических матриц, связывающих электрические и магнитные поля в соседних слоях. Вклады, связанные с неоднородным изменением магнитных моментов внутри слоев, включены непосредственно в характеристическую матрицу.

Распространение рентгеновского излучения в слоистой среде описывается уравнениями Максвелла

$$[\vec{\nabla} \times \vec{E}] = i\frac{\omega}{c} \vec{H}, \quad (2.5)$$

$$\vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{E}) - \Delta \vec{E} + \frac{\omega^2}{c^2}(\epsilon_c \vec{E} - i\epsilon_m[\vec{m} \times \vec{E}]) = 0 \quad (2.6)$$

где \vec{m} есть единичный вектор в направлении магнитного момента, ϵ_c и ϵ_m - зарядовый и магнитный вклады в диэлектрическую восприимчивость, соответственно. Как это принято в рефлектометрии, восприимчивость выражается через зарядовую и магнитную части показателя преломления:

$$\epsilon_c = 1 - 2\delta_c + i2\beta_c, \quad \epsilon_m = 2\delta_m - i2\beta_m. \quad (2.7)$$

В нашем рассмотрении мы ограничимся только членами первого порядка по магнитной части показателя преломления. Пусть плоскость (xz) есть плоскость рассеяния. Тогда вектор напряженности электрического поля в сверхрешетке будет иметь вид

$$\vec{E}(x, z) = \vec{E} \exp(-i\frac{\omega}{c}[x \cos \theta + zn(z)]), \quad (2.8)$$

где θ есть угол падения, а $\omega/c n(z)$ - зависящая от глубины нормальная компонента волнового вектора. Разобьем систему на набор слоев одинаковой толщины, внутри каждого слоя показатель преломления n предполагается постоянным. Для того, чтобы система уравнений (2.5 - 2.6) имела нетривиальное решение, n внутри отдельного слоя должен удовлетворять уравнению

$$\epsilon_c(\epsilon_c - \cos^2 \theta - n^2)^2 - \epsilon_m^2(\epsilon_c - \cos^2 \theta - n^2) - \epsilon_m^2(m_x \cos \theta + m_z n)^2 = 0. \quad (2.9)$$

В первом порядке по ε_m , n в слое будет иметь вид

$$n_{\pm}^2 = n_c^2 \pm \frac{\varepsilon_m}{\sqrt{\varepsilon_c}} (m_x \cos \theta + m_z n_c), \quad (2.10)$$

где $n_c = \sqrt{\varepsilon_c - \cos^2 \theta}$. Вдали от критического угла для зарядового рассеяния параметр n может быть представлен в виде суммы зарядовой и магнитной частей

$$n_{\pm} = n_c \pm n_m, n_m = \frac{\varepsilon_m}{2n_c \sqrt{\varepsilon_c}} (m_x \cos \theta + m_z n_c). \quad (2.11)$$

Используя граничные условия для E_x , E_y , H_x и H_y [72,73], и последовательно исключая коэффициенты E внутри слоев, мы приходим к следующему матричному уравнению, связывающему коэффициенты падения (I), отражения (R) и прохождения (T) всей слоистой структуры:

$$\begin{pmatrix} I_{\sigma} + R_{\sigma} \\ \sin \theta [I_{\sigma} - R_{\sigma}] \\ I_{\pi} + R_{\pi} \\ \sin \theta [I_{\pi} - R_{\pi}] \end{pmatrix} = \widehat{M}_1 \widehat{M}_2 \dots \widehat{M}_N \begin{pmatrix} T_{\sigma} \\ n_s T_{\sigma} \\ \sqrt{\varepsilon_s} T_{\pi} \\ n_s / \sqrt{\varepsilon_s} T_{\pi} \end{pmatrix}. \quad (2.12)$$

Характеристические матрицы размерности 4×4 M_i , описывающие свойства отдельных слоев, имеют вид:

$$\widehat{M} = \begin{pmatrix} \widehat{A}_{\sigma\sigma} & -i\widehat{A}_{\sigma\pi} \\ i\widehat{A}_{\pi\sigma} & \widehat{A}_{\pi\pi} \end{pmatrix}, \quad (2.13)$$

где

$$\widehat{A}_{\sigma\sigma} = \begin{pmatrix} \cos(k_0 n_c t) & i/n_c \sin(k_0 n_c t) \\ i n_c \sin(k_0 n_c t) & \cos(k_0 n_c t) \end{pmatrix},$$

$$\widehat{A}_{\pi\pi} = \begin{pmatrix} \cos(k_0 n_c t) & i \varepsilon_c / n_c \sin(k_0 n_c t) \\ i n_c / \varepsilon_c \sin(k_0 n_c t) & \cos(k_0 n_c t) \end{pmatrix},$$

$$\widehat{A}_{\sigma\pi} = \sin(k_0 n_m) \begin{pmatrix} \sin(k_0 n_c t) / \sqrt{\varepsilon_c} & -i \sqrt{\varepsilon_c} / n_c \cos(k_0 n_c t) \\ -i n_c / \sqrt{\varepsilon_c} \cos(k_0 n_c t) & \sin(k_0 n_c t) \sqrt{\varepsilon_c} \end{pmatrix} \\ + \frac{n_m}{n_c} \begin{pmatrix} 0 & i \sqrt{\varepsilon_c} / n_c \sin(k_0 n_c t) \\ -i n_c / \sqrt{\varepsilon_c} \sin(k_0 n_c t) & 0 \end{pmatrix}$$

$$\widehat{A}_{\pi\sigma} = \sin(k_0 n_m) \begin{pmatrix} \sin(k_0 n_c t) \sqrt{\varepsilon_c} & -i \sqrt{\varepsilon_c} / n_c \cos(k_0 n_c t) \\ i n_c / \sqrt{\varepsilon_c} \cos(k_0 n_c t) & \sin(k_0 n_c t) / \sqrt{\varepsilon_c} \end{pmatrix} \\ + \frac{n_m}{n_c} \begin{pmatrix} 0 & i \sqrt{\varepsilon_c} / n_c \sin(k_0 n_c t) \\ -i n_c / \sqrt{\varepsilon_c} \sin(k_0 n_c t) & 0 \end{pmatrix},$$

здесь t есть толщина слоя.

Рассмотрим магнитно неоднородный резонансный слой, в котором зарядовая часть восприимчивости ε_c постоянна, а магнитная часть $\varepsilon_m(z)$ зависит от координаты z . Эта координатная зависимость может быть вызвана любым видом магнитных неоднородностей, включая изменения магнитных моментов как в величинах, так и в направлениях. Если снова разбить слой на бесконечное число тонких подслоев и рассчитать произведение характеристических матриц, сохраняя только члены первого порядка по ε_m , то итоговая переходная матрица для магнитно

неоднородного слоя вновь будет иметь вид как в исходной формуле 2.13, но с другими недиагональными матричными элементами $Ad_{\sigma\pi}$ and $Ad_{\pi\sigma}$:

$$\widehat{A}_{\sigma\pi} = I_0 \begin{pmatrix} \sin(k_0 n_c t) / \sqrt{\varepsilon_c} & -i\sqrt{\varepsilon_c} / n_c \cos(k_0 n_c t) \\ -in_c / \sqrt{\varepsilon_c} \cos(k_0 n_c t) & \sin(k_0 n_c t) \sqrt{\varepsilon_c} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} I_1 / \sqrt{\varepsilon_c} & -i\sqrt{\varepsilon_c} / n_c I_2 \\ -in_c / \sqrt{\varepsilon_c} I_2 & -\sqrt{\varepsilon_c} I_1 \end{pmatrix}$$

$$\widehat{A}_{\pi\sigma} = I_0 \begin{pmatrix} \sin(k_0 n_c t) \sqrt{\varepsilon_c} & -i\sqrt{\varepsilon_c} / n_c \cos(k_0 n_c t) \\ in_c / \sqrt{\varepsilon_c} \cos(k_0 n_c t) & \sin(k_0 n_c t) / \sqrt{\varepsilon_c} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} I_1 / \sqrt{\varepsilon_c} & -i\sqrt{\varepsilon_c} / n_c I_2 \\ -in_c / \sqrt{\varepsilon_c} I_2 & -\sqrt{\varepsilon_c} I_1 \end{pmatrix},$$

В вышеприведенных формулах были введены следующие параметры:

$$I_0 = k_0 \int_0^t n_m(z) dz, \quad (2.14)$$

$$I_1 = k_0 \int_0^t n_m(z) \sin(k_0 n_c [t - 2z]) dz, \quad (2.15)$$

$$I_2 = k_0 \int_0^t n_m(z) \cos(k_0 n_c [t - 2z]) dz. \quad (2.16)$$

Уравнения 2.14 - 2.16 очень удобны для расчетов, поскольку они позволяют легко параметризовать функцию распределения магнитных моментов любой аналитической функцией без необходимости использовать процедуру

разбиения.

$$\widehat{M} = \begin{pmatrix} \widehat{A} & -i\widehat{B} \\ i\widehat{B} & \widehat{A} \end{pmatrix},$$

$$\widehat{A} = \prod_{i=1}^N \widehat{A}_{\sigma\sigma}^{(i)}; \widehat{B} = \sum_{i=1}^N \left(\prod_{j=1}^{i-1} \widehat{A}_{\sigma\sigma}^j \right) \widehat{A}_{\sigma\pi}^i \left(\prod_{k=i+1}^{N-i} \widehat{A}_{\sigma\sigma}^k \right)$$

Как следует из приведенных формул, резонансный магнитный сигнал зависит не только от интегрального магнитного момента, но и от вариаций магнитных моментов внутри резонансных слоев, причем симметричная и асимметричная части профиля намагниченности различным образом входят в итоговые формулы. РРМР чувствительна к внутрислойным изменениям магнитных моментов даже в том случае, если интегральный магнитный момент внутри отдельного слоя равен нулю. При анализе экспериментальных данных полезно разбивать определяемый профиль намагниченности на симметричную и асимметричную части.

В случае малых углов падения, что типично для РРМР в жестком рентгеновском диапазоне, различия между σ и π поляризациями становятся пренебрежимо малыми. В этом случае расчет характеристической матрицы \widehat{M}_i можно выполнить используя только матрицы размерности 2x2:

$$\widehat{M} = \begin{pmatrix} \widehat{A} & -i\widehat{B} \\ i\widehat{B} & \widehat{A} \end{pmatrix}, \quad (2.17)$$

где

$$\widehat{A} = \prod_{i=1}^N \widehat{A}_{\sigma\sigma}^{(i)}, \widehat{B} = \sum_{i=1}^N \left(\prod_{j=1}^{i-1} \widehat{A}_{\sigma\sigma}^j \right) \widehat{A}_{\sigma\pi}^i \left(\prod_{k=i+1}^{N-i} \widehat{A}_{\sigma\sigma}^k \right) \quad (2.18)$$

Перемножая характеристические матрицы для всех слоев, получаем полную характеристическую матрицу системы. Решаем уравнение (2.6), определив коэффициенты отражения (R_+ и R_-) для положительной и отрицательной циркулярных поляризаций рентгеновского излучения.

Разность этих коэффициентов $\Delta R = R_+ - R_-$ и есть коэффициент РРМР, используемый для моделирования экспериментальных данных.

2.5.3. Определение длин рассеяния для Gd

Как обсуждалось выше, для проведения анализа экспериментальных данных необходимо сначала определить нейтронные и рентгеновские длины рассеяния для Gd. Зарядовая часть резонансного фактора рассеяния для атомов Gd f_e зависит от локальной атомной структуры и может быть определена с помощью экспериментов по поглощению. Мнимая часть зарядового фактора рассеяния f_e'' связана со спектром поглощения Gd через оптическую теорему и может быть прецизионно определена путем нормирования экспериментально измеренного спектра поглощения на табличные значения факторов рассеяния Gd вдали от резонанса [75]. Вещественная часть f_e' может быть после этого получена с помощью дифференциального преобразования Крамерса-Кронига [56,76]. Табулированные и экспериментально определенные зарядовые факторы рассеяния приведены на рисунке 2.5а. В частности, для энергии фотонов $E = 7929$ эВ резонансный зарядовый фактор рассеяния равен $f_e = -17.53 + i12.30$. Ранее [49,56] для сверхрешетки Fe/Gd с аналогичной композицией было получено значение ($f_e = -17.3 + i \cdot 13.4$), что близко к нашему результату.

Для электронного дипольного перехода на L_2 крае поглощения магнитный фактор рассеяния f_m зависит от 5d магнитного момента Gd, на который посредством обменного взаимодействия влияет 4f момент 4f - 5d.

В нашем рассмотрении мы будем предполагать, что f_m пропорционален магнитному моменту Gd, реальный коэффициент пропорциональности будет уникален для каждой конкретной системы. Для определения магнитного фактора рассеяния был использован экспериментальный спектр XMCD, измеренный в реманентном состоянии T=20 К (Рис. 2.4) и проведена процедура, аналогичная описанной выше, предполагая, что магнитный фактор рассеяния $f_m = 0$ вдали от резонанса. Результаты представлены на рисунке 2.5б. Для фотонов с энергией E=7929 эВ было получено значение магнитного фактора рассеяния $f_m = 0.211 - i \cdot 0.177$. Для сравнения, в работе [49] для сверхрешетки Fe/Gd $f_m = 0.22 - i \cdot 0.26$. Поскольку нет оснований предполагать, что при T=20 К было достигнуто насыщение для намагниченности Gd, полученные значения магнитных факторов рассеяния необходимо откалибровать на величину намагниченности Gd в абсолютных единицах.

Спин-зависящие нейтронные длины рассеяния ρ_{\pm} определяются как

[69–71]

$$\rho_{\pm} = N(b_N \pm s \cdot M), \quad (2.19)$$

где N есть атомная плотность, b_N - атомная когерентная длина рассеяния, M - атомная плотность магнитного момента (в единицах μ_B) и $s = 2.695 \times 10^{-6} \text{ nm}/\mu_B$. Как обсуждалось выше, в случае Gd атомная когерентная длина рассеяния имеет очень большую мнимую часть и может значительно отличаться от табличного значения. С другой стороны, магнитная часть атомной когерентной длины рассеяния хорошо определена и непосредственно выражается через магнитный момент Gd в абсолютных единицах. Поскольку толщинный профиль намагниченности Gd крайне неоднороден как по величине, так и по направлению при всех

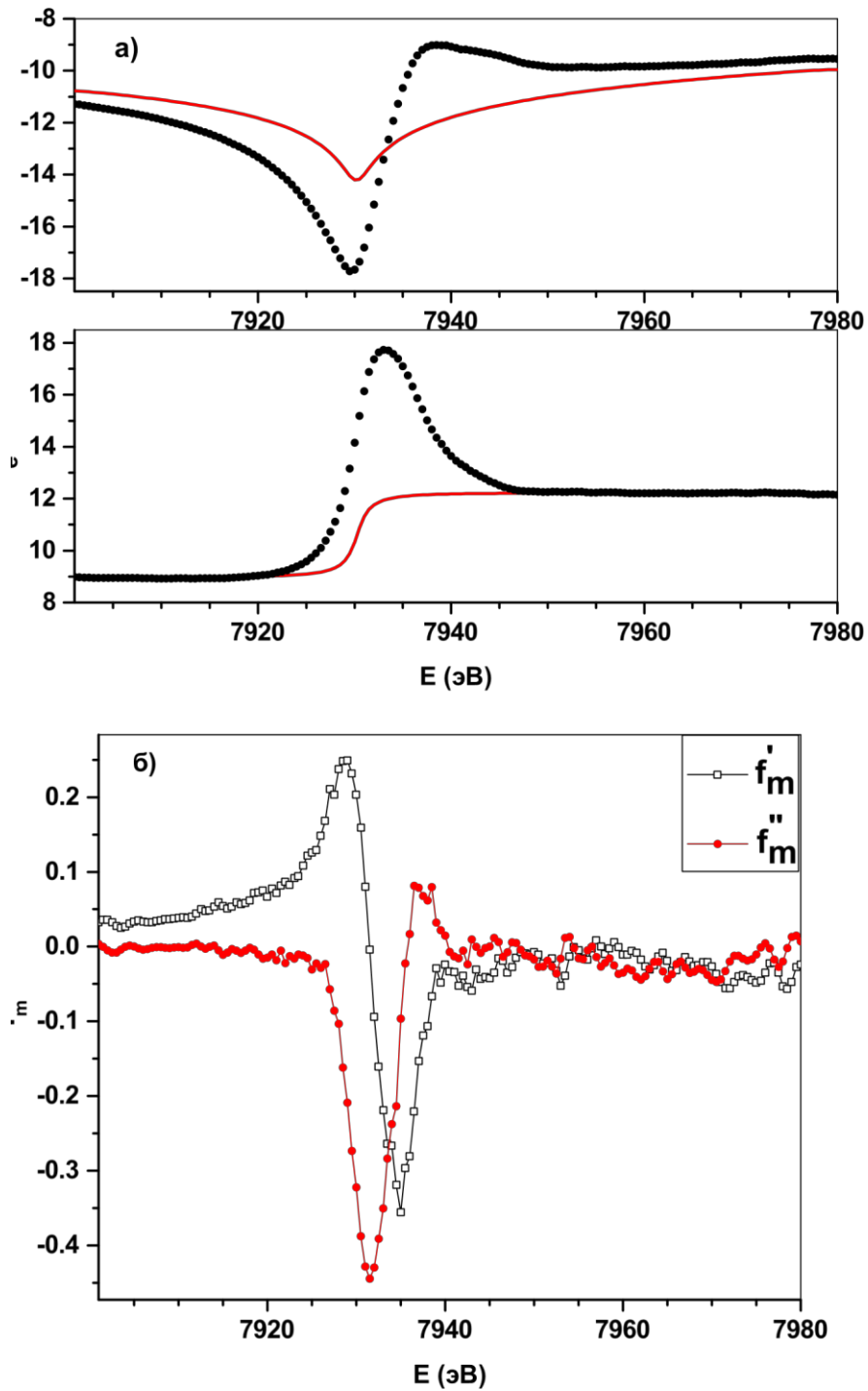


Рисунок 2.5. (а) Экспериментально определенные (символы) и табулированные (линии) факторы резонансного зарядового рассеяния вблизи Gd L_2 края поглощения. (б) Экспериментально определенные факторы магнитного рассеяния Gd вблизи Gd L_2 края поглощения.

температурах и при всех магнитных полях, атомную когерентную длину рассеяния Gd очень трудно определить из отдельных экспериментов по РПН.

Для того, чтобы прецизионно определить нейтронные и рентгеновские длины рассеяния, был выполнен калибровочный эксперимент в Fe-упорядоченном состоянии ($T=140$ К, $H=50$ мТ). В этом магнитном состоянии магнитные моменты Fe и Gd коллинеарны (Рис. 2.3в) и внутри слоев магнитные моменты Gd будут изменяться только по величине (следствие эффекта близости Gd-Fe). Известно, что в сверхрешетках Fe/Gd величина магнитных моментов Gd увеличена на расстоянии примерно 4 \AA вблизи интерфейсов Gd/Fe и уменьшена в центре слоя [49,56]. На рисунке 2.6а представлен коэффициент асимметрии РРМР, измеренный для положительного и отрицательного направлений магнитного поля. Можно утверждать, что сигнал РРМР исключительно магнитного происхождения, т.к. он меняет знак при переключении магнитного поля. На кривых РПН, представленных на рисунке 2.6в видно, что отсутствует рассеяние с переворотом спина, что подтверждает наличие коллинеарного упорядочения в сверхрешетке.

Для определения длин рассеяния была использована следующая процедура. Сначала данные РРМР были отфитированы в относительных единицах магнитного момента, используя структурную информацию из таблицы 2.1 и рентгеновские длины рассеяния f_e , f_m , приведенные выше, экспериментальная и теоретическая кривые приведены на рисунке 2.6б. При фитировании направление магнитных моментов Gd было зафиксировано (противоположно направлению приложенного магнитного поля) и варьировалась только величина магнитного момента Gd.

На втором этапе полученный относительный профиль $M(z)$ был зафиксирован и было произведено фитирование кривых РПН, используя полученную ранее структурную и магнитную информацию. Для фитирования кривых РПН варьировались только следующие параметры: величина магнитного момента Fe , атомная когерентная длина рассеяния Gd и коэффициент пропорциональности для магнитного момента Gd .

Результаты фитирования, представленные на рисунке 2.6в, были получены со следующими параметрами: магнитный момент атомов Fe $M_{Fe} = 2.22 \mu_B$, атомная когерентная длина рассеяния Gd $Nb_N = (1.8779 + i3.4478) \times 10^{-5} \text{ \AA}^{-2}$. Было установлено, что рентгеновский магнитный фактор рассеяния f_m , определенный из спектра XMCD, измеренного при $T=20$ К (Рис 2.4) соответствует магнитному моменту Gd , уменьшенному в 1.182 раза по сравнению с магнитным моментом Gd в насыщении (то есть, около $6 \mu_B$ на атом вместо $7.55 \mu_B$ на атом). Рентгеновский магнитный фактор рассеяния, соответствующий объемному Gd состоянию насыщения, приведен на рисунке 2.5б.

Зависимость величины магнитных моментов в сверхрешетке от глубины представлена на рисунке 2.7а. Магнитный момент Gd достигает $7.23(6) \mu_B$ на атом на межслойных границах Fe/Gd и $2.45(6) \mu_B$ на атом в середине слоев Gd , характерный масштаб изменения величины магнитного момента с глубиной составляет $\tau = 3.915(4) \text{ \AA}$. Важно отметить, что спектры РПН оказались чрезвычайно чувствительны к изменению магнитных моментов внутри слоев Gd , их невозможно корректно описать, если пытаться использовать постоянные (усредненные по толщине слоев Gd) величины магнитных моментов. Сдвиг в положении второго брегговского пика при $Q=0.146 \text{ \AA}^{-1}$ для R_{++} и R_{--} на рисунке 2.6в есть следствие неоднородной структуры внутри слоев Gd , его невозможно описать в рамках модели усредненных по слоям магнитных моментов.

2.5.4. Неоднородные магнитные состояния при низких температурах

Магнитные состояния при низкой температуре ($T = 20$ К) были определены путем одновременного фитирования спектров РРМР и РПН. Предварительные эксперименты по РПН, выполненные на рефлектометре POSY1 на реакторе Intense Pulsed Neutron Source в Агоннской национальной лаборатории с использованием позиционно-чувствительного детектора выявили очень сильное рассеяние нейтронов с переворотом спина (R^{+-}) в зеркальном канале на положении первого брегговского пика и незначительное незеркальное рассеяние. При повторении экспериментов на рефлектометре NG1 (NIST), однако, для R^{+-} был детектирован слабый сигнал в зеркальном канале и сильное незеркальное рассеяние. Для рассеяния без переворота спина незеркальное рассеяние было пренебрежимо мало во всем диапазоне переданных импульсов.

Незеркальное рассеяние с переворотом спина предполагает, что после первого измерения система разбилась на набор латеральных доменов. Поскольку кривые рассеяния без переворота спина хорошо воспроизводятся от измерения к измерению, то в этих доменах проекции магнитных моментов на направление магнитного поля совпадают и меняется лишь проекция, перпендикулярная направлению магнитного поля. Размер этих доменов не воспроизводится от измерения к измерению. Поскольку РРМР не чувствительна к перпендикулярной компоненте намагниченности, мы не анализируем спин-флип канал в РПН, а ограничиваемся самосогласованным моделированием данных РРМР и РПН без переворота спина.

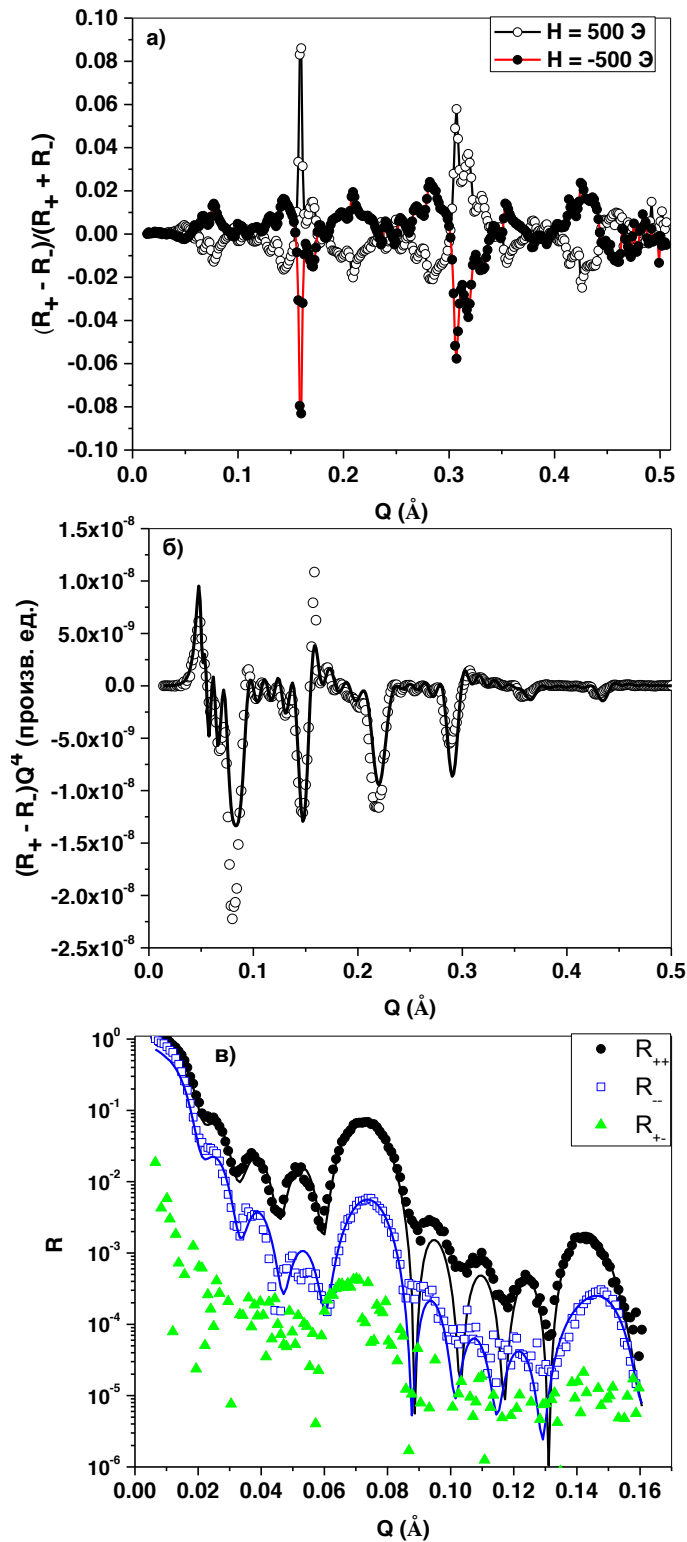


Рисунок 2.6. (а) Коэффициент асимметрии РРМР, измеренный на краю поглощения $Gd L_2$ ($E=7929$ эВ) при $T = 140$ К, $H = 50$ мТ и $H = -50$ мТ. Экспериментальные (символы) и теоретические (линии) спектры РРМР (б) и РПН (в) при $T=140$ К, $H=50$ мТ.

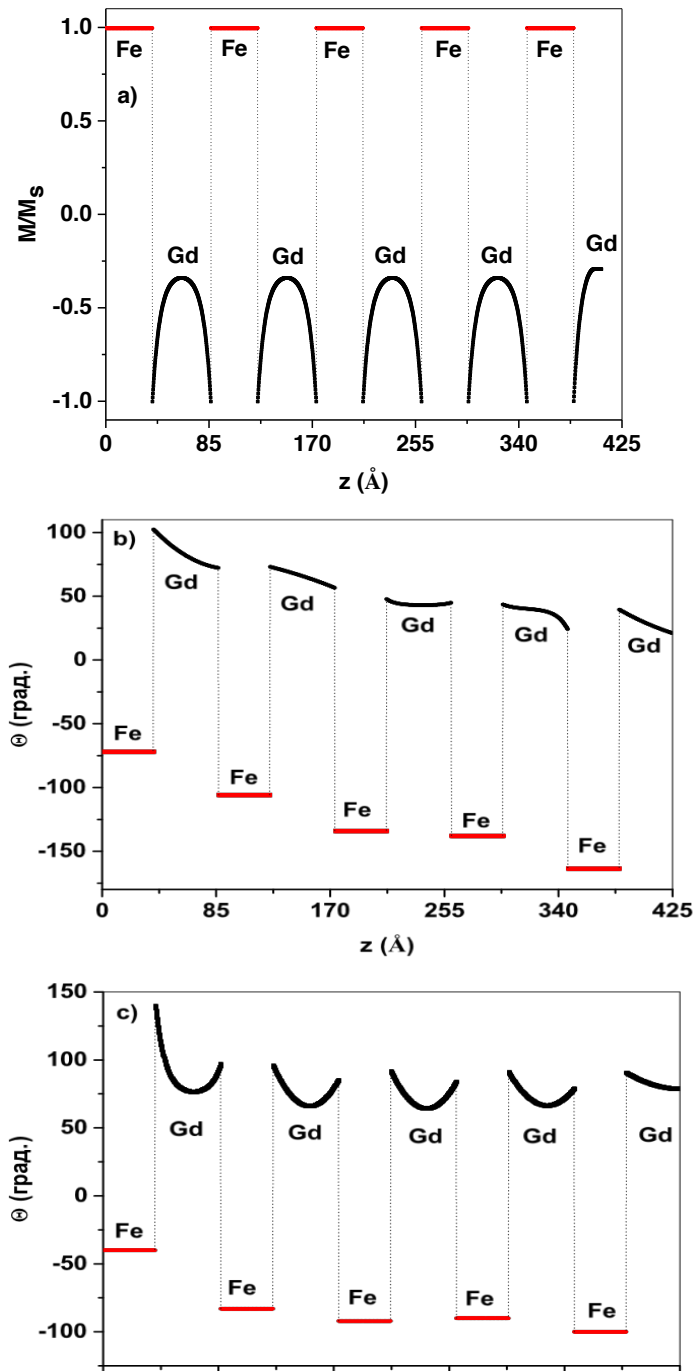


Рисунок 2.7. Определенные из анализа данных РРМР и РПН профили намагниченности в сверхрешетках Fe/Gd (а) і в высокотемпературном Feупорядоченном состоянии ($T = 140$ К, $H=50$ мТ); в низкотемпературном ($T = 20$ К) состоянии в магнитном поле (б) $H = 50$ мТ и (в) $H = 500$ мТ.

Эксперименты по РРМР, выполненные ранее на сверхрешетках Fe/Gd с большим числом повторений, показали [56], что при низких температурах величина магнитных моментов Gd внутри слоев не меняется и основные эффекты обусловлены изменением направления магнитных моментов Gd. При моделировании низкотемпературных профилей намагниченности мы примем, что модули магнитных моментов постоянны внутри слоев Gd и Fe, так что поведение системы может быть описано с помощью зависящего от глубины угла $\theta(z)$ между направлениями магнитных моментов и приложенного внешнего магнитного поля.

На рисунках 2.8 и 2.9 приведены результаты одновременного фитирования спектров РРМР и РПН, измеренных при температуре $T = 20$ К в магнитных полях 50 мТ and 500 мТ. Полученные в результате профили намагниченности приведены на рисунках 2.7б и 2.7в. Как и в предыдущем случае, спектры РПН оказались крайне чувствительны к внутрислойной магнитной структуре Gd. В частности, сдвиг в положении первого брегговского пика для нейтронов различных поляризаций на рисунке 2.8в вызван вращением магнитных моментов внутри слоев Gd. Аналогичный эффект было обнаружен в сверхрешетках в работе Fe/Gd [52], причем авторам статьи не удалось его описать в модели однородно намагниченных слоев Gd.

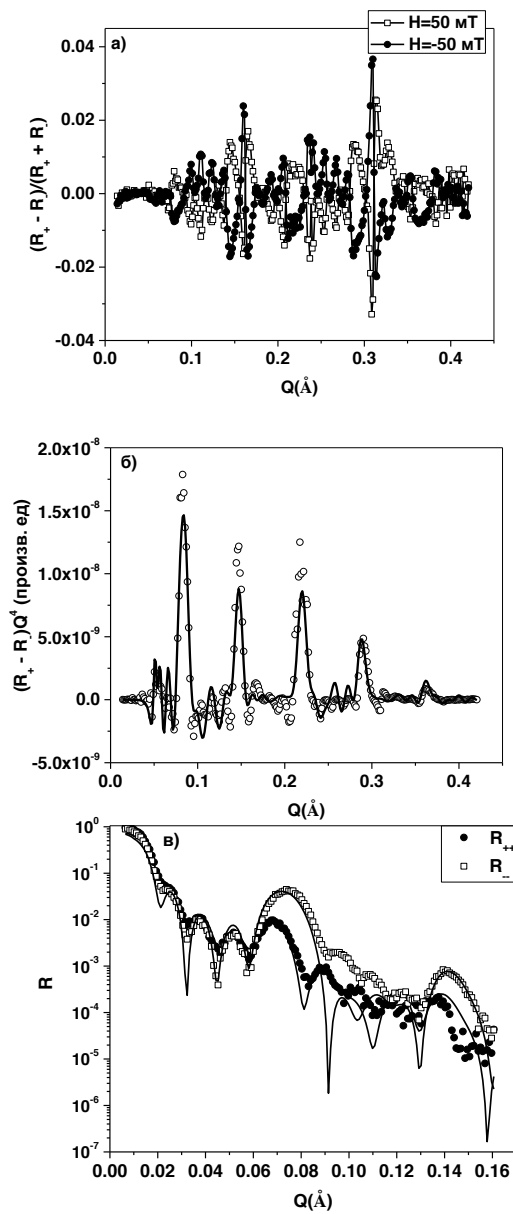


Рисунок 2.8. (а) Коэффициент асимметрии РРМР, измеренный на краю поглощения Gd L_2 -edge ($E=7929$ эВ) при $T = 20$ К, $H = 50$ мТ и $H = -50$ мТ. Экспериментальные (символы) и теоретические (линии) спектры РРМР (б) и РПН (в) при $T=20$ К, $H=50$ мТ.

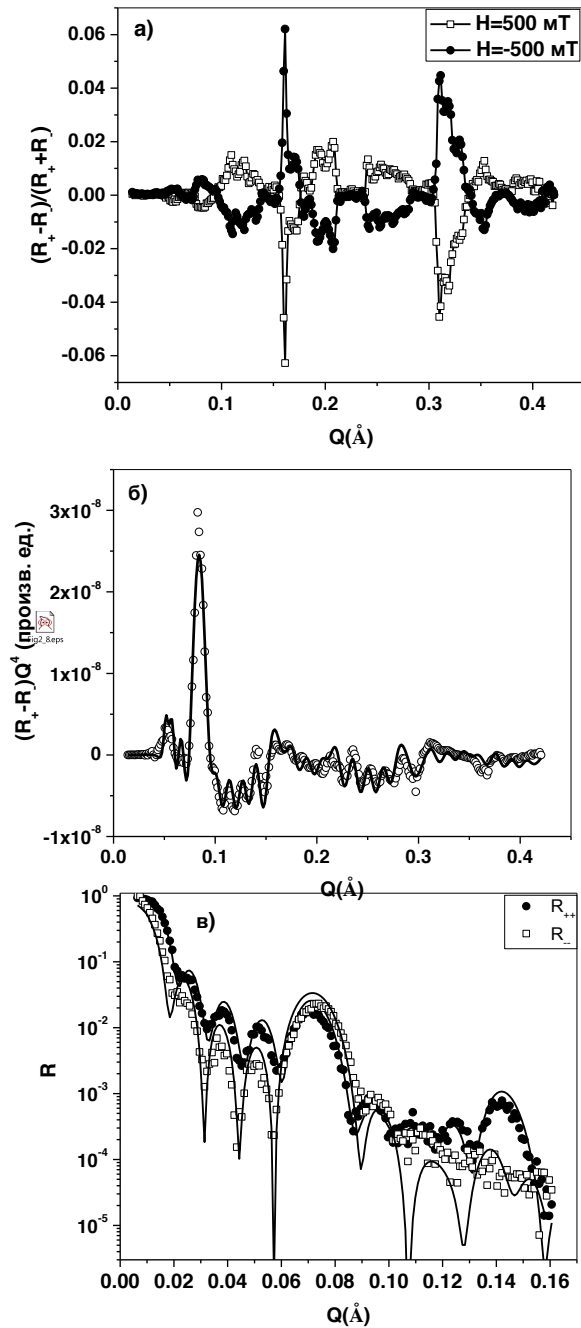


Рисунок 2.9. (а) Коэффициент асимметрии РРМР, измеренный на краю поглощения Gd L_2 -edge ($E=7929$ эВ) при $T = 20$ К, $H = 500$ мТ и $H = -500$ мТ. Экспериментальные (символы) и теоретические (линии) спектры РРМР (б) и РПН (в) при $T=20$ К, $H=500$ мТ.

Таблица 2.3

Сравнение проекций интегральных магнитных моментов Gd и Fe на направление приложенного магнитного поля, полученных независимо из данных СКВИД/ХМСД и РРМР/РПН. Магнитные моменты на единицу площади приведены в абсолютных единицах (в 10^{-4} Гс см.)

T (K)	M_{Fe} (СКВИД/ХМСД)	M_{Fe} (РПН/РРМР)	M_{Gd} (СКВИД/ХМСД)	M_{Gd} (РПН/РРМР)
20	-1.68	-1.56	2.16	2.04
140	3.34	3.34	-2.75	-2.67

Для того, чтобы убедиться в правильности полученных результатов, сравним интегральные (проинтегрированные по всей толщине сверхрешетки) магнитные моменты Fe и Gd при $T=20$ К и $T = 140$ К в поле $H=50$ мТ, полученные независимо из экспериментов СКВИД/ХМСД и РРМР/РПН. В таблице 2.3 приведены значения магнитных моментов, полученные используя данные СКВИД/ХМСД из таблицы 2.2 и путем интегрирования профилей намагниченности, приведенных на рисунке 2.7. Отметим очень хорошее согласие результатов, полученных независимо различными методами.

2.6. Обсуждение результатов

Рассмотренная нами система [Fe(35 Å)/Gd (50 Å)] была подробно изучена ранее для случая большого числа ($n=15$) повторений, для различных последовательностей слоев (слои Fe сверху и снизу периодической структуры, слои Gd сверху и снизу, асимметричный случай Fe сверху и Gd снизу) [52,54–56]. Сравнивая наши результаты ($n=5$) с цитируемыми, выделим общее для обеих систем, и особенности, присущие только системе с малым числом пар, не наблюдающиеся в системах с большим числом повторений.

Во-первых, высокотемпературные свойства (выше температуры компенсации) идентичны для обеих систем. Если приложенное магнитное поле достаточно слабо (50 мТ в нашем случае), то реализуется хорошо определенная упорядоченная фаза с антипараллельным упорядочением магнитных моментов Fe и Gd, моменты Fe при этом ориентированы вдоль направления приложенного магнитного поля, а Gd - против. Профиль намагниченности внутри слоев Gd неоднороден, что вызвано интерфейсным эффектом близости Fe и Gd, область с увеличенным магнитным моментом вблизи интерфейсов составляет примерно 4 Å в согласии с ранее сообщенными данными [49]. Магнитный момент внутри слоев Gd изменяется с температурой, в то время как момент на границе Fe-Gd близок к объемному значению ($7.55\mu_B$ на атом) и не меняется с температурой. Такое поведение типично и для сверхрешеток Fe/Gd с большим числом повторений.

С другой стороны, при низких температурах магнитная структура сверхрешеток Fe/Gd с большим и малым числом повторений существенно

отличается. В сверхрешетках $[\text{Fe}(35 \text{ \AA})/\text{Gd}(50 \text{ \AA})]_{15}$ при температурах 10-20 К (значительно ниже температуры компенсации) в магнитном поле $H = 50$ мТ была обнаружена Gd-упорядоченная фаза с антипараллельным упорядочением магнитных моментов Fe и Gd [55,56,77].

Когда же число повторений становится малым, магнитная фазовая диаграмма модифицируется, и Gd-упорядоченная фаза не формируется. Согласно нашим результатам для малого значения магнитного поля, проекция интегрального магнитного момента Gd на направление магнитного поля уменьшена примерно на 20% по сравнению со значением в насыщении. Такое уменьшение магнитного момента иногда наблюдалось в сверхрешетках Fe/Gd [52,68] и обычно его объясняли однородным уменьшением величины магнитного момента, вызванным размерными эффектами и дефектами микроструктуры образца. В нашем случае низкотемпературное магнитное поведение не может быть описано в терминах Gd-упорядоченного состояния с уменьшенным значением магнитного момента Gd.

И в малых, и в больших полях магнитные моменты Gd и Fe повернуты относительно направления внешнего магнитного поля. По мере увеличения индукции внешнего магнитного поля профили намагниченности внутри слоев Fe и Gd изменяются различным образом. Магнитные моменты слоев Fe поворачиваются в направлении магнитного поля, сильнее всего поворачивается магнитный момент самого верхнего слоя Fe, обменно связанного только с одним слоем Gd; нижний слой Fe поворачивается на наименьший угол (см. рисунок 2.7б). Этот тип вращения известен как поверхностное скошенное состояние [46-48] и типичен для сверхрешеток с большим числом повторений. Что касается Gd, то при приложении внешнего магнитного поля изменяется внутрислойная магнитная структура. По мере увеличения индукции

магнитного поля магнитные моменты в середине слоев Gd поворачиваются в направлении магнитного поля, а магнитные моменты на интерфейсах сохраняют антиферромагнитное упорядочение с магнитными моментами соседних слоев Fe. Предыдущие эксперименты, выполненные только одной из использованных нами методик, не были способны разрешить такое изменение магнитной структуры.

2.7. Заключение и выводы по главе 2

В настоящей главе развит оригинальный комплементарный метод, сочетающий применение поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии для определения атомной и магнитной структуры магнитных сверхрешеток. Был предложен новый метод расчета сечений рассеяния РРМР, разработана программа одновременной обработки и самосогласованного фитирования рентгеновских и нейтронных спектров в рамках единой модели. Разработанный метод был успешно применен для определения магнитной структуры сверхрешеток $[\text{Fe}(35\text{\AA})/\text{Gd}(50\text{\AA})]_5$ как функции температуры и магнитного поля, включая определение неоднородной магнитной структуры внутри слоев Gd. фитирование спектров ПНР и РРМР позволяет определить толщинную и элементную зависимость профилей намагниченности в сверхрешетке с беспрецедентным разрешением, близким к атомному. Установлено, наличие малого числа периодов и асимметричная структура сверхрешетки (Fe-сверху, Gd-снизу) приводит к возникновению уникальных низкотемпературных магнитных фаз, значительных вращением магнитных моментов Fe и Gd, а также неоднородным распределением вектора намагниченности внутри слоев

Gd. Данное магнитное состояние остается стабильным в малых магнитных полях и при температуре 20 К, что значительно ниже температуры компенсации данной системы. Мы подчеркиваем важность использованного нами комплементарного подхода, который позволяет получить результаты, которых невозможно добиться при использовании только одной из использованных нами методик. Основные результаты данной главы были опубликованы в работах [16–19].

Глава 3. Эффекты близости в слоистых наноструктурах Cr/V

В настоящей главе мы исследуем распространение волн спиновой плотности (ВСП) в пленках Cr и сверхрешетках Cr/V. Нами исследовано, каким образом в сравнительно толстых пленках Cr влияет Cr-V гибридизация в области межслойных границ на глобальные свойства ВСП (период, направление распространения, период), как возникает и трансформируется волна спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V по мере увеличения толщины слоев Cr, каким образом размерные эффекты и эффекты близости слоев V влияют на температуру Нееля, период ВСП и магнитную фазовую диаграмму в указанных сверхрешетках. Известно, что V при комнатной температуре обратимым образом поглощает водород из окружающей среды, в то время как в слое Cr водород не проникает. Нами показано, что возможно контролируемым образом влиять на волну спиновой плотности в слоях Cr, насыщая водородом соседние с ними слои ванадия.

3.1. Волны спиновой плотности в объемных материалах и наноструктурах на основе Cr

Зонный антиферромагнетизм в хrome привлекает внимание исследователей уже более пятидесяти лет. Интерес к нему возник после открытия методами нейтронной дифракции необычного магнитного упорядочения в нем [78,79], которое вскоре было интерпретировано как несоизмеримая волна спиновой плотности, возникающая из-за наличия "нестинга- энергетической поверхности Ферми в Cr [80,81]. В настоящее время магнитная структура объемного хрома и сплавов на его основе

достаточно хорошо изучена [82–84]. Ниже температуры Нееля $T_N = 311$ К в объемном Cr распространяется несоизмеримая волна спиновой плотности (ISDW), период которой не соизмерим с периодом кристаллической решетки Cr. ISDW представляет собой периодическую модуляцию величины антиферромагнитно упорядоченных магнитных моментов атомов Cr с типичным периодом 5-7 нм. ISDW - линейная волна, распространяющаяся вдоль кристаллографических направлений типа 100. Ниже температуры спин-ориентационного перехода $T_{SF} = 123$ К ISDW представляет собой продольную волну, в которой магнитные моменты атомов Cr ориентированы вдоль направления распространения волны (LSDW). Выше температуры ориентационного перехода ISDW является поперечной, то есть магнитные моменты атомов Cr ориентированы перпендикулярно направлению распространения волны (TSDW). Выше температуры Нееля 311 К, происходит переход в парамагнитное (PM) состояние. На Рисунке 3.1 схематично представлена магнитная фазовая диаграмма для объемного Cr.

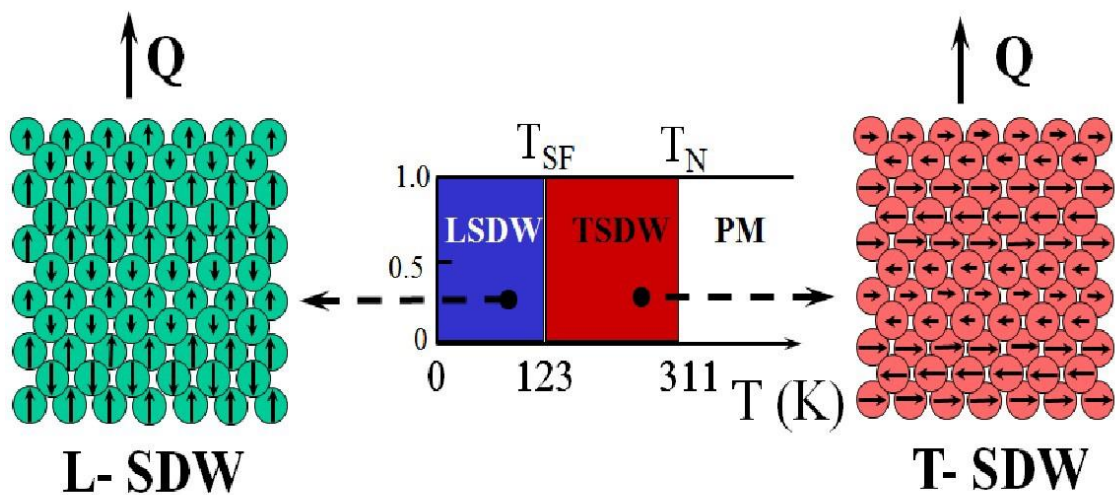


Рисунок 3.1. Схематическая фазовая диаграмма для волны спиновой плотности в объемном Sr.

В объемном Sr и в системах на его основе несоизмеримая волна спиновой плотности (ISDW) сосуществует с волной зарядовой плотности и волной упругих напряжений (SW), которые представляют собой периодические модуляции зарядовой плотности и межатомных расстояний, соответственно. Периоды этих двух волн вдвое меньше периода ISDW, а направления распространения совпадают. Упругие напряжения, дефекты, химические примеси в объемных системах могут привести к трансформации ISDW в соизмеримую волну спиновой плотности (CSDW). В этом случае не наблюдается никакой модуляции в величине магнитных моментов атомов Sr и магнитная система выглядит подобно обычному антиферромагнетику.

В то время, как распространение ВСП в объемных материалах на основе Sr достаточно хорошо изучено, магнитная структура Sr в тонких

пленках и сверхрешетках представляет большой интерес и активно исследуется [85]. В тонкопленочной системе волна спиновой плотности ограничена и, помимо спонтанного формирования волны спиновой плотности, вызванного нестингом энергетической поверхности Ферми, большое влияние оказывают эффекты гибридизации, обменное взаимодействие, дополнительные эпитаксиальные напряжения вследствие несогласования кристаллических решеток, размерные эффекты и др. По мере увеличения толщины слоев Cr вышеперечисленные эффекты будут играть меньшую роль, и система придет к квази-объемному состоянию со спонтанно формирующейся несоизмеримой волной спиновой плотности. При малых же толщинах слоев Cr, указанные эффекты играют решающую роль в формировании магнитных состояний в сверхрешетках. Ключевыми вопросами для понимания природы волн спиновой плотности в наноструктурах являются вопросы об изменении глобальных свойств ВСП - направления распространения, поляризации, периода, температуры Нееля.

До нашего исследования сравнительно хорошо изучена была только одна система - сверхрешетки Fe/Cr [81,85]. Интерес к ним был инициирован открытием гигантского магнетосопротивления [28,29] и осциллирующего межслойного обменного взаимодействия магнитных моментов слоев Fe через прослойки Cr [3]. В частности, было установлено, что при росте Cr на идеально гладкой поверхности (001) железа, хром становится магнитным с самого первого монослоя и формирует соизмеримую ВСП [31,86]. По достижении некоторой критической толщины ВСП переходит в несоизмеримую фазу. Методом нейтронной дифракции и с помощью транспортных измерений в сверхрешетках (001)Fe/Cr было установлено [87–89], что температура Нееля для несоизмеримой ВСП уменьшается с уменьшением толщины слоев Cr и,

при некоторой критической толщине слоев Cr около 5 нм, ВСП переходит в соизмеримую фазу. Несоизмеримая ВСП в сверхрешетках (001)Fe/Cr распространяется перпендикулярно поверхности образца и имеет поперечную поляризацию с ориентацией спинов в плоскости образца [89,90]. Каких-либо систематических исследований других систем на основе Cr не проводилось. В частности, нельзя сказать, являются ли вышеприведенные результаты уникальными для сверхрешеток Fe/Cr или они будут общими для более широкого класса систем на основе Cr.

В настоящей главе описаны систематические исследования многослойных наноструктур Cr/V, в которых основные эффекты возникают не из-за обменных взаимодействий на интерфейсах как в Fe/Cr, а из-за гибридизации очень близких поверхностей Ферми хрома и ванадия, а также из-за эпитаксиальных напряжений и размерных эффектов. Из исследований объемных сплавов CrV известно [91–94], что с добавлением примеси ванадия волна спиновой плотности в хrome подавляется, причем наблюдается как уменьшение магнитного момента Cr, так и понижение температуры Нееля. Эффект настолько силен, что добавление 4 % ванадия достаточно, чтобы перевести сплав Cr/V в парамагнитное состояние.

Теоретически было предсказано [95], что гибридизация энергетических поверхностей хрома и ванадия в интерфейсной области приводит к подавлению волны спиновой плотности в малой области хрома вблизи межслойной границы, что может рассматриваться как пиннинг узлов ВСП на интерфейсах. В работах [96,97] было получено также прямое экспериментальное подтверждение уменьшения магнитных моментов Cr вблизи межслойных границ Cr/V. В серии экспериментов по Мессбауэровской спектроскопии на различных расстояниях от межслойных границ помещались тонкие слои ^{119}Sn . Было показано, что на расстояниях 1-2 нм от Cr/V интерфейса хром является

парамагнитным, в то время, как на расстояниях более 2 нм магнитные моменты Cr снова возрастают до объемной величины. Несмотря на то, что влияние Cr-V гибридизации исчезает на расстояниях более 2 нм от межслойных границ, она может оказывать влияние на период и направление распространения волны спиновой плотности в сравнительно толстых слоях Cr. Далее мы рассмотрим каким образом Cr-V гибридизация влияет на распространение волны спиновой плотности в пленках Cr и сверхрешетках Cr/V.

3.2. Комплементарное применение рентгеновской и нейтронной дифрактометрии для прямого определения параметров волн спиновой плотности

Для описания процессов распространения волн спиновой плотности в сверхрешетках на основе Cr с тонкими слоями необходимо прецизионно определить параметры, характеризующие волну спиновой плотности. К таким параметрам относятся: температура Нееля, период, поляризация и направление распространения волны. Линейно поляризованную волну спиновой плотности можно описать с помощью синусоидальной модуляции магнитных моментов $\mu(r)$:

$$\vec{\mu}(\vec{r}) = \vec{\mu}_0 \sin(\vec{Q}_{SDW}\vec{r}), \quad (3.1)$$

где \vec{Q}_{SDW} - волновой вектор ВСП, его величина задает период ВСП, а его направление задает направление распространения волны. Обычно волновой вектор волны спиновой плотности представляют в виде $Q_{SDW} =$

$\frac{2\pi}{a_0} - \frac{2\pi}{\Lambda} = \frac{2\pi}{a_0}(1 - \delta)$, где a_0 - период кристаллической решетки (для объемного Cr $a_0 = 0.288$ нм), а Λ - период ВСП. δ - параметр несоизмеримости ВСП, для соизмеримой волны этот параметр равен нулю. Взаимная ориентация векторов μ_0 и \vec{Q}_{SDW} задает поляризацию ВСП.

Большинство методов, используемых при исследовании волн спиновой плотности в Cr, позволяют получить лишь частичную информацию о параметрах волны, причем, зачастую, косвенным способом. К числу редких методик, позволяющих непосредственно определить свойства ВСП, относится метод нейтронной дифракции. Магнитное рассеяние нейтронов на изучаемом образце, которые непосредственно взаимодействуют с магнитными моментами атомов Cr, в принципе, позволяет получить самую полную информацию о волне спиновой плотности. Сечение упругого рассеяния неполяризованных нейтронов на волне спиновой плотности может быть представлено в виде [82]:

$$\left(\frac{d\Omega}{d\omega}\right)_N = \bar{\mu}_Q^2 \sin^2(\Phi_{\vec{Q}}) \delta(\vec{Q} \pm \vec{Q}_{SDW} - \vec{G}_{hkl}), \quad (3.2)$$

где Φ_Q - угол между направлением магнитных моментов и вектором рассеяния \vec{Q} ($Q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \Theta$), \vec{G}_{hkl} - вектор обратной решетки Cr для разрешенных брегговских рефлексов, μ_Q - Фурье-компонента вектора намагниченности $\mu(r)$, соответствующая вектору рассеяния \mathbf{Q} . Для ОЦК кристаллической решетки хрома рассеяние нейтронов на волне спиновой плотности будет приводить к появлению магнитных сателлитных рефлексов вблизи запрещенных брегговских пиков. В случае соизмеримой ВСП, магнитные рефлекссы будут наблюдаться непосредственно на

позициях запрещенных брегговских рефлексов, в случае несоизмеримой ВСП, сателлиты будут детектированы на расстоянии δ от запрещенного рефлекса в обратном пространстве. Положение и интенсивность этих сателлитных рефлексов содержит полную информацию о волне спиновой плотности: амплитуду, период, направление распространения и поляризацию.

Помимо волны спиновой плотности в системе распространяется также волна упругих напряжений (ВУН), которую можно представить как синусоидальную модуляцию межатомных расстояний

$$a(\vec{r}) = a_0 + \Delta \sin(2Q_{SDW}\vec{r}), \quad (3.3)$$

где учтено, что период ВУН в два раза больше периода ВСП и Δ амплитуда волны упругих напряжений. Параметры ВУН могут быть определены с помощью рассеяния синхротронного рентгеновского излучения. Сечение рассеяния рентгеновского излучения на волнах упругих напряжений можно представить в виде [82]:

$$\left(\frac{d\Omega}{d\omega}\right)_{XR} \sim (\vec{Q}\vec{\Delta}^2)\delta(\vec{Q} \pm 2\vec{Q}_{SW} - \vec{G}_{hkl}). \quad (3.4)$$

Как следует из вышеприведенной формулы, для ОЦК кристаллической решетки Cr рассеяние синхротронного излучения на несоизмеримой волне упругих напряжений будет приводить к возникновению сателлитных рефлексов вблизи разрешенных брегговских пиков на расстоянии 2δ в обратном пространстве. Положение и интенсивность этих рефлексов содержат информацию о периоде и направлении распространения ВСП, однако, информация о поляризации ВСП при этом теряется. Невозможно также детектировать сигнал от соизмеримой ВУН, поскольку он будет накладываться на сигнал от основного брегговского рефлекса.

Как отмечалось выше, магнитное рассеяние нейтронов позволяет непосредственно определить магнитное состояние в слоях Cr и, в принципе, способно предоставить полную информацию о свойствах ВСП. Однако, интенсивности потоков нейтронов на современных исследовательских реакторах зачастую недостаточны для получения результатов с высоким разрешением. С другой стороны, рассеяние синхротронного рентгеновского излучения позволяет детектировать сателлиты, возникающие вблизи фундаментальных брегговских пиков хрома из-за распространения волны упругих напряжений и, таким образом, определить свойства ВУН с очень высоким разрешением, но при этом теряется информация о поляризации волны спиновой плотности. Кроме того, рентгеновская дифракция не способна предоставить какую-либо информацию о соизмеримой волне упругих напряжений.

Несмотря на то, что применение любой из двух указанных методик не позволяет определить полную магнитную фазовую диаграмму системы с высоким разрешением, это становится возможным при комбинированном использовании сразу двух методик. При этом нейтронная дифракция позволяет качественно определить поляризацию и направление распространения волны спиновой плотности, а из результатов рентгеновской дифракции извлекаем, с высоким разрешением, период и температуру Нееля несоизмеримой волны спиновой плотности.

Проанализируем кратко оптимальную схему проведения нейтронных и синхротронных измерений для исследования волн спиновой плотности в тонкопленочных системах на основе хрома. Пусть оси H (100) и K (010) лежат в плоскости образца, а ось L (001) направлена вдоль нормали к поверхности образца. Из соображений симметрии, распространение волн в плоскости образца вдоль направлений H и K предполагается одинаковым, в отличие от выделенного направления L. На рисунке 3.2

схематично представлены сателлитные рефлексы, которые могут наблюдаться при рентгеновском и нейтронном рассеянии от волн спиновой плотности и упругих напряжений в пленках хрома.

При проведении синхротронных измерений достаточно провести только два измерения: вдоль направления L вблизи рефлекса (002)Cr и вдоль направления H вблизи рефлекса (101)Cr. При распространении волны вдоль направления L сателлиты будут детектированы в первом случае, при распространении волны в плоскости образца - во втором. При проведении нейтронных измерений потребуется по два измерения вблизи запрещенных рефлексов (100)Cr и (001)Cr вдоль H и L направлений.

Для удобства анализа, в Таблице 3.1, приведены правила отбора для наблюдения сателлитов в зависимости от направления распространения, поляризации и ориентации спинов относительно плоскости образца. LSDW, TSDW, CSDW отвечают продольной поляризации, поперечной поляризации и соизмеримой ВСП, соответственно. Индексы in и out указывают направление распространения волны - в плоскости образца либо вдоль нормали к нему. Стрелки показывают ориентацию магнитных моментов относительно плоскости образца.

Таблица 3.1

Правила отбора для детектирования спутниковых рефлексов вблизи $(100)_{Cr}$ и $(001)_{Cr}$ положений при рассеянии нейтронов от волны спиновой плотности.

Сателлит	$LSDW_{in}$ →	$LSDW_{out}$ ↑	$TSDW_{in}$ →	$TSDW_{in}$ ↑	$TSDW_{out}$ ↑	$CSDW$ ↑	$CSDW$ →
$(1\ 0\ 0)$	-	-	-	-	-	✓	✓
$(1\pm\delta\ 0\ 0)$	-	-	✓	✓	-	-	-
$(1\ 0\ \pm\delta)$	-	✓	-	-	✓	-	-
$(0\ 0\ 1)$	-	-	-	-	✓	-	-
$(0\ 0\ 1\pm\delta)$	-	-	-	-	✓	-	-
$(\pm\delta\ 0\ 1)$	✓	-	✓	-	-	-	-

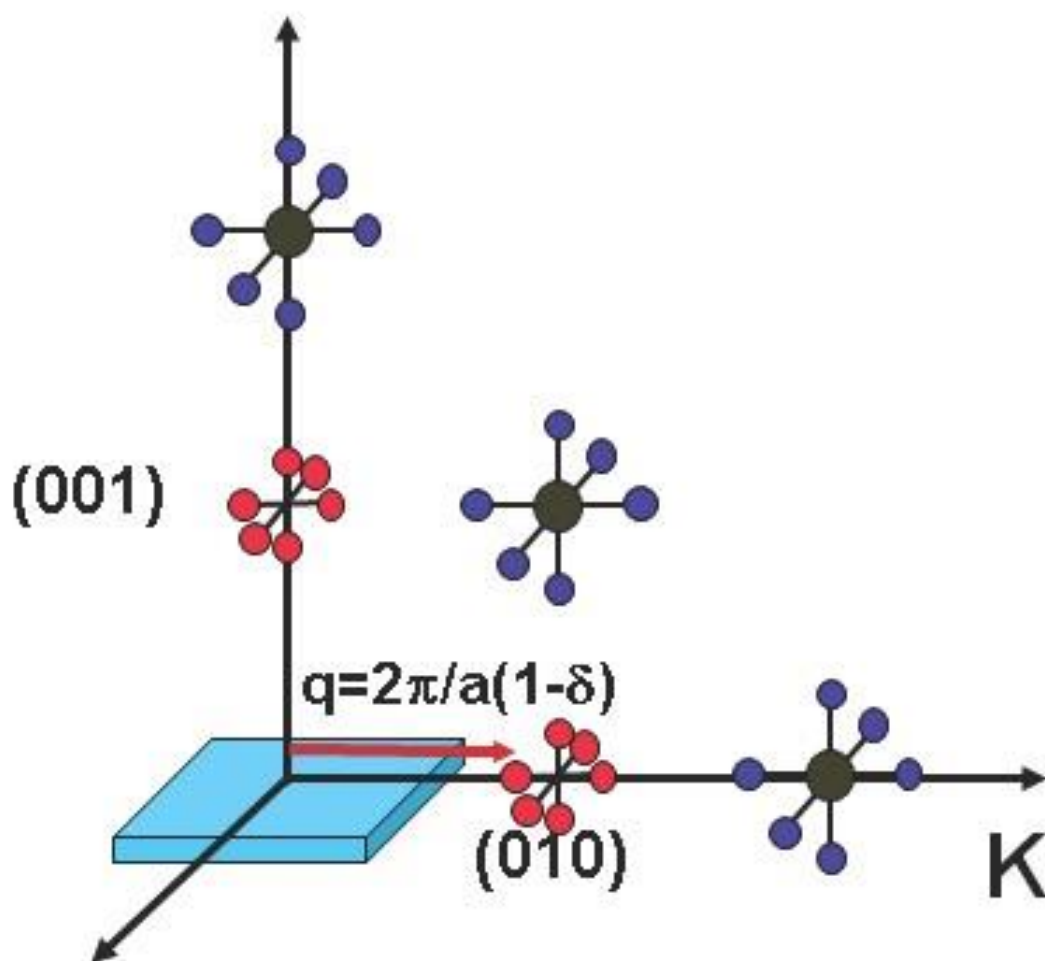


Рисунок 3.2. Схематическое изображение рефлексов, которые могут быть наблюдаться при рентгеновском и нейтронном рассеянии от волн спиновой плотности и упругих напряжений в пленках Sr.

3.3. Экспериментальные детали

Исследования были проведены на серии образцов, выращенных в группе профессора Хйорвардсона в университете города Уппсала (Швеция) методом высоковакуумного магнетронного распыления на монокристаллических подложках (001)MgO. Были использованы две серии

образцов: Первая серия состоит из трёх образцов Cr(200 нм), V(1.4 нм)/Cr(200 нм) и V(1.4 нм)/Cr(200 нм).V(1.4 нм), выращенных непосредственно на подложке. Последний образец был закрыт сверху поверхностным слоем Cr(2 нм) для защиты от окисления. Вторая серия состоит из шести сверхрешеток $[Cr(t)/V(1.4)]_N$, $t = 9, 12.5, 25, 50, 100, 200$ нм. Для первого образца серии число повторений $N = 23$, для всех остальных оно выбиралось таким образом, чтобы суммарная толщина Cr в сверхрешетке была равна 200 нм. Рост производился при температуре подложки 200, с буферным слоем V(1.4 нм) и защитным слоем Pd(3 нм) сверху.

Структурная характеристика образцов была проведена методами рентгеновской дифракции и рефлектометрии с использованием синхротронного излучения на станциях W1.1 (HASYLAB, Гамбург, Германия), SAW (DELTA, Дортмунд, Германия), ID20 (ESRF, гренобль, Франция). Согласно рентгеноструктурным данным, для всех исследованных образцов подтверждается эпитаксиальный рост с эпитаксиальными соотношениями Cr(001)[100]||MgO(001)[110].

Определение параметров волны упругих напряжений с помощью синхротронного излучения было проведено на станции ID20 (ESRF, Гренобль, Франция). Падающий пучок был 99.8 % линейно σ -поляризован в плоскости образца. С помощью двухкристального PG монохроматора выделялось излучение с энергией 12 кэВ. Для уменьшения фонового сигнала на вторичном пучке использовался PG(004), выделяющий $\sigma\sigma$ компоненту отраженного сигнала. Во всех случаях производились два измерения: в направлении L вблизи рефлекса (002)Cr и вдоль направления H вблизи рефлекса (101)Cr.

Эксперименты по нейтронному рассеянию были проведены на трехосном спектрометре UNIDAS (Исследовательский центр Юлих, Германия) и четырехкружном дифрактометре D10 (Институт Лауэ-Ланжевена, Гренобль, Франция). Длина волны нейтронов составляла 0.235 нм, для уменьшения фонового сигнала был использован PG анализатор.

Эксперименты по насыщению систем водородом были проведены с использованием криостатов замкнутого цикла с внешним резервуаром водорода, соединенным через небольшой капилляр. Насыщение водородом производилось при комнатной температуре, после чего образец охлаждался до низких температур и производились последовательные измерения с повышением температуры. В синхротронных экспериментах использовался водород, в нейтронных экспериментах - дейтерий, с тем, чтобы избежать сильного некогерентного рассеяния нейтронов на водороде. В нейтронных измерениях всегда производилось четыре измерения вблизи (001)Cr и (100)Cr позиций в H и L направлениях. Далее в настоящей главе мы приводим только те сканы, в которых был детектирован сигнал от ВСП, если какие-либо сканы опущены, это значит, что измерения были произведены, но сигнал от волны спиновой плотности детектирован не был.

3.4. Ориентационные переходы в наноструктурах Cr/V

3.4.1. Экспериментальные результаты

Рассмотрим сначала распространение волн спиновой плотности в сравнительно толстых пленках Cr толщиной 200 нм. На рисунке 3.3 представлены нейтронные дифрактограммы от пленки Cr(200 нм),

выращенной непосредственно на монокристаллической подложке (001)MgO, измеренные в K направлении вблизи береговых позиций (010)Cr и (001)Cr. Измерения, проведенные при различных температурах, сдвинуты по оси ординат для удобства представления. Сильный независимый от температуры пик при $K = 0.97$ возникает из-за рефлекса от подложки (022)MgO для гармоники $\lambda/2$. Аналогичные измерения, проведенные в L направлении, не приводятся, т.к. они не содержат никакой полезной информации.

Из анализа приведенных дифрактограмм можно сделать вывод, что ВСП распространяется в плоскости образца. При температурах до $T = 100$ К наблюдаются два сателлита вблизи пика (010)Cr в K направлении, что предполагает существование продольной волны спиновой плотности. Выше $T = 100$ К эти два сателлитных пика полностью исчезают и появляются новые сателлиты вблизи пика (001)Cr в K направлении. Таким образом, между $T = 100$ К и $T = 150$ К происходит спин-флип переход, при котором продольная волна спиновой плотности трансформируется в поперечную волну.

Направление распространения волны остается в плоскости пленки, но магнитные моменты теперь ориентированы в L направлении, т.е., выходят из плоскости. При высоких температурах вблизи температуры Нееля $T_N = 275$ К для несоизмеримой фазы становится заметным появление соизмеримой волны спиновой плотности. Температура Нееля для соизмеримой фазы превышает $T = 300$ К. На рисунке 3.4 схематично представлена магнитная фазовая диаграмма для волны спиновой плотности в пленке Cr(20 нм)/MgO. Стрелки на диаграмме указывают направление магнитных моментов атомов Cr относительно плоскости пленки.

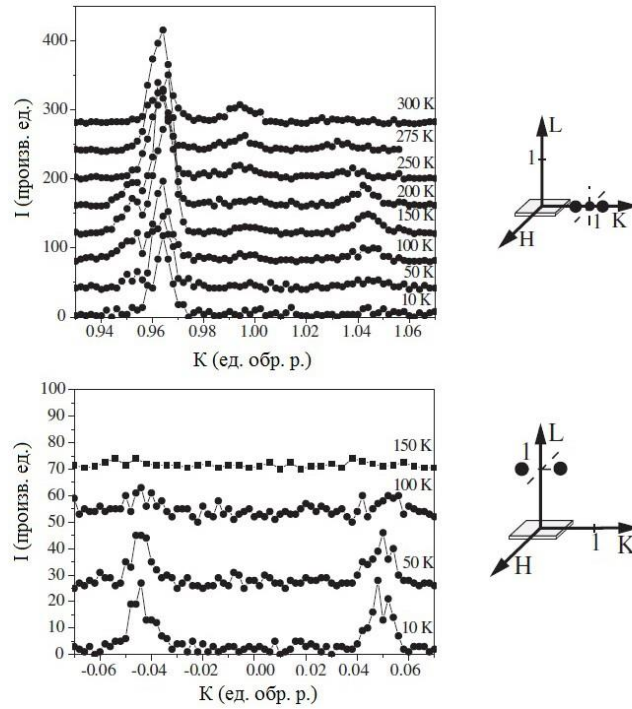


Рисунок 3.3. Нейтронные дифрактограммы от пленки Cr(20 нм)/MgO, измеренные в K направлении вблизи брегговских позиций (010)Cr и (001)Cr.

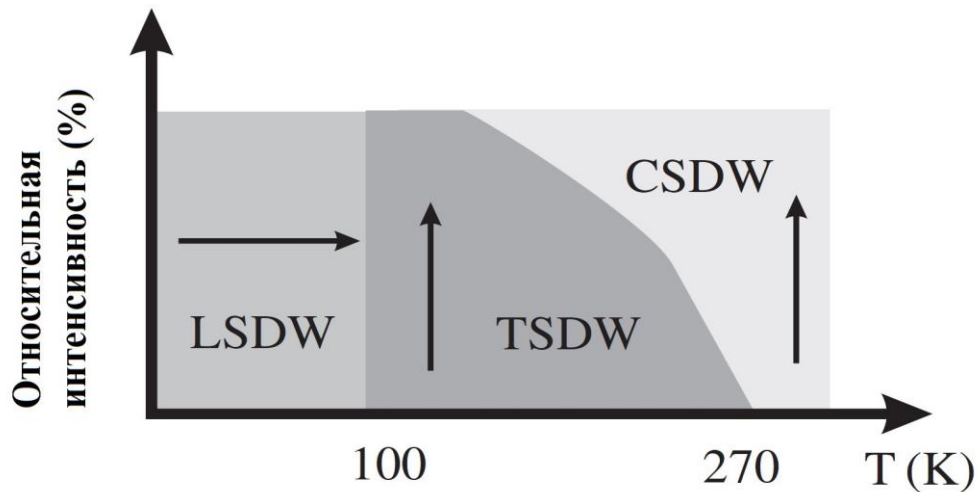


Рисунок 3.4. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в пленке Cr(20 нм)/MgO.

Рассмотрим далее распространение волн спиновой плотности в наногетероструктуре Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO, в данном случае пленка Cr выращена на тонком буферном слое V. Для определения направления распространения волны упругих напряжений сначала при $T = 15$ К были сняты две рентгеновские дифрактограммы в K направлении вблизи пика (011)Cr и в L направлении вблизи (002)Cr. Эти дифрактограммы приведены на рисунке 3.5. Фундаментальные брегговские рефлексy (011)Cr и (002)Cr на рисунке не показаны, т.к. их интенсивность на много порядков превышает интенсивность сателлитов.

Поскольку сателлиты наблюдаются только в первом случае, то можно заключить, что волна распространяется исключительно в плоскости пленки. Для прецизионного определения изменения периода волны с температурой были проведены серии измерений в K направлении вблизи пика (011)Cr при различных температурах, результаты измерений представлены на рисунке 3.6; для удобства представления графики, измеренные при разных температурах, сдвинуты друг относительно друга по оси ординат. Как видно из приведенных графиков, по мере увеличения температуры положения сателлитов непрерывно смещаются в сторону фундаментального рефлекса (011)Cr, а их интенсивность уменьшается. Отметим также, что полуширина сателлитных пиков не меняется с температурой во всем исследованном температурном диапазоне. При $T = 300$ К сателлитные рефлексy полностью исчезают, это значение температуры можно считать температурой Нееля для исследуемой системы.

Для определения поляризации волны спиновой плотности в системе были проведены нейтронные измерения вблизи брегговских позиций (010)Cr и (001)Cr, результаты измерений представлены на рисунке 3.7. Схематичные диаграммы вблизи графиков показывают какие были

проведены измерения и какие рефлексы при этом наблюдались. Как видно из графиков, сателлиты от несоизмеримой волны спиновой плотности наблюдаются только в К направлении вблизи $(010)_{Cr}$ и $(001)_{Cr}$, таким образом, в полном согласии с синхротронными данными, несоизмеримая волна распространяется в плоскости образца.

При низких температурах мы наблюдаем продольную волну спиновой плотности, а выше $T = 100$ К происходит переход к поперечной волне спиновой плотности, причем спины атомов Cr ориентированы в плоскости образца. В нашем случае в образце реализуется двухдоменное состояние, то есть волны распространяются вдоль направлений Н и К. В дополнение к сателлитным рефлексам от несоизмеримой волны спиновой плотности на позициях запрещенных пиков $(010)_{Cr}$ и $(001)_{Cr}$ наблюдаются также рефлексы от соизмеримой волны спиновой плотности. Соизмеримая волна спиновой плотности сосуществует с несоизмеримой во всем температурном диапазоне, а ее поляризация аналогична несоизмеримой фазе: магнитные моменты всегда остаются в плоскости образца. Полученные результаты суммированы на рисунке 3.8, где представлена схематичная фазовая диаграмма для исследованного образца.

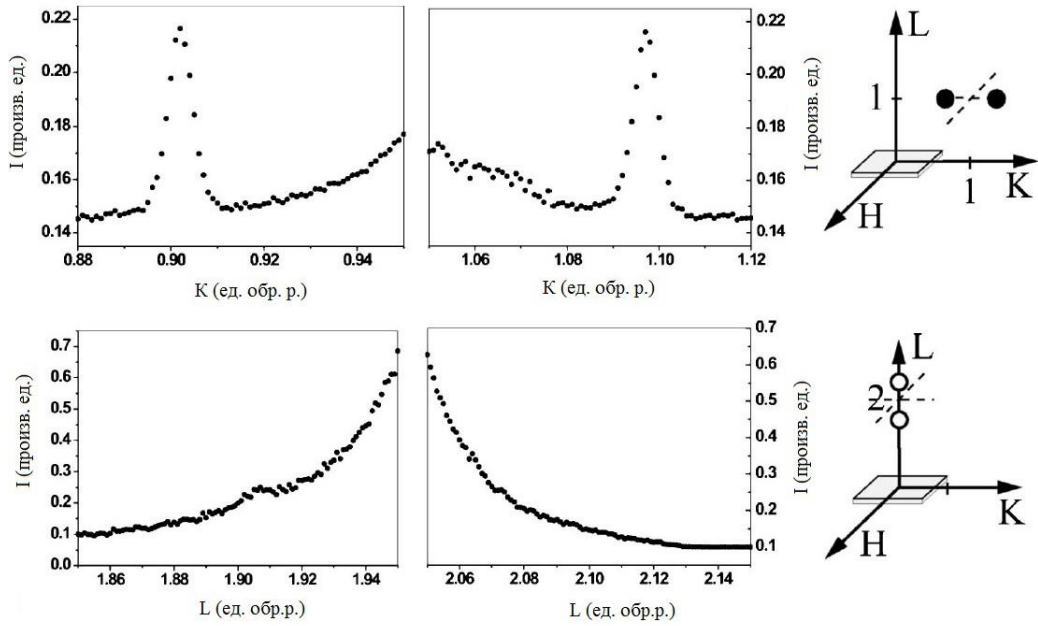


Рисунок 3.5. Синхротронные измерения интенсивности рассеяния от наногетероструктуры Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO, измеренные при $T = 15$ К вблизи брегговских пиков (011)Cr и (002)Cr.

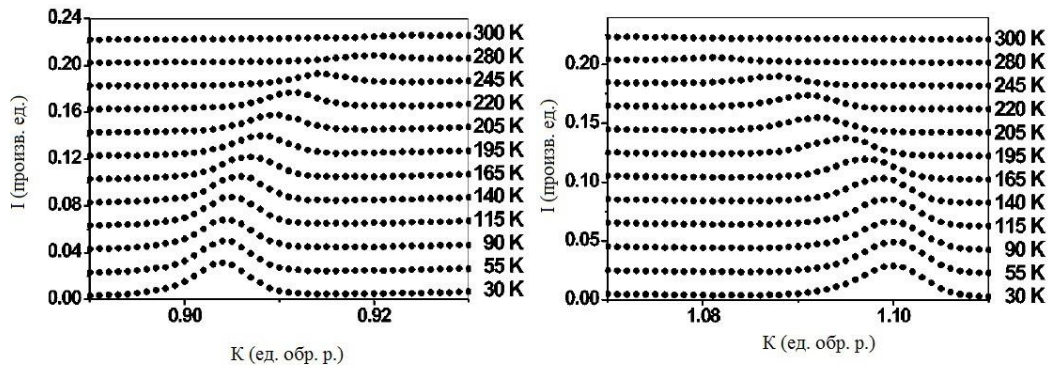


Рисунок 3.6. Синхротронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния от наногетероструктуры Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO в K направлении вблизи брегговского пика (011)Cr.

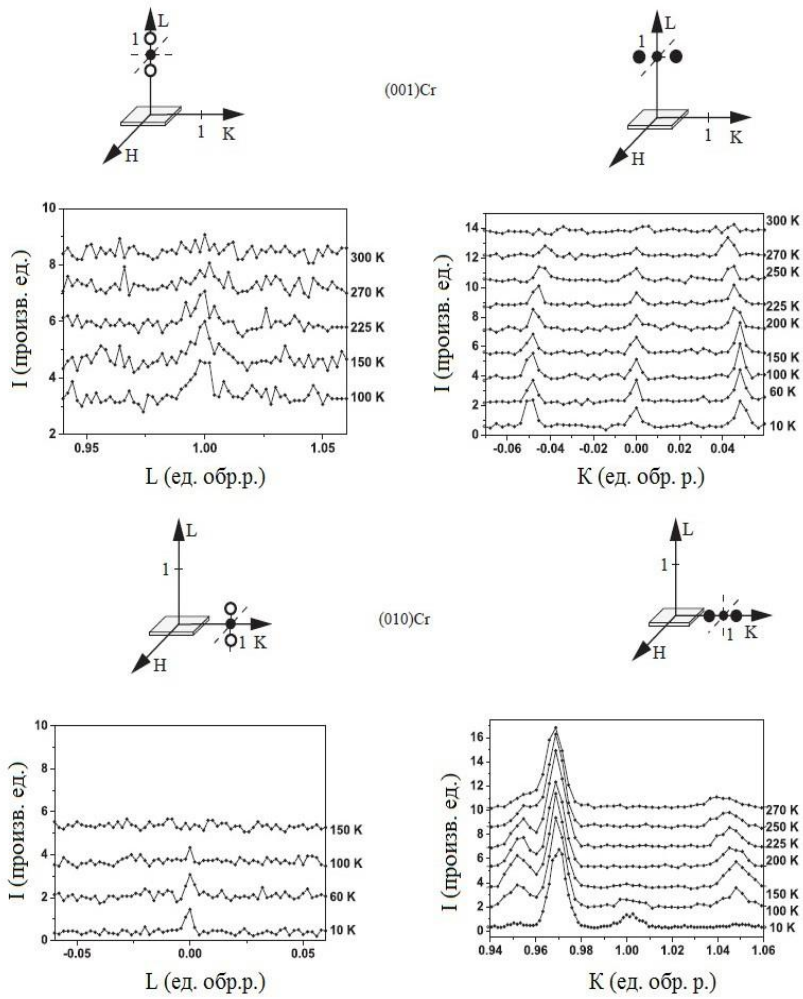


Рисунок 3.7. Нейтронные дифрактограммы от наногетероструктуры Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO, измеренные вблизи брегговских позиций (010)Cr и(001)Cr.

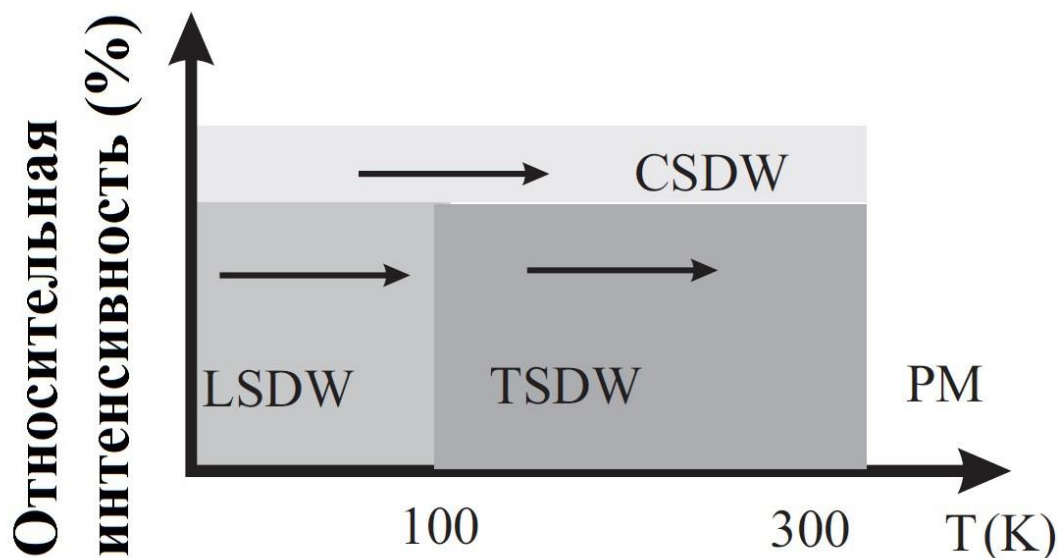


Рисунок 3.8. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в наногетероструктуре Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO.

Рассмотрим далее результаты исследования распространения волн спиновой плотности в наногетероструктурах V (1.4 нм)/Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO, в данном случае пленка Cr выращена на тонком буферном слое V и закрыта сверху таким же слоем. Результаты синхротронных измерений представлены на рисунке 3.9. В данном случае сателлиты наблюдаются при измерении в L направлении вблизи (002)Cr, т.е., волна распространяется вдоль нормали к поверхности образца. Температура Нееля для несоизмеримой фазы составляет $T = 260$ К. Результаты нейтронных измерений представлены на рисунке 3.10. При температурах ниже $T = 60$ К в образце распространяется продольная несоизмеримая волна спиновой плотности, выше этой температуры на интервале примерно 70 К происходит спин-ориентационный переход к поперечной

волне спиновой плотности. Характерно, что в данном случае не наблюдается соизмеримой фазы. Результаты нейтронных и синхротронных измерений суммированы на качественной магнитной фазовой диаграмме, представленной на рисунке 3.11.

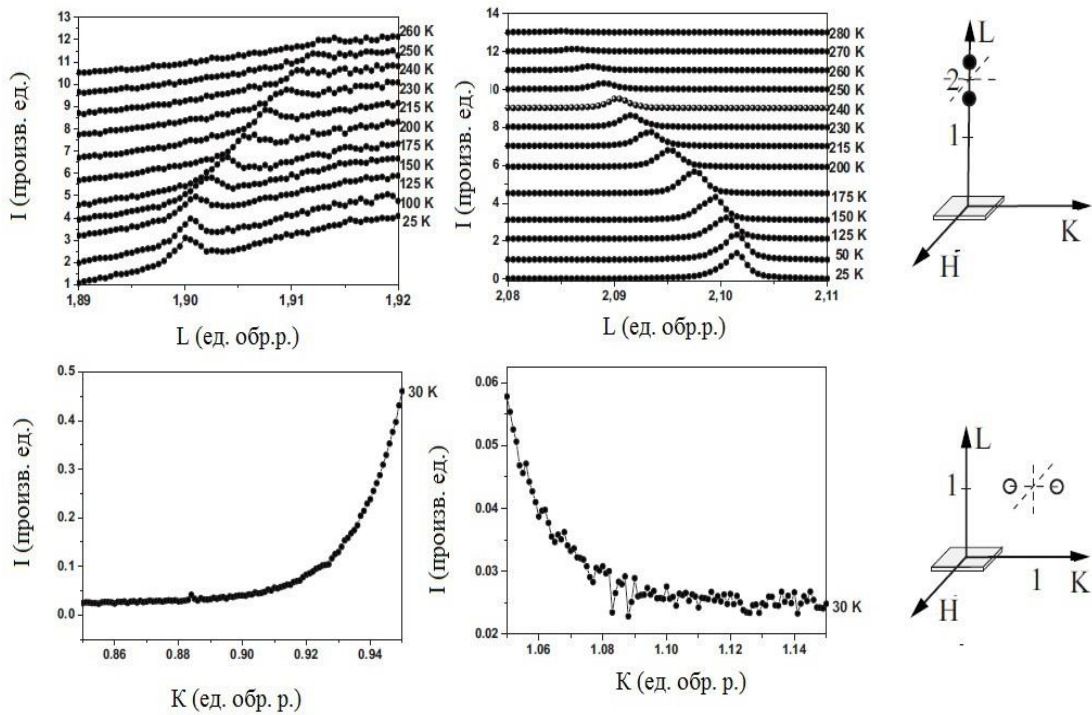


Рисунок 3.9. Синхротронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния от наногетероструктуры V (1.4 нм)/Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO.

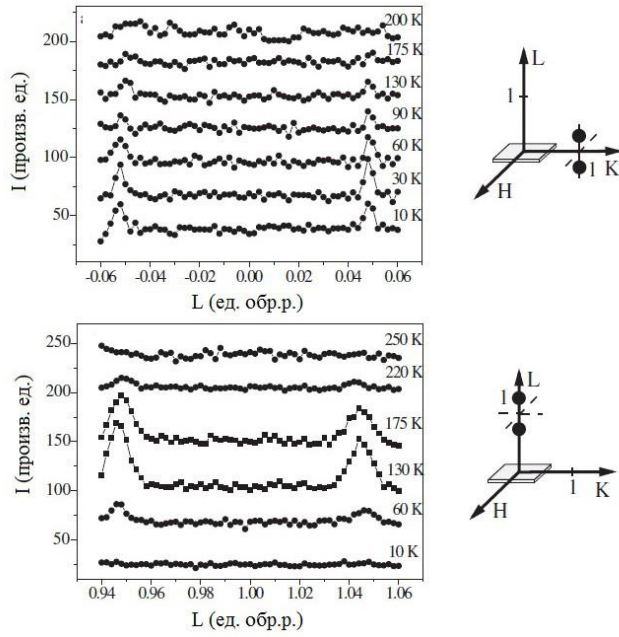


Рисунок 3.10. Нейтронные дифрактограммы от наногетероструктуры V (1.4 нм)/Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO.

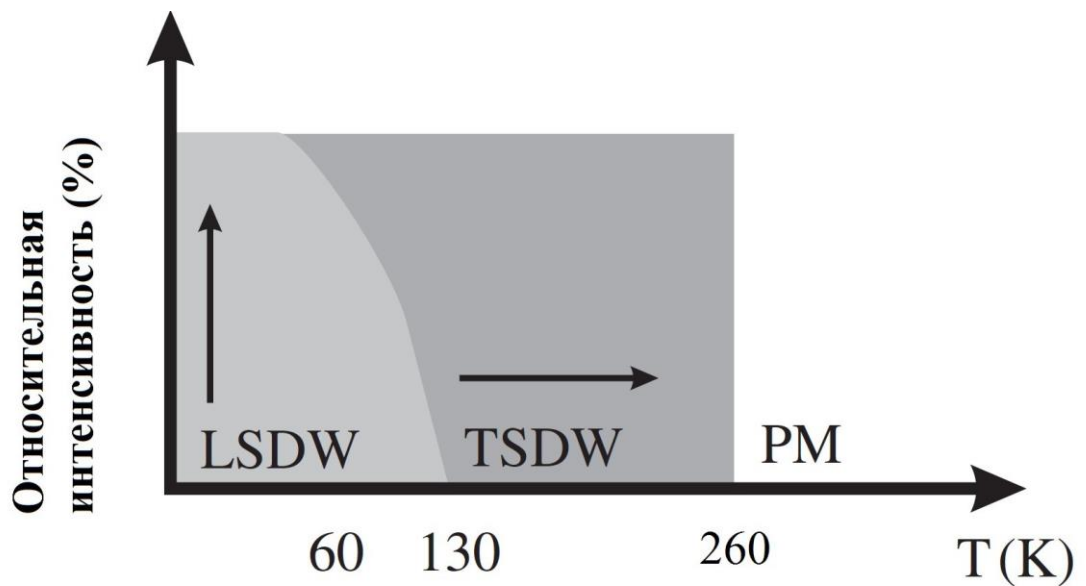


Рисунок 3.11. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в наногетероструктуре V (1.4 нм)/Cr(20 нм)/V (1.4 нм)/MgO.

3.4.2. Обсуждение результатов

Распространение волн спиновой плотности в тонкопленочных системах на основе Cr определяется многими факторами, такими как эпитаксиальные напряжения, эффекты близости соседних слоев, интерфейсное обменное взаимодействие, структура межслойных границ и др. Система Cr/V идеально подходит для исследования влияния только двух факторов: эпитаксиальных напряжений и гибридизации на поверхностях Cr-V. Оценим прежде всего влияние эпитаксиальных напряжений. С этой целью по положениям брегговских пиков (011)Cr и (002)Cr нами были прецизионно определены постоянные решетки для всех трех образцов, после чего были рассчитаны остаточные напряжения и приложенное давление согласно следующим формулам [98]:

$$\sigma_{\parallel} = (E\epsilon_{\parallel} + \nu\sigma_{\perp}) / (1 - \nu), \quad (3.5)$$

$$\sigma_{\perp} = E\epsilon_{\perp} + 2\nu\sigma_{\parallel}, \quad (3.6)$$

$$p = -(2\sigma_{\parallel} + \sigma_{\perp}), \quad (3.7)$$

где $\epsilon_i = (a_i - a_0)/a_0$, a_0 - постоянная решетки в направлении i . E , ν и a - соответственно, модуль Юнга, отношение Пуассона и постоянная решетки для объемного Cr (279 ГПа, 0.21, и 2.884 °А).

Полученные результаты представлены в таблице 3.2. Как следует из представленных результатов, подложка MgO(001) обеспечивает расширение параметров решетки Cr в плоскости образца. Для эталонной пленки Cr(001), выращенной непосредственно на подложке MgO(001), деформации кристаллической решетки в плоскости и вдоль нормали к поверхности обусловлены исключительно эпитаксиальными напряжениями, задаваемыми подложкой.

Таблица 3.2

Параметры решетки, эпитаксиальные деформации, напряжения и результирующее давление в пленках Cr(001) и Cr/V(001) на подложках MgO(001).

образец	a (°А) _⊥	a (°А) 	$\epsilon_{ }$ (10 ⁻³)	ϵ (10 ⁻³) ⊥	σ (МПа)	σ ⊥ (МПа)	p (МПа)
Cr	2.879	2.889	1.73	-1.73	54	-26	-82
Cr/V, V/Cr/V	2.875	2.889	1.73	-3.12	43	-69	-17

Тонкий буферный слой V в Cr/V и V/Cr/V не изменяет деформацию в плоскости образца, но обеспечивает дополнительные изменения вдоль

нормали к поверхности, что существенно изменяет результирующее давление, приложенное к кристаллической решетке Cr.

Поскольку влияние гибридизации между Cr и MgO пренебрежимо мало, поведение ВСП в Cr/MgO полностью определяется эпитаксиальными напряжениями и размерными эффектами ввиду ограниченной толщины пленки. Магнитная фазовая диаграмма, представленная на рисунке 3.4 очень похожа на магнитную фазовую диаграмму для объемного Cr [82]. Разница лишь в некотором уменьшении температур спин-ориентационного перехода и температуры Нееля, а также в появлении, при высоких температурах, соизмеримой волны спиновой плотности, которая часто наблюдается в тонких пленках и объясняется влиянием размерных эффектов и эпитаксиальных напряжений. Другой причиной появления соизмеримой фазы может быть значительная разница в коэффициентах теплового расширения Cr и MgO, особенно, при температурах выше 200 К.

Эпитаксиальные напряжения от подложки MgO определяют направление распространения волны спиновой плотности в плоскости образца. Поляризация волны спиновой плотности - продольная при низких температурах и поперечная при высоких - скорее всего, внутреннее свойство системы. Аналогичные результаты были получены для пленки Cr толщиной 400 нм на подложке MgO(001) в работе [99], где наблюдалась поперечная волна спиновой плотности с тем же направлением распространения и той же поляризацией, как и в нашем случае.

Сравнительный анализ результатов для систем Cr/MgO и Cr/V/MgO позволяет нам выявить роль Cr-V гибридизации в распространении волн спиновой плотности. Магнитная фазовая диаграмма для системы Cr/V/MgO, представленная на рисунке 3.8, почти идентична магнитной фазовой диаграмме для Cr/MgO. Тот факт, что вклад от соизмеримой фазы

становится несколько меньше может быть легко объясним тем, что приложенное давление из-за эпитаксиальных напряжений в системе Cr/V/MgO значительно меньше. Наиболее существенное различие заключается в том, что произошло изменение поляризации волны спиновой плотности при высоких температурах. Волна спиновой плотности в Cr/V/MgO по-прежнему распространяется в плоскости образца, но теперь ее спины ориентированы в плоскости образца при всех температурах. Вне всяких сомнений, изменение ориентации спинов поперечной волны спиновой плотности от нормальной к поверхности (Cr/MgO) к направленной в плоскости образца есть эффект Cr-V гибридизации.

Анализ результатов по распространению волн спиновой плотности в V/Cr/V/MgO(001) дает новую информацию о роли Cr-V гибридизации. Отметим два новых эффекта. Во-первых, появление второго интерфейса Cr/V на поверхности образца приводит к изменению направления распространения волны спиновой плотности, теперь она распространяется вдоль нормали к поверхности образца. Во-вторых, наблюдается значительное уменьшение температуры Нейля системы. Поскольку нет никаких существенных различий в структурных свойствах образцов Cr/V/MgO и V/Cr/V/MgO, указанные изменения обусловлены исключительно Cr-V гибридизацией на верхнем интерфейсе.

Таким образом, влияние напряжений с одной стороны и Cr-V гибридизации с другой стороны определяют окончательное состояние волны спиновой плотности. Напряжения, возникающие в образце из-за несогласования решеток, разного рода структурных несовершенств образца приводят к появлению дополнительного давления на кристаллическую решетку Cr. Это давление, в свою очередь, подавляет несоизмеримую фазу ВСП и усиливает соизмеримую. В предельном

случае крайне высокого давления несоизмеримая фаза может быть полностью подавлена.

Что касается направления распространения волны, то оно определяется как эпитаксиальными напряжениями, так и гибридизацией. Эффекты Cr-V гибридизации главным образом ответственны за переориентационные эффекты в Cr/V. Гибридизация определяет поляризацию волны спиновой плотности в Cr/V, а также её направление распространения в V/Cr/V. Важно отметить значительную разницу в температуре Нееля при распространении волны спиновой плотности в плоскости образца (300 K) и вдоль нормали к поверхности (260 K).

3.5. Формирование волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V

3.5.1. Экспериментальные результаты

Структурные данные

В данном разделе анализируется влияние размерных эффектов на формирование волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V. С этой целью нами была исследована серия сверхрешеток Cr/V, отличающихся толщиной слоев Cr. Толщины слоев V во всех случаях были равны 1.4 нм. Прежде чем переходить к рассмотрению результатов нейтронно синхротронных измерений суммируем информацию о структурных свойствах, исследуемых сверхрешеток, полученную из анализа синхротронных измерений. Отметим, что исследуемые образцы характеризуются хорошо определенной слоистой структурой с резкими

межслойными границами, что подтверждается измерениями, проведенными с помощью рентгеновской рефлектометрии; эпитаксиальный рост Cr/V был подтвержден результатами большеугловой дифракции.

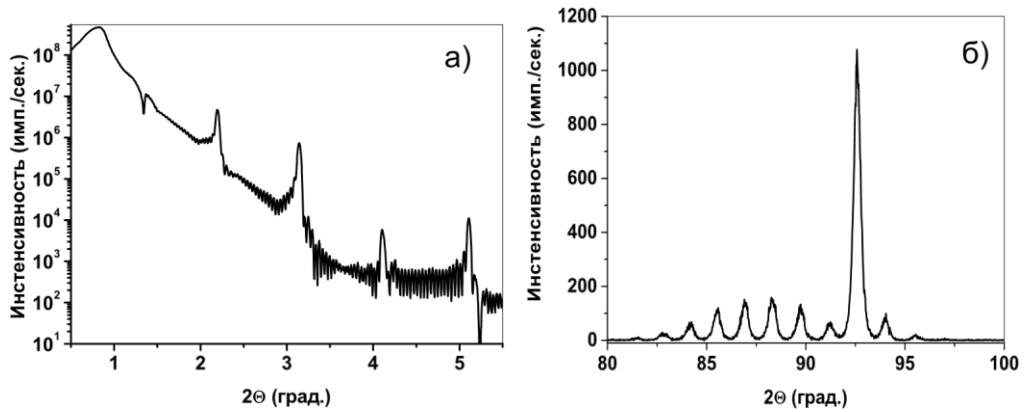


Рис. 3.12. (а) Рефлектометрическая кривая и (б) большеугловая дифрактограмма для сверхрешетки $[\text{Cr}(90\text{\AA})/\text{V}(14\text{\AA})]_{23}$, измеренные на длине волны рентгеновского излучения $\lambda = 2.084\text{\AA}$.

В качестве примера на рисунке 3.12 приведены рефлектограмма и дифрактограмма для образца $[\text{Cr}(90\text{\AA})/\text{V}]_{23}$, измеренные для длины волны излучения $\lambda = 2.084\text{\AA}$, характеризующие хорошую слоистую структуру образца и высокую степень совершенства его кристаллической структуры.

Таблица 3.3

Параметры кристаллической решетки, кристаллические длины когерентности и мозаичность сверхрешеток Cr/V. Толщины слоев V во всех сверхрешетках составляют 1.4 нм.

образец	a_{\perp} (нм)	a_{\parallel} (нм)	ξ_{\perp} (нм)	ξ_{\parallel} (нм)	мозаичность (град)
V/Cr(200 нм)/V	0.2892	0.2923	200	50	0.10
[Cr(100 нм)/V] ₂ , фаза I (95%)	0.2889	0.2903	40	20	0.36
[Cr(100 нм)/V] ₂ , фаза II (5%)	0.2889	0.2972	40	20	0.36
[Cr(50 нм)/V] ₄	0.2886	0.2897	30	40	0.41
[Cr(25 нм)/V] ₈	0.2882	0.2895	10	10	0.70
[Cr(12.5 нм)/V] ₁₆	0.2875	0.2897	10	10	0.65
[Cr(9 нм)/V] ₂₃	0.2883	0.2895	10	10	0.44

В таблице 3.3 суммированы результаты определения структурных параметров сверхрешеток, полученные из анализа рентгеновских измерений вблизи фундаментальных брегговских пиков вдоль нормали к поверхности образца (002) в плоскости образца (110). Постоянная решетки вдоль нормали к поверхности a_{\perp} и кристаллическая длина когерентности ξ_{\perp} были определены из положения и полуширины фундаментального брегговского пика Cr/V (002) в геометрии θ - 2θ . Мозаичность в плоскости образца была оценена из θ измерений того же рефлекса. Постоянная

решетки в плоскости a_{\parallel} и кристаллическая длина когерентности ξ_{\parallel} были оценены из измерений в геометрии скользящего падения брегговского рефлекса (110), причем угол падения при этом был зафиксирован таким образом, чтобы обеспечить глубину проникновения рентгеновского излучения в образец примерно 5 нм.

Как следует из приведенных в таблице результатов, для всех образцов постоянная решетки в плоскости поверхности плёнки увеличена по сравнению со значением для объемного Cr $a_0=0.2884$ нм, что объясняется эпитаксиальными напряжениями от подложки MgO(001) и слоев ванадия, у –
 которых параметры решетки больше ($a_V=0.303$ нм, $a_{MgO}/\sqrt{2} = 0.2978$ нм).

Первый образец серии Cr(2000 Å)/V характеризуется очень высокой степенью структурной когерентности, его поперечная корреляционная длина составляет 200 нм, что в точности равно толщине слоя Cr. Его постоянные решетки значительно увеличены как в плоскости образца, так и вдоль нормали к поверхности, таким образом для этого образца наблюдаются максимальные эпитаксиальные напряжения. По мере уменьшения толщины слоев Cr и увеличения числа прослоек V структурное качество образцов ухудшается: уменьшаются корреляционные длины и возрастает мозаичность. Параметры решетки при этом приближаются к значениям для объемного Cr, то есть эпитаксиальные напряжения уменьшаются.

В образце Cr(1000 Å)/V мы обнаружили две фазы, характеризующиеся разными постоянными решетки a . Сравнивая интегральные интенсивности брегговских пиков (110)Cr, можно сказать, что первая фаза занимает примерно 95% образца, а вторая 5%. Точные оценки произвести невозможно, поскольку в наших рентгеновских измерениях пучок проникал только в верхнюю часть образца. Параметр

кристаллической решетки a_{\parallel} для второй фазы ближе к соответствующему значению для MgO.

Сверхрешетки $[V/Cr(100 \text{ нм})/V]_2$

Результаты для наногетероструктуры V/Cr(200 нм)/V были уже представлены выше. Рассмотрим последовательно результаты синхротронных и нейтронных измерений для остальных образцов серии. На рисунке 3.13 представлены результаты синхротронных измерений волн упругих напряжений вблизи брегговских рефлексов (002)Cr и (011)Cr для образца $[V/Cr(100)/V]_2$ зависимости от температуры, на схематических диаграм-

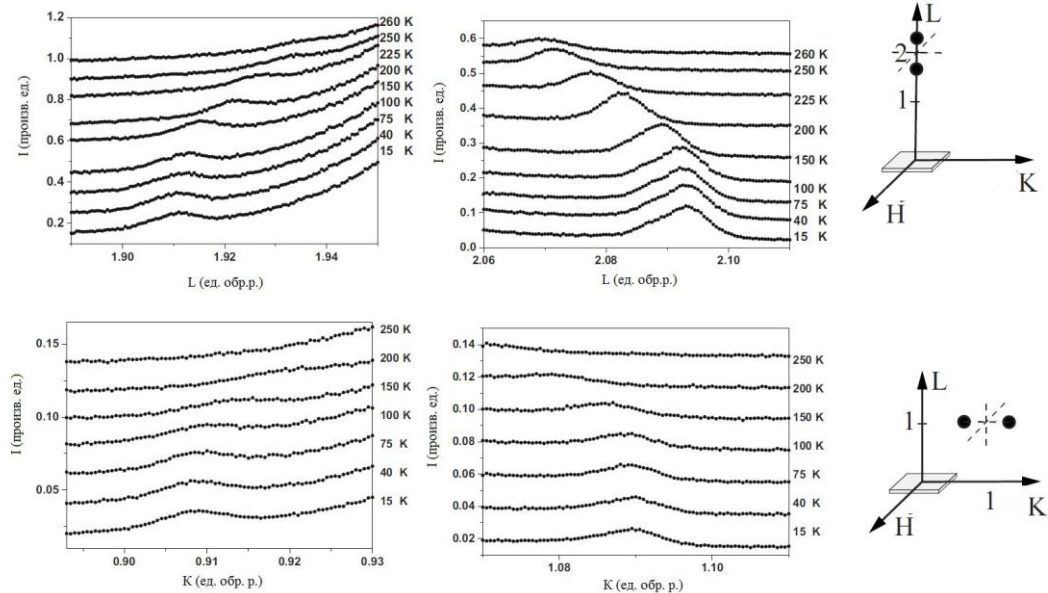


Рисунок 3.13. Синхротронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах упругих напряжений от наногетероструктуры $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(10 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_2/\text{MgO}$.

мах показаны типы выполненных сканов. Как следует из синхротронных результатов, в образце наблюдаются две фазы ВСП, одна распространяется в плоскости образца, а вторая вдоль направления L перпендикулярно поверхности. Соотношение интегральных интенсивностей этих двух волн примерно 1:10, что соответствует структурным данным для двух кристаллографических фаз, учитывая разницу в структурных факторах для сателлитов ВУН вблизи (002) и (011) брегговских рефлексов. Различие в свойствах этих двух фаз связано с разницей в эпитаксиальных напряжениях, приложенных к ним в плоскости образца.

Поляризация волны спиновой плотности в этом образце была определена с помощью нейтронной дифракции. Распространяющаяся в плоскости волну спиновой плотности оказалось трудно исследовать ввиду очень малой интенсивности сигнала. Было проведено только два скана при температуре $T = 2$ К в направлении H вблизи запрещенных рефлексов (100)Cr и (001)Cr, которые подтвердили, что распространяющаяся в плоскости образца волна имеет поперечную поляризацию.

Волна спиновой плотности, распространяющаяся перпендикулярно поверхности образца, была исследована подробно. На рисунке 3.14 представлены результаты нейтронных измерений в L направлении вблизи брегговского положения Cr(100). Измерения вблизи положения Cr(001) также были выполнены, но никакого отраженного сигнала детектировано не было. Как видно из приведенного графика, в этом образце не наблюдается никакого спин-ориентационного перехода, и волна спиновой плотности остается продольной при всех температурах вплоть до $T=270$ К, где она переходит в соизмеримую волну. Переход из несоизмеримой фазы в соизмеримую не резкий, он происходит в температурном интервале от 250 К до 270 К. Поскольку при этом переходе не происходит изменений

поляризаций волн спиновой плотности, то фазовый переход характеризуется только изменением величины магнитных моментов S_r .

Качественная магнитная фазовая диаграмма, основанная на результатах нейтронных и синхротронных измерений для данного образца, приведена на рис. 3.15. При низких температурах сосуществуют две несоизмеримые фазы: распространяющаяся в плоскости поперечная волна со спинами, ориентированными вдоль нормали к поверхности, и распространяющаяся вдоль нормали продольная волна. Эти две волны имеют разные температуры Нееля. Распространяющаяся вдоль нормали волна выше $T = 250$ К переходит в соизмеримую фазу, которая сохраняется в сверхрешетке выше комнатной температуры.

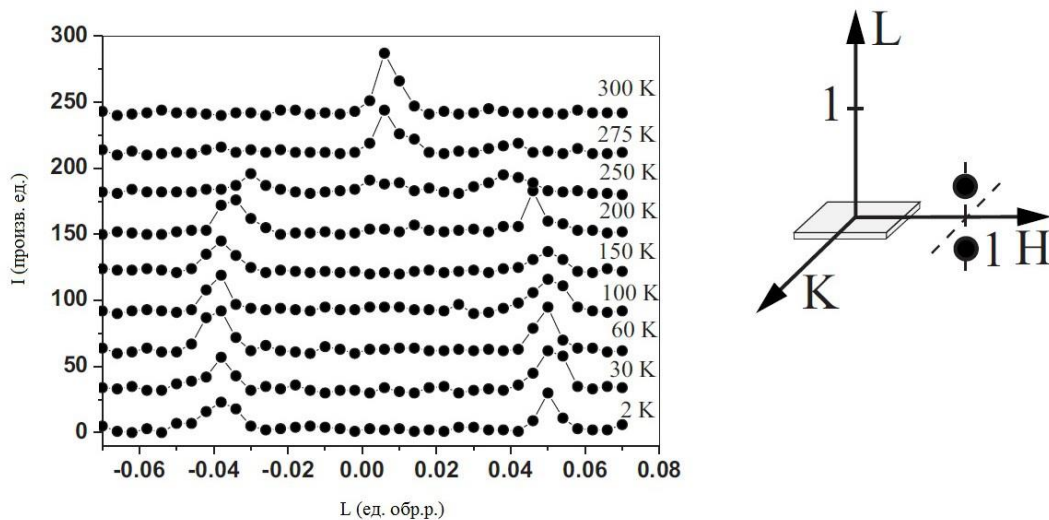


Рисунок 3.14. Нейтронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах спиновой плотности от наногетероструктуры $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(10 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_2/MgO$.

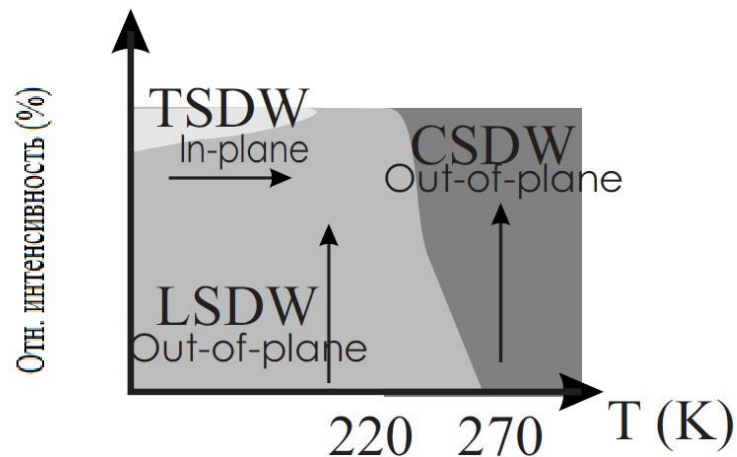


Рисунок 3.15. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в наногетероструктуре $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(10 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_2/MgO$.

Сверхрешетки $[V/Cr(50 \text{ нм})/V]_4$

Рассмотрим далее результаты нейтронных и синхротронных измерений для сверхрешетки $[V/Cr(50 \text{ нм})/V]_4$. В данном случае поведение ВСП оказалось значительно проще, чем в предыдущем случае. На рисунке 3.16 представлены результаты синхротронных измерений в L направлении вблизи позиции $(002)Cr$. Измерения в K направлении вблизи положения $(011)Cr$ не приводятся, т.к., там не было детектировано никаких сигналов от волны упругих напряжений.

На рисунке 3.17 приведены нейтронные сканы, измеренные в L направлении вблизи положения $Cr(100)$. Остальные нейтронные сканы не приводятся, т.к., никаких сигналов от волны спиновой плотности там

зафиксировано не было. Как следует из приведенных нейтронных данных, волна спиновой плотности представляет собой продольную волну, которая распространяется вдоль нормали к поверхности образца. При температурах выше $T = 220$ К волна постепенно переходит в соизмеримую фазу и выше $T = 250$ К в образце распространяется только соизмеримая волна спиновой плотности. качественная магнитная фазовая диаграмма для этого образца приведена на рисунке 3.18.

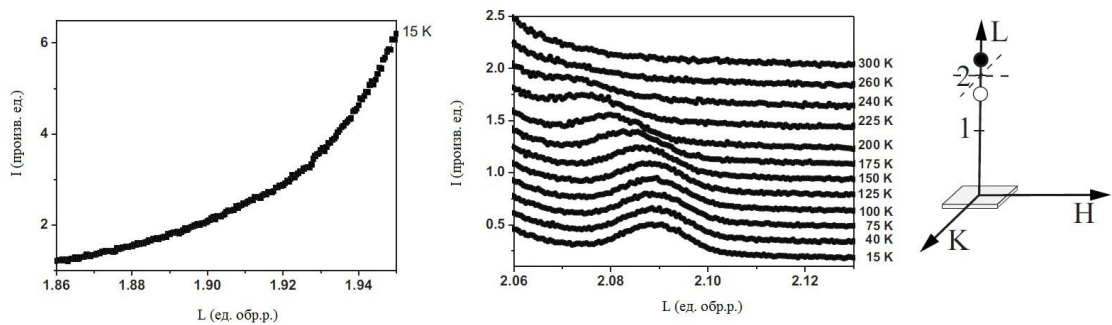


Рис. 3.16. Синхротронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах упругих напряжений от сверхрешетки $[\text{V} (1.4 \text{ нм})/\text{Cr}(50 \text{ нм})/\text{V} (1.4 \text{ нм})]_4/\text{MgO}$.

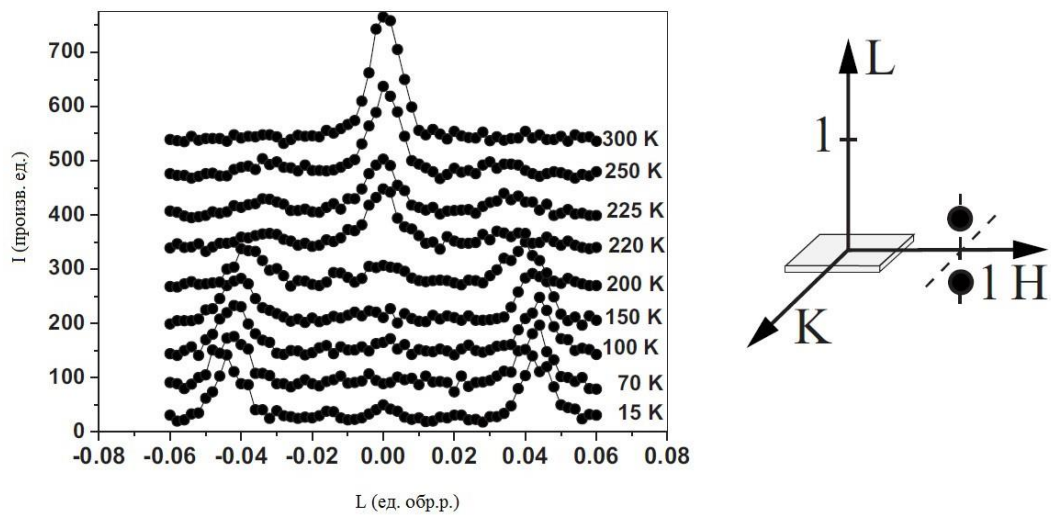


Рис. 3.17. Нейтронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах спиновой плотности от сверхрешетки $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$.

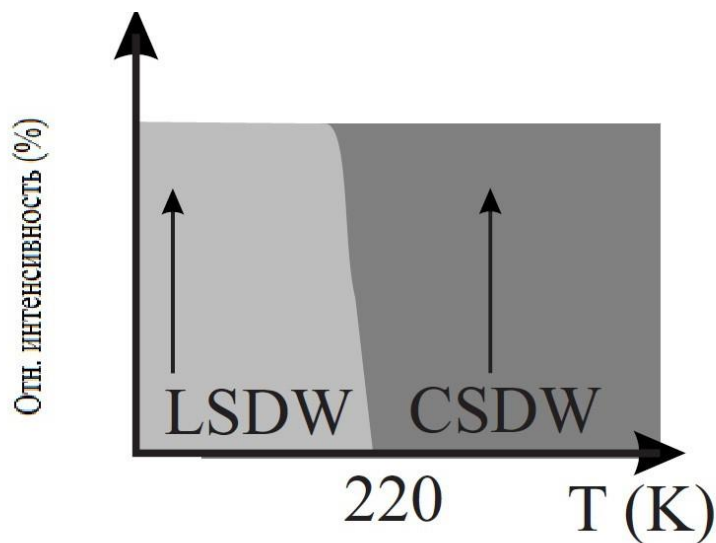


Рис. 3.18. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в сверхрешетке $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$.

Сверхрешетки [V/Cr(25 нм)/V]₈

Рассмотрим далее результаты для сверхрешетки [V/Cr(25 нм)/V]₈. Результаты синхротронных измерений при различных температурах данного образца представлены на рисунке 3.19. Как и в предыдущем случае, волна распространяется исключительно вдоль нормали к поверхности. Температура Нееля, оцененная из синхротронных данных, составляет $T = 150$ К, что значительно ниже, чем в предыдущих случаях. Очень важно отметить, что положение сателлитного пика не изменяется с температурой, т.е., период волны спиновой плотности не зависит от температуры.

Нейтронные данные представлены на рисунке 3.20. Аналогично, мы приводим только результаты для одного скана в L направлении вблизи Cr(100), поскольку в остальных трех не было детектировано рассеянного сигнала. Как следует из нейтронных данных, начиная с самых низких температур в образце сосуществуют две фазы волны спиновой плотности соизмеримая и несоизмеримая. Последняя представляет собой продольную волну с температурой Нееля около $T = 150$ К. Объем, занятый несоизмеримой фазой в образце, непрерывно уменьшается с ростом температуры, а объем, занятый соизмеримой, возрастает. Обе фазы волны спиновой плотности имеют одинаковую поляризацию, при которой магнитные моменты ориентированы вдоль нормали к поверхности. При температурах выше $T = 150$ К в образце распространяется только соизмеримая волна. Качественная фазовая диаграмма для данного образца приведена на рисунке 3.21

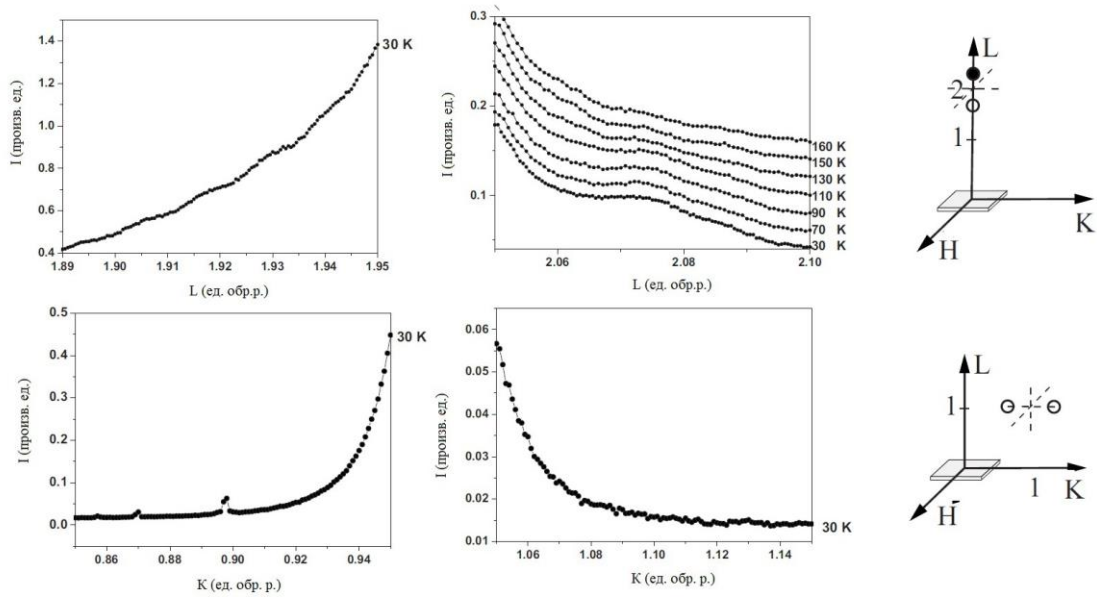


Рисунок 3.19. Синхротронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах упругих напряжений от сверхрешетки $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(25 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_8/MgO$.



Рисунок 3.20. Нейтронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах спиновой плотности от сверхрешетки $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(25 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_8/MgO$.

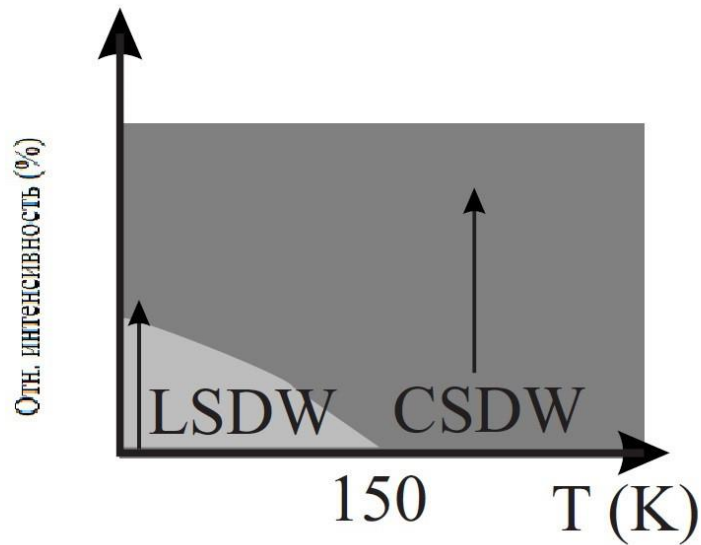


Рисунок 3.21. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в сверхрешетке $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(25 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_8/MgO$.

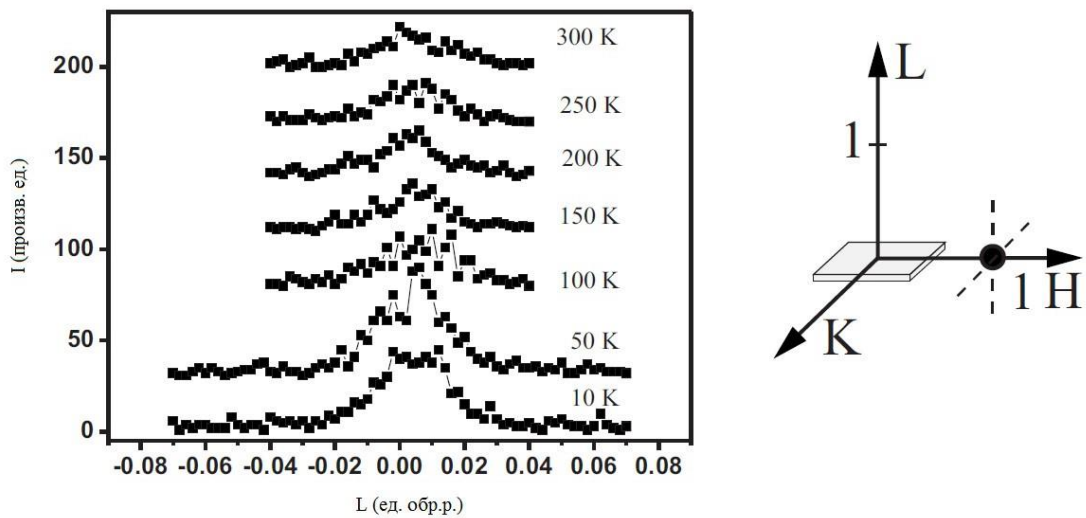


Рисунок 3.22. Нейтронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах спиновой плотности от сверхрешетки $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(12.5 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_{16}/MgO$.

Сверхрешетки [V/Cr(12.5 нм)/V]₁₆

Рассмотрим далее результаты для сверхрешетки [V/Cr(12.5 нм)/V]₁₆. При синхротронных измерениях нами не было детектировано никаких сателлитов, что предполагает отсутствие в образце несоизмеримой волны спиновой плотности. Этот вывод согласуется с результатами нейтронных измерений, представленных на рисунке 3.22. Как следует из нейтронных данных, в образце при всех температурах распространяется только соизмеримая волна спиновой плотности, причем магнитные моменты ориентированы вдоль нормали к поверхности. Магнитная фазовая диаграмма для данного образца представлена на рисунке 3.23.

Сверхрешетки [V/Cr(9 нм)/V]₂₃

Рассмотрим, наконец, далее результаты для сверхрешетки [V/Cr(9 нм)/V]₂₃. Измерения, проведенные с помощью рассеяния нейтронов и синхротронного излучения не выявили никаких пиков, связанных с волнами спиновой плотности и волнами упругих напряжений. На рисунке

3.24

пред

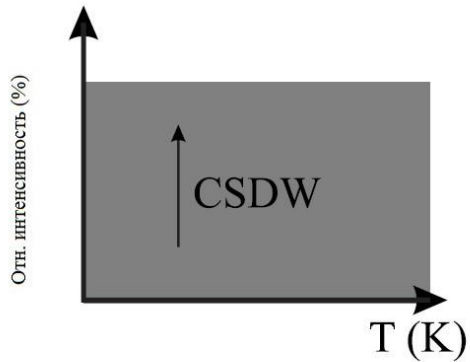


Рисунок 3.23. Магнитная фазовая диаграмма для волн спиновой плотности в сверхрешетке $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(15.5 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_{16}/MgO$.

ставлены нейтронные сканы, измеренные в L направлении около положений $(100)Cr$ и $(001)Cr$. Отсутствие сигнала свидетельствует о том, что образец является парамагнитным при всех температурах.

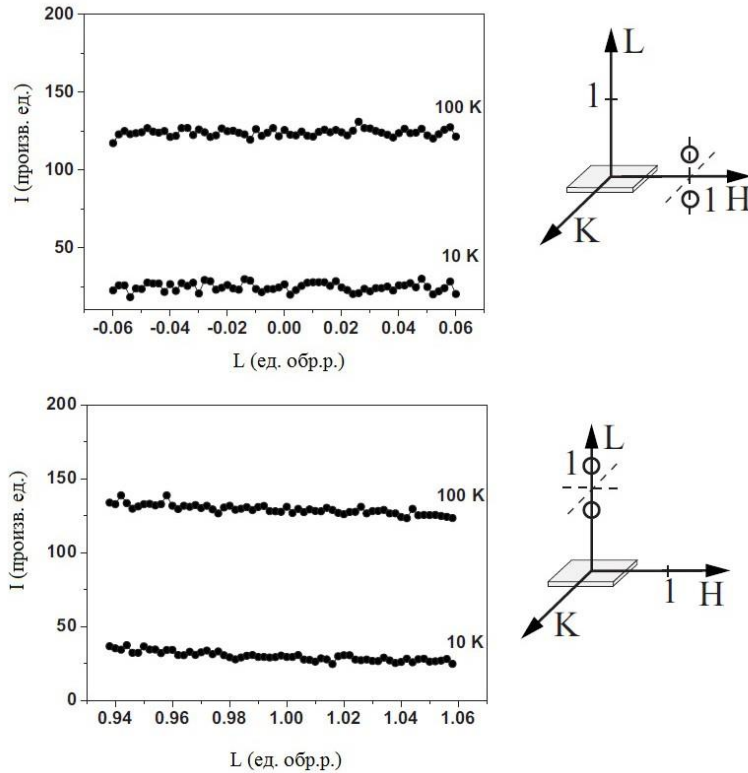


Рисунок 3.24. Нейтронные измерения температурной зависимости интенсивности рассеяния на волнах спиновой плотности от сверхрешетки $[V/Cr(9\text{нм})/V]_{23}$.

3.5.2. Анализ результатов

Как обсуждалось выше, анализ поведения волн спиновой плотности в сверхрешетках на основе Cr очень сложен, так как ее формирование может определяться конкуренцией многих физических факторов. Прежде чем переходить к подробному анализу, оценим относительную значимость этих факторов в случае наших сверхрешеток Cr/V. Как следует из

результатов структурного анализа, все образцы этой серии обладают высокой степенью структурного совершенства. Эпитаксиальные напряжения, возникающие из-за несогласования параметров кристаллических решеток Cr-V и Cr-MgO не существенны и слабо зависят от толщины слоев Cr. Фактически, наиболее сильные напряжения наблюдаются в самых толстых слоях и самые слабые - в самых тонких. Единственное исключение составляет образец Cr(1000°А)/V.

Сравнение поведения волн спиновой плотности в этом образце, распространяющихся вдоль нормали и в плоскости образца, дает нам возможность оценить влияние эпитаксиальных напряжений в плоскости образца на поведение волн спиновой плотности. Кристаллическая когерентность образцов ухудшается по мере уменьшения толщины слоев Cr, но она остается достаточно высокой и не ограничивает распространение волн спиновой плотности. Таким образом, при рассмотрении основных фаз волн спиновой плотности мы можем исключить из нашего анализа эффекты, связанные с эпитаксиальными напряжениями и структурными несовершенствами.

Наши структурные данные подтверждают наличие хорошей слоистой структуры и резких межслойных границ в образцах. Среднеквадратичные шероховатости межслойных границ, составляющие несколько десятых нанометра, значительно меньше толщины образующихся вблизи Cr/V интерфейсов магнитомертвых слоев, составляющих от 2 нм [96] до 5 нм (наша оценка, обсуждаемая ниже). Таким образом, влияние несовершенства межслойных границ будет слабо сказываться на формировании волн спиновой плотности.

Сосредоточим внимание на трех основных факторах, определяющих свойства волн спиновой плотности в наших сверхрешетках Cr/V: 1) спонтанное формирование волны спиновой плотности в Cr, обусловленное

нестингом поверхности Ферми; 2) размерные эффекты (зависимость от толщины слоев Cr); 3) эффекты близости соседних слоев V, включающие в себя, в частности, гибридизацию на Cr-V интерфейсах, возможное формирование магнитомертвых слоев вблизи интерфейсов Cr-V и специфические граничные условия для волн спиновой плотности на Cr-V интерфейсах.

Данные по рассеянию нейтронов и синхротронного излучения, обсуждаемые нами выше, позволяют построить ясную и систематическую картину природы волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V. Формирование квазиобъемного состояния волн спиновой плотности в Cr/V проходит в несколько этапов от парамагнитного состояния в самых тонких слоях Cr к соизмеримой волне спиновой плотности в более толстых слоях, и далее к несоизмеримой волне спиновой плотности в самых толстых слоях Cr.

В литературе уже сообщалось [96] о наличии магнитомертвых слоев Cr вблизи межслойных границ Cr/V, таким образом, можно было ожидать, что сверхрешетки Cr/V будут парамагнитными в случае достаточно тонких слоев Cr. Мы показали, что сверхрешетки Cr(t_{cr})/V(1.4 нм) являются немагнитными для толщин слоев Cr вплоть до 9 нм. Далее, при толщинах слоев Cr от 9 до 12.5 нм возникает магнитоупорядоченное состояние в форме соизмеримой волны спиновой плотности. Как мы будем обсуждать ниже, толщину магнитомертвого слоя можно оценить примерно в 5 нм, то есть критическая толщина для возникновения соизмеримой волны спиновой плотности составляет около 10 нм.

Температура Нееля для соизмеримой волны спиновой плотности, по видимому, значительно превышает комнатную температуру. По мере того, как толщина слоев Cr увеличивается, при низких температурах начинает формироваться несоизмеримая волна спиновой плотности, где она

существует с соизмеримой волной спиновой плотности. Мы обнаружили низкотемпературную несоизмеримую волну спиновой плотности при толщинах слоев $t_{Cr} \geq 25$ нм.

По мере того, как толщина слоев Cr увеличивается, температура Нееля T_N для несоизмеримой волны спиновой плотности возрастает, а соизмеримая фаза начинает формироваться при более высоких температурах вблизи температуры Нееля T_N . В случае очень толстых слоев Cr, порядка 200 нм, наблюдается только несоизмеримая волна спиновой плотности. Температура Нееля T_N для несоизмеримой волны спиновой плотности возрастает с ростом толщины слоев Cr, приближаясь к значению T_N для объемного Cr в толстых пленках толщиной около 200 нм.

Температура T_{CP} , при которой начинает формироваться соизмеримая волна спиновой плотности, также возрастает с ростом толщины слоев, приближаясь к значению T_N . В образце с толщиной слоя Cr 200 нм соизмеримая фаза не возникает вообще и поведение ВСП становится очень близким к его поведению в объемном Cr. На рисунке 3.25 показана зависимость температур T_N и T_{CP} как функций толщины слоев Cr. Важно отметить, что зависимость $T_N(t_{Cr})$ в сверхрешетках Cr/V кардинальным образом отличается от такой зависимости в сверхрешетках Cr/Fe [88]. Согласно данным [88], несоизмеримая фаза в Cr/Fe возникает при толщинах $t_{Cr} = 4.8$ нм; T_N быстро возрастает с ростом толщины слоев Cr и достигает объемных значений при $t_{Cr} = 20$ нм. В сверхрешетках Cr/V несоизмеримая фаза возникает в значительно более толстых слоях t_{Cr} от 12.5 до 25 нм и T_N достигает объемных значений при толщинах $t_{Cr} = 200$ нм.

Температурная зависимость периода несоизмеримой волны спиновой плотности в Cr/V сверхрешетках существенно зависит от толщины слоев

Cr. На рисунке 3.26 представлены результаты, полученные из синхротронных

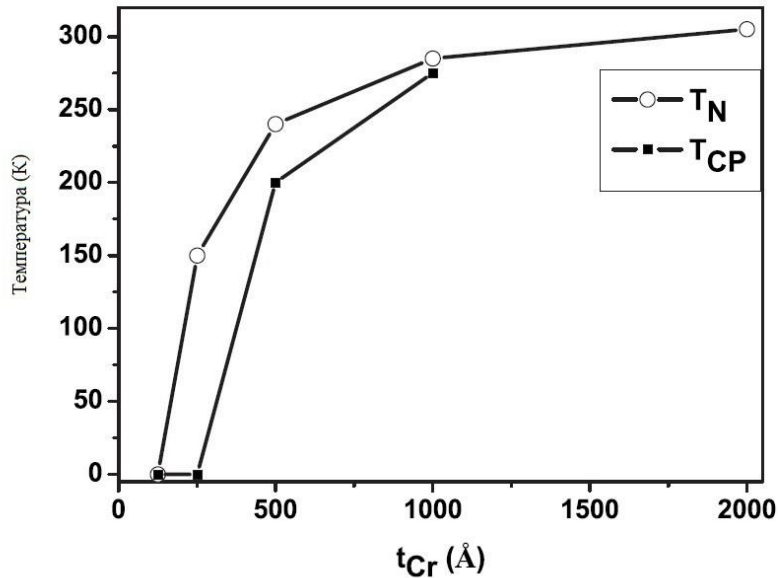


Рисунок 3.25. Температура Нееля для несоизмеримой волны спиновой плотности и температура возникновения соизмеримой волны спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V как функции толщины слоев Cr.

измерений, в сравнении данными для объемного Cr [100] и объемного сплава $Cr_{0.995}V_{0.005}$ [101]. Температурная зависимость периода ВСП для Cr/V не следует известной зависимости для сплава CrV, скорее, она близка к результатам для тонких пленок Cr [85], где период возрастает с уменьшение толщины слоев.

В дополнение к размерным эффектам, хорошо известным и для других систем, отметим важную особенность, характерную исключительно для Cr/V. Волна спиновой плотности в Cr/V сильно ограничена тем, что узлы пиннигованы на интерфейсах Cr/V, то есть

внутри слоя Cr всегда должно помещаться целое число полупериодов волны спиновой плотности. Любое изменение периода волны с температурой должно сопровождаться изменением числа полупериодов волны внутри слоя. Если толщина слоя Cr мала, то изменения невозможны и период волны спиновой плотности не будет изменяться с температурой, что и наблюдается для образца Cr(25 нм)/V.

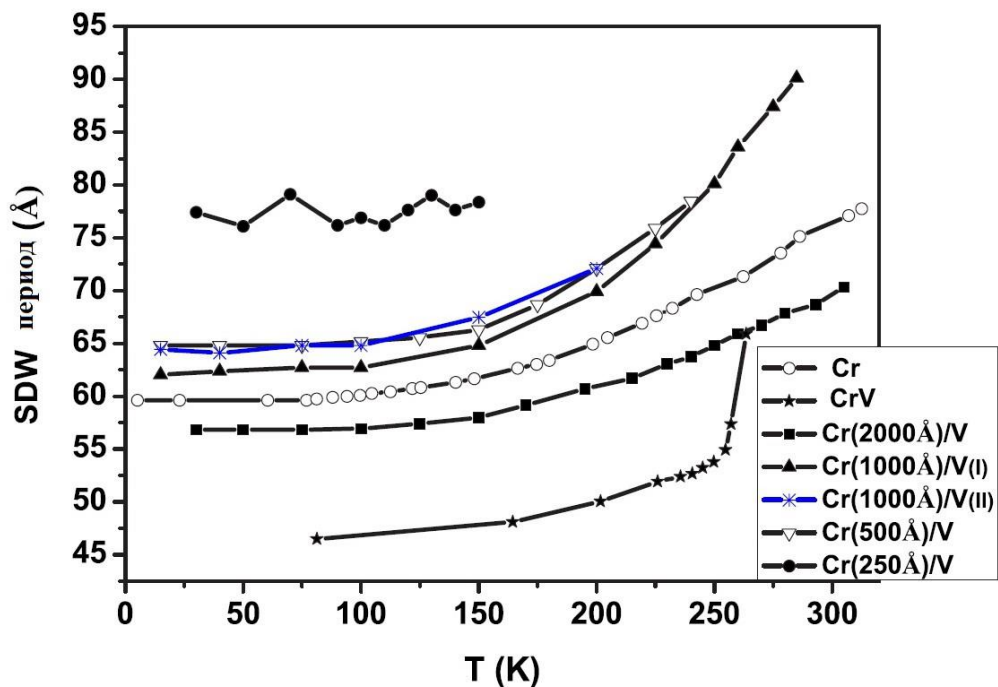


Рисунок 3.26. Температурная зависимость периода несоизмеримой волны спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V в сравнении с данными для объемного Cr [100] и сплава $Cr_{0.995}V_{0.005}$ [101].

Температурная зависимость периода ВСП в образце Cr(50 нм)/V, очевидно, обусловлена изменением числа полупериодов волны с температурой.

Другая важная особенность системы Cr/V - это сильное влияние электронных граничных условий на поляризацию и направление

распространения волны спиновой плотности. Как соизмеримая, так и несоизмеримая фазы волны спиновой плотности находятся в однодоменном состоянии, когда модуляция магнитных моментов наблюдается вдоль нормали к поверхности. Если слои Cr достаточно тонкие, то спин-ориентационный переход подавляется и стабилизируется продольная волна спиновой плотности. Только в образце Cr(200 нм)/V с самым толстым слоем Cr наблюдается спиориентационный переход к поперечной волне спиновой плотности.

Наши результаты дают прямое экспериментальное подтверждение полного подавления магнетизма в сверхрешетках Cr/V для толщин слоев Cr менее 9 нм. Это был ожидаемый результат, так как образование магнитомертвых слоев Cr вблизи Cr/V интерфейсов уже предсказывалось теоретически [95] и было экспериментально обнаружено с помощью мессбауэровской спектроскопии [96]. В работе [96] сообщалось о таком подавлении в сверхрешетках Cr(8 нм)/V(1 нм) на расстояниях примерно в 1-2 нм от межслойных границ, а на расстояниях более 2 нм магнитные моменты Cr снова возрастали до объемных значений.

Наши результаты, однако, ясно указывают на то, что сверхрешетки Cr(9 нм)/V(1.4 нм) являются немагнитными. Основываясь на наших данных, мы можем дать следующую оценку толщины магнитомертвой области. Мы не обнаружили никакой волны спиновой плотности в сверхрешетке Cr(9 нм)/V(1.4 нм), а в образце Cr(12.5 нм)/V(1.4 нм) наблюдается только соизмеримая волна спиновой плотности. Это означает, что толщина магнитомертвого слоя составляет от 4.5 нм до 6.2 нм. С другой стороны, в образце Cr(25 нм)/V(1.4 нм) при низких температурах распространяется несоизмеримая волна спиновой плотности с периодом 7.7 нм, которая сосуществует с соизмеримой ВСП. Учитывая, что несоизмеримая ВСП может содержать только целое число

полупериодов, в данном образце может быть только два периода ВСП суммарной толщиной 15.4 нм. Таким образом, толщина магнитомертвого слоя составляет примерно 5 нм.

Наконец, обсудим вопрос о сосуществовании соизмеримой и несоизмеримой фаз ВСП в Cr/V. Соизмеримые ВСП довольно часто наблюдались в тонких пленках Cr [85]. Предполагалось, что их возникновение обусловлено влиянием структурных несовершенств и эпитаксиальных напряжений, по аналогии с результатами для объемного Cr [82]. Мы обнаружили, что в достаточно тонких слоях Cr в сверхрешетках Cr/V магнитное упорядочение может существовать только в форме соизмеримой ВСП.

Аналогичное поведение известно также для сверхрешеток Cr/Fe [89, 90], где при толщинах слоев Cr менее некоторого критического значения около 5 нм наблюдается только соизмеримая ВСП. Было теоретически показано [102], что несоизмеримая ВСП не может формироваться, если структурная длина корреляции (толщина слоя Cr в нашем случае) меньше, чем один период ВСП. Такое же объяснение можно прямо применить к образцу Cr(12.5 нм)/V, если принять во внимание наличие магнитомертвых слоев толщиной 5 нм с обеих сторон слоя Cr.

3.6. Управление спин-волновым состоянием сверхрешеток Cr/V путем насыщения их водородом

Выше было показано, что эффекты близости в сверхрешетках Cr/V существенно влияют на распространение волн спиновой плотности в этих

системах. В частности, эти эффекты приводят к образованию магнитомертвого слоя в слоях Cr вблизи межслойных границ Cr/V и влияют на глобальные свойства волны спиновой плотности (направление распространения, поляризация, температура Нейля, период). В настоящем разделе будет показано, что есть возможность управлять спин-волновым состоянием Cr/V путем наводораживания.

Известно, что водород не проникает в слои Cr при комнатной температуре, так как Cr не образует гидридов при малых и средних давлениях. Однако, ванадий - это специфический материал, который легко абсорбирует водород из окружающей атмосферы обратимым образом. Становится возможным воздействовать на спин-волновое состояние в Cr непрямым образом, путем насыщения водородом соседних слоев V, что будет изменять свойства Cr-V гибридизации на интерфейсах.

Эксперименты по наводораживанию проводились на образце $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$, который уже был нами подробно исследован в предыдущем разделе. В этом образце при низких температурах вдоль нормали к поверхности распространяется продольная волна спиновой плотности. При температурах 220-240 К она постепенно переходит в соизмеримую фазу, которая остается стабильной до температур, значительно выше комнатной.

Насыщение водородом слоев ванадия должно сказываться на свойствах ВСП главным образом при температурах, близких к температуре Нейля для несоизмеримой фазы (240 К), оно должно способствовать переходу от несоизмеримой к соизмеримой фазе. Нами были проведены синхротронные и нейтронные измерения влияния давления водорода на волны упругих напряжений и волны спиновой плотности в сверхрешетке Cr/V. Насыщение водородом проводилось при комнатной температуре, после чего образец охлаждался до нужной

температуры. Для измерений при другом давлении водорода образец сначала отогревался до комнатной температуры, после чего производилось насыщение водородом при заданном давлении, после чего образец охлаждался до заданной температуры.

На рисунке 3.27 представлены результаты синхротронных измерений в L направлении через положение сателлита ВУН вблизи фундаментального брегговского пика (002)Cr при температуре $T = 200$ К для различных давлений водорода от 0 до 900 миллибар.

По положению сателлита можно определить период волны, а его интенсивность может служить параметром порядка, характеризующим переход от несоизмеримой к соизмеримой фазе волны спиновой плотности. Как следует из приведенного графика, насыщение водородом уменьшает интенсивность сателлита и сдвигает его положение в сторону фундаментального брегговского пика (002)Cr, что предполагает уменьшение объема, занятого несоизмеримой фазой и увеличение периода несоизмеримой ВСП. На графике также ясно виден эффект насыщения: увеличение давления водорода свыше 300 мбар не оказывает влияния на спин-волновое состояние. Аналогичное поведение было выявлено нами во всем температурном диапазоне от $T = 30$ К до температуры Нееля для несоизмеримой фазы.

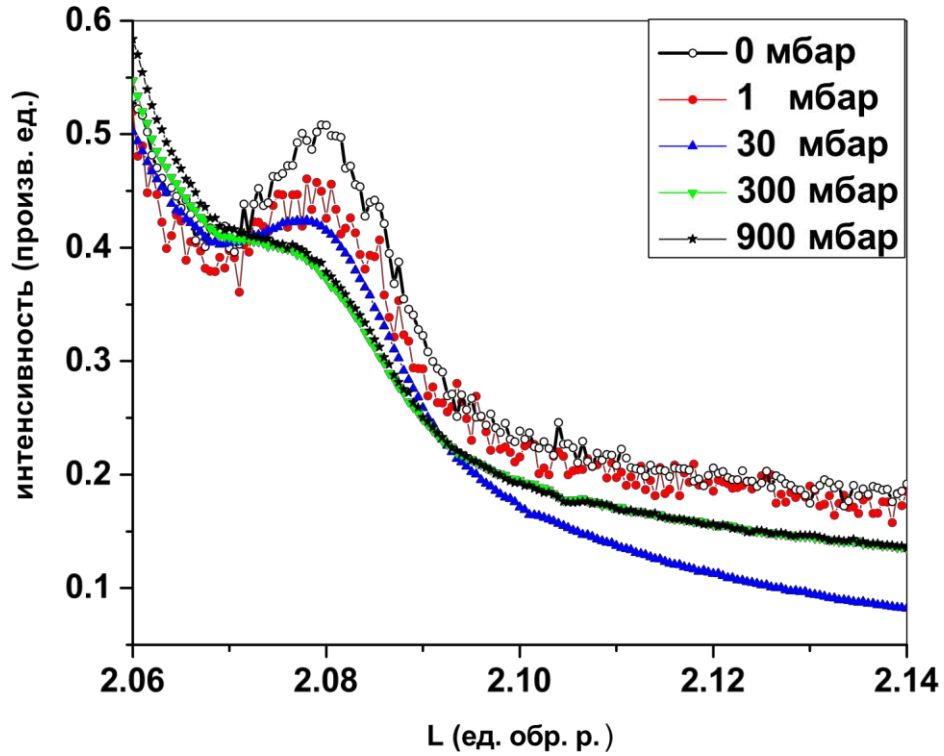


Рисунок 3.27. Синхротронные измерения, выполненные в L направлении вблизи пика (002)Cr для сверхрешетки [V (1.4 нм)/Cr(50 нм)/V (1.4 нм)]₄/MgO при температуре T = 200 К для различных значений давления водорода.

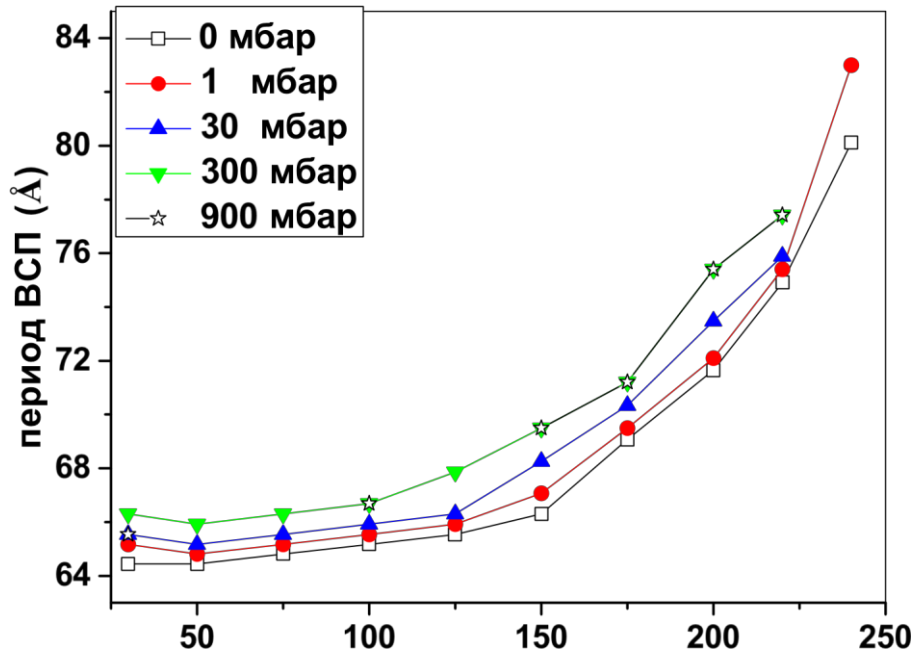


Рисунок 3.28. Влияние давления водорода на температурную зависимость периода волны спиновой плотности в сверхрешетке $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$.

На рисунках 3.28 и 3.29 суммирована информация о влиянии насыщения водородом на период волны спиновой плотности и интенсивность сателлита волны упругих напряжений, полученная с помощью синхротронных измерений. Из приведенных графиков следует, что эффекты насыщения водородом приводят к уменьшению температуры Нееля для несоизмеримой фазы от $T = 240 \text{ K}$ в свободном от водорода состоянии до $T = 220 \text{ K}$ в насыщенном водородом состоянии.

Природа индуцированного насыщения водородом фазового перехода была выявлена нами с помощью нейтронных измерений. В случае распространяющейся вдоль нормали к поверхности продольной волны спиновой плотности должны наблюдаться сателлитные пики в L направлении около положения $(100)Cr$. Если же происходит переход в

соизмеримую фазу, то вместо сателлитов появится основной пик в положении $(100)\text{Cr}$. На рисунке 3.30 представлены результаты нейтронных измерений, выполненных при температуре $T = 220 \text{ K}$ вблизи положения $(100)\text{Cr}$ в L направлении. Как следует из приведенного графика, в свободном от водорода состоянии доминирует несоизмеримая фаза и наблюдается лишь незначительный вклад от соизмеримой фазы. По мере насыщения водородом соотношение между двумя фазами меняется и, в конце концов, при достаточно высоком давлении водорода несоизмеримая фаза полностью подавляется. Этот эффект управляемого водородом перехода между несоизмеримой и соизмеримой фазами полностью воспроизводим, после отогревания образца и повторения процесса насыщения водородом наблюдаемые эффекты полностью воспроизводятся.

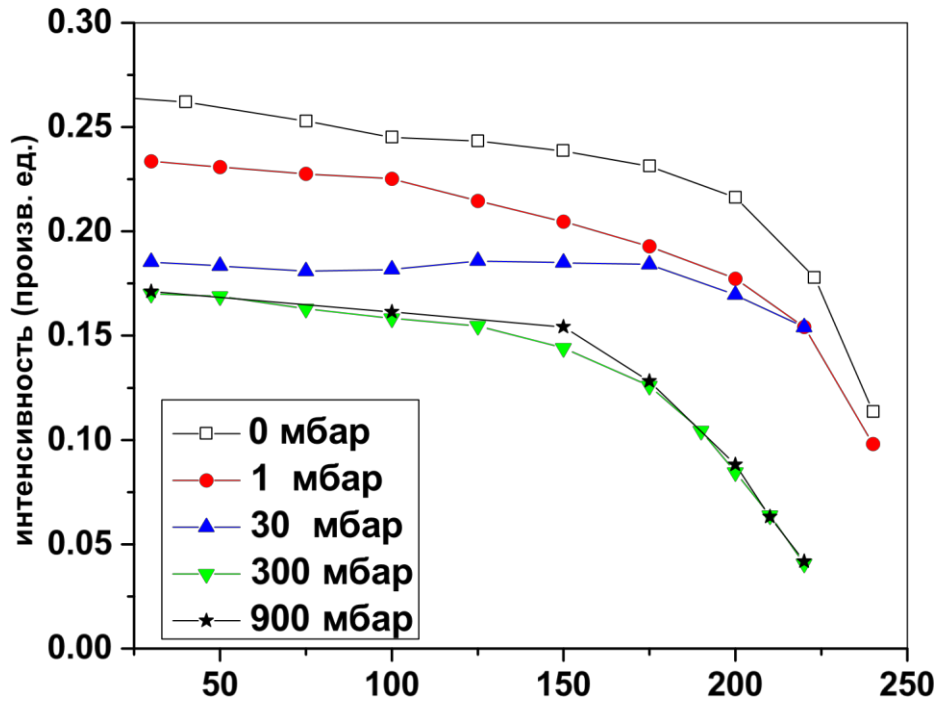


Рисунок 3.29. Влияние давления водорода на температурную зависимость интенсивности сателлита ВУН в сверхрешетке $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$.

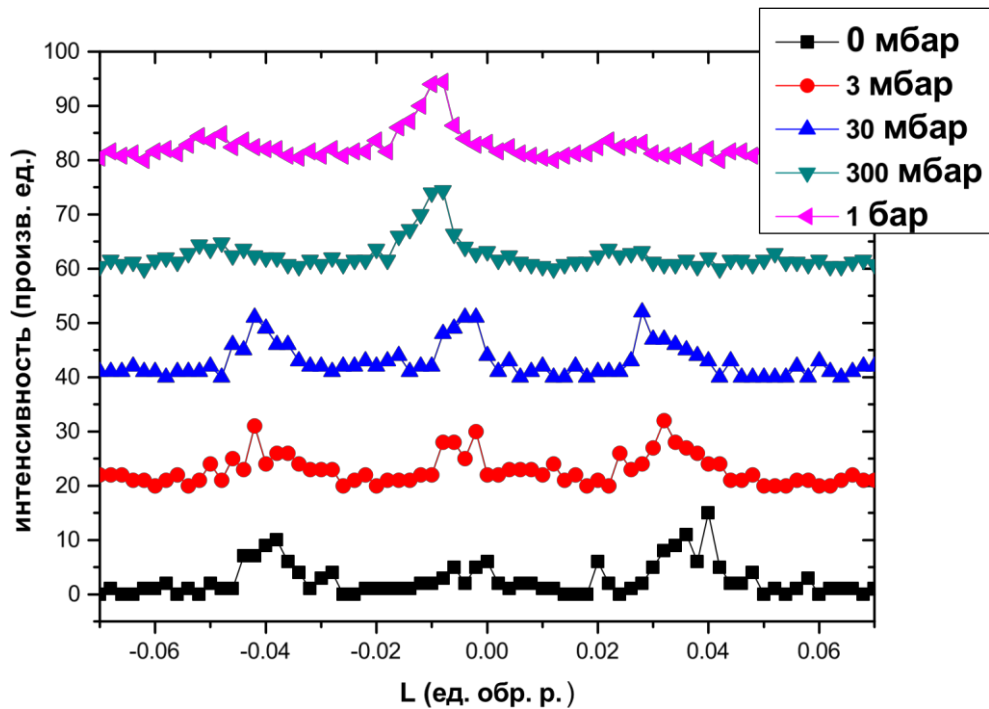


Рисунок 3.30. Нейтронные измерения, выполненные в L направлении вблизи пика $(100)Cr$ для сверхрешетки $[V(1.4 \text{ нм})/Cr(50 \text{ нм})/V(1.4 \text{ нм})]_4/MgO$ при температуре $T = 220 \text{ К}$ для различных значений давления водорода.

Суммируя приведенные выше экспериментальные результаты, отметим следующие особенности индуцированных водородом фазовых переходов в сверхрешетках Cr/V . Насыщение водородом соседних слоев ванадия глобальным образом изменяет поведение волн спиновой плотности в относительно толстых слоях Cr . В частности, 1) подавляется несоизмеримая фаза волны спиновой плотности и усиливается соизмеримая; 2) увеличивается период несоизмеримой волны спиновой плотности; 3) уменьшается температура Нееля для несоизмеримой фазы; 4) наблюдается эффект насыщения при давлениях водорода около 100-300 мбар.

В то время как при низких температурах вдали от температуры Нееля насыщение водородом лишь несколько подавляет несоизмеримую фазу волны спиновой плотности, при повышенных температурах начинают сосуществовать соизмеримая и несоизмеримая фазы. Если же температура достаточно близка к температуре Нееля для несоизмеримой фазы, то становится возможным осуществить плавный и обратимый переход между несоизмеримой и соизмеримой фазами путем насыщения водородом.

Эффекты, наблюдаемые при насыщении водородом, скорее всего, имеют электронную природу и не связаны со структурными изменениями. Эпитаксиальные напряжения и интерфейсные эффекты, которые часто рассматриваются как основные в тонких пленках Cr [85], играют незначительную роль в наблюдаемых явлениях. Поглощение водорода производит некоторые дополнительные напряжения в слоях ванадия, но это не влияет существенно на слои хрома. В сверхрешетках на основе V, таких как Fe/V, Mo/V, Cr/V, водород концентрируется в середине слоя ванадия и не вызывает никаких структурных изменений в соседних слоях. Обычно образуется свободный от водорода слой толщиной в 2-3 атомных монослоя вблизи межслойных границ [103].

В наших синхротронных измерениях мы измеряли интенсивность и полуширину фундаментального брегговского пика Cr(002) и не обнаружили никаких изменений при наводороживании, что исключает появление дополнительных напряжений в Cr, вызванных наводороживанием. Хотя мы имеем хорошую слоистую структуру в свободном от водорода состоянии, некоторое ухудшение структуры интерфейсов Cr/V при гидрогенизации может возникать. Однако, интерфейсные эффекты несущественны ввиду наличия магнитомертвого слоя толщиной около 5 нм вблизи межслойных границ. Наиболее

вероятно, наблюдаемые эффекты есть следствие изменений в электронной структуре ванадия при гидрировании. Поглощение водорода увеличивает электронную концентрацию в слоях ванадия и сдвигает уровень Ферми из-за $H 1s - V 3d$ гибридизации [104]. Эти изменения в поверхности Ферми могут также влиять на $Cr-V$ гибридизацию на интерфейсах.

Фактически, все обнаруженные нами эффекты очень похожи на те, что наблюдаются в объемных кристаллах Cr при допировании их элементами, увеличивающими электронную концентрацию, например, Mn [83]. В отличие от химического допирования, гидрирование проявляет эффект насыщения, в нашем случае при давлении 100-300 мбар, выше которого никаких дальнейших изменений в магнитном состоянии Cr не наблюдается. Этот эффект насыщения связан с пределом растворимости водорода, наблюдаемого в тонких пленках ванадия [105] и некоторых сверхрешетках на его основе, включая сверхрешетки Cr/V [106]. Хотя водород локализуется лишь во внутренней части слоев ванадия, эффект гидрирования не ограничивается изменениями в электронной структуре слоев ванадия и $Cr-V$ интерфейсных областей, а производит глобальное изменение в целом слое Cr толщиной 50 нм. Таким образом, спиновое состояние в слое Cr может быть модифицировано контролируемым образом путем насыщения водородом соседних слоев V .

3.7. Заключение и выводы по главе 3

Комплементарным применением рассеяния нейтронов и синхротронного излучения мы систематически исследовали влияние эффектов близости слоев ванадия, эпитаксиальных напряжений и размерных эффектов на волны спиновой плотности в эпитаксиальных тонких пленках и сверхрешетках Cr/V , выращенных на

монокристаллических подложках MgO(001). Установлено, что эпитакциальные напряжения, вызываемые подложкой, ответственны за направление распространения волны спиновой плотности, подавляют несоизмеримую фазу волны спиновой плотности и усиливают соизмеримую. Близость слоев ванадия определяет поляризацию волны спиновой плотности в тонкопленочных системах Cr/V, а также направление ее распространения в V/Cr/V. Изменение направления распространения волны спиновой плотности сопровождается значительным уменьшением температуры Нееля в V/Cr/V.

Систематически исследовано влияние размерных эффектов на формирование волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V. Показано, что магнитные свойства этих сверхрешеток определяются конкуренцией трех механизмов: спонтанным формированием волны спиновой плотности из-за нестинга поверхности Ферми, размерными эффектами и эффектами близости слоев ванадия. Магнетизм в сверхрешетках с толщинами слоев Cr менее 10 нм полностью подавлен.

По мере увеличения толщин слоев Cr магнитное состояние в сверхрешетках Cr/V изменяется от парамагнитного состояния к соизмеримой фазе волны спиновой плотности и, наконец, к несоизмеримой волне спиновой плотности в достаточно толстых слоях Cr. Эффекты близости слоев ванадия стабилизируют магнитное состояние с продольной несоизмеримой волной спиновой плотности, распространяющейся вдоль нормали к поверхности образца. Температура Нееля несоизмеримой волны спиновой плотности возрастает с увеличением толщины слоев Cr и достигает значений, характерных для объемного Cr, при толщинах 200 нм. Соизмеримая волна спиновой плотности существует в широком интервале толщин слоев Cr и полностью исчезает в образцах с очень толстыми слоями Cr толщиной 200 нм.

Установлено, что магнитное состояние в сравнительно толстых слоях хрома может быть контролируемым образом модифицировано путем насыщения водородом соседних слоев ванадия при относительно малых давлениях. Изменяя концентрацию водорода и, следовательно, электронную структуру слоев ванадия, можно влиять на глобальные свойства волн спиновой плотности в сверхрешетках Cr/V, включая период и температуру Нееля. Мы показали экспериментально, что, насыщая водородом слои ванадия, можно обратимым образом переводить несоизмеримую фазу волны спиновой плотности в соизмеримую. Основные результаты по данной главе были опубликованы в работах [17,20–24].

Глава 4. Определение локальной атомной структуры тонких магнитных пленок марганцевых ферритов

В данной главе развита техника DAFS спектроскопии, предназначенная для определения локальной атомной структуры для неэквивалентных кристаллографических позиций в сложных тонкоплёночных наноструктурах. Излагается последовательность экспериментальных процедур и принципы обработки экспериментальных результатов с использованием компьютерных программ, разработанных автором. Разработанная техника применена для определения локальной структуры атомов Mn, расположенных в кристаллографически неэквивалентных позициях в тонких плёнках Fe_2MnO_4 , выращенных в неравновесных условиях и проявляющих необычные свойства. Показано, что локальная структура атомов Mn существенно отличается от известных результатов для объёмных материалов, включая разницу в межатомных расстояниях и координационных числах.

4.1. Атомная структура ферритов Fe_2MnO_4

Ферриты-шпинели – класс технологически важных магнитных материалов, находящих широкое применение в различных областях электроники, в особенности, в системах магнитной записи и высокочастотных устройствах. Марганцевые ферриты (MnFe_2O_4) – один из наиболее популярных видов ферритов, который активно изучается много десятилетий и широко используется в электронике [107–109]. Установлено, что магнитные свойства марганцевых ферритов тесно связаны с особенностями их атомной кристаллографической структуры.

Марганцевые ферриты $MnFe_2O_4$ имеют кристаллографическую структуру минерала шпинель $MgAl_2O_4$ (пространственная группа $Fd3m$, группа No. 227 в международных кристаллографических таблицах [110]). Элементарная ячейка шпинели, образованная восемью молекулами, представляет собой ОЦК-ячейку, состоящую из 32 анионов O^{2-} , между которыми имеются 96 узлов элементарной ячейки: 64 тетраэдрических (А-тип) и 32 октаэдрических (В-тип); 24 таких узла заняты катионами металлов (См. Рисунок 4.1).

Структура $MnFe_2O_4$ представляет собой смешанную шпинельную структуру, где ионы Mn и Fe распределены между восемью тетраэдрическими (А) и шестнадцатью октаэдрическими (В) позициями в кристаллической ячейке. Как правило, атомы Mn предпочтительно занимают позиции А-типа, но есть небольшое количество атомов Mn на позициях В-типа. Типичный объёмный образец $MnFe_2O_4$, выращенный с использованием обычных равновесных методик роста [109], содержит около 20% ионов Mn на октаэдрических позициях и около 80% на тетраэдрических позициях.

Современные техники роста позволяют значительно варьировать локальную структуру и заселенность отдельных узлов в ферритах за счет использования неравновесных условий роста. Например, было показано, что можно манипулировать заселенностью узлов в марганцевых ферритах используя недавно разработанный метод послойного роста [111,112]. Данная техника позволяет модифицировать магнитные свойства марганцевых ферритов изменяя условия роста. При этом, магнитные свойства получаемых таким образом пленок искусственных марганцевых ферритов существенно отличаются от свойств объемных материалов, даже в том случае, если заселенности узлов близки к объемным.

Тесная связь между структурными и магнитными свойствами ферритов общепризнана и долгие годы значительные усилия прикладываются для развития методов структурных исследований ферритов. Следует подчеркнуть, что структурный анализ, как правило, ограничивался рассмотрением распределения катионов между кристаллографически неэквивалентными узлами кристаллической решетки, а рассмотрение локального атомного окружения вблизи этих узлов не проводилось.

Последние достижения в технологиях роста ферритов делают прецизионное определение локальной атомной структуры существенным и необходимым звеном исследования ферритов. Для того, чтобы понять и быть способным целенаправленно модифицировать свойства таких искусственных ферритов, необходимо иметь детальную информацию о локальной структуре вблизи кристаллографически неэквивалентных узлов решетки в системе. Помимо заселенности отдельных узлов, необходимо также определить валентности катионов, координационные числа, межатомные расстояния. В настоящей главе описывается применение метода DAFS спектроскопии для структурного исследования пленок искусственных ферритов и показывается, что DAFS спектроскопия способна определить локальное атомное окружение атомов Mn в B (16c) узлах.

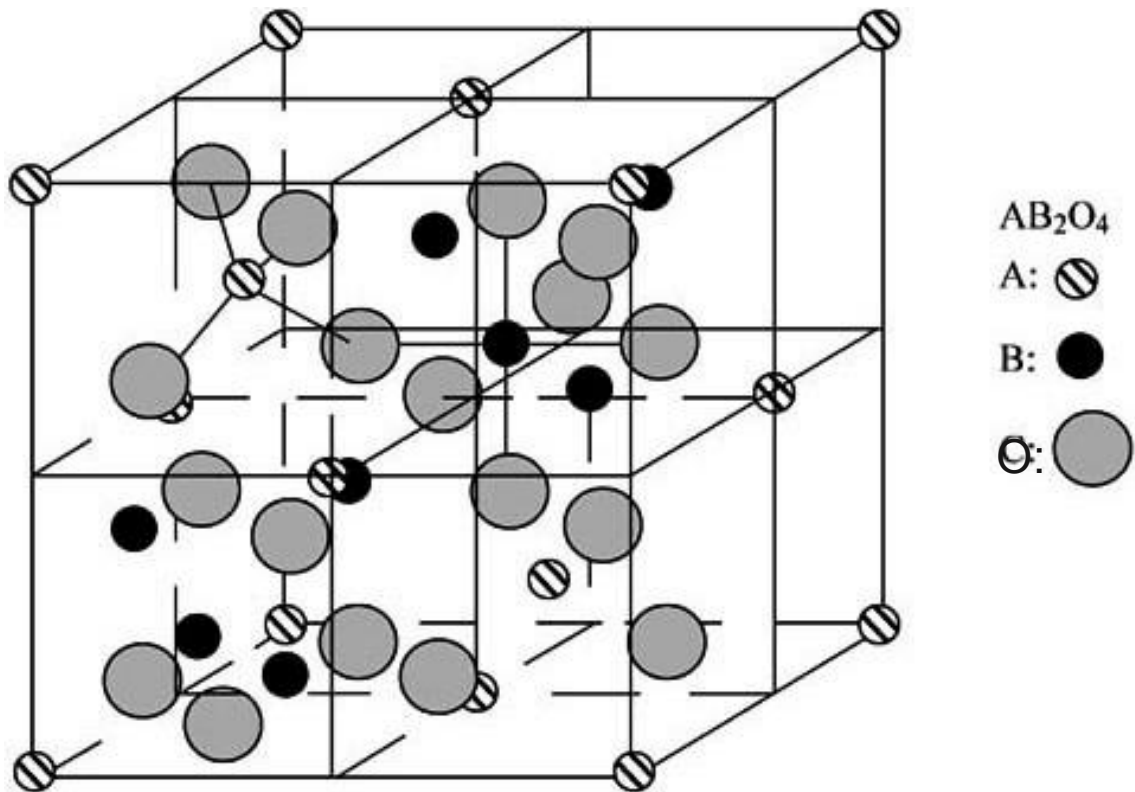


Рисунок 4.1. Кристаллическая структура шпинелей $MnFe_2O_4$.

4.2. Техника DAFS

4.2.1. Экспериментальные процедуры DAFS

EXAFS спектроскопия широко признана в качестве мощного средства для определения локальной атомной структуры материалов [113,114]. Эта техника апробирована для исследования материалов, содержащих поглощающие атомы в единичном узле кристаллической решётки. Однако, в случае ферритов-шпинелей, где поглощающие атомы занимают два кристаллографически неэквивалентных узла

кристаллической решётки, возможности EXAFS независимого определения локальной структуры вблизи этих двух узлов решётки существенно снижены ввиду необходимости разделения перекрывающихся сигналов.

В частном случае марганцевых ферритов, пространственное разрешение EXAFS ограничено разностью между K -краями поглощения для Mn (6539 эВ) и Fe (7112 эВ), которая и определяет максимально возможный волновой вектор фотоэлектронов, до которого можно набрать экспериментальный спектр в Mn EXAFS $k_{max} \sim 1.0$ нм. Тогда, пространственное разрешение, доступное для EXAFS измерений можно оценить как $\pi/2k_{max} \approx 0.015$ нм. Ниже мы покажем, что этого разрешения недостаточно для разделения вкладов от двух различных кристаллографических позиций в ферритах.

DAFS спектроскопия [115,116] является идеальной техникой для определения локальной атомной структуры Mn в кристаллографически неэквивалентных узлах в марганцевых ферритах. Эта техника предполагает измерение энергетической зависимости дифракционной интенсивности в различных фундаментальных брегговских пиках. Выбирая подходящий набор Брегговских рефлексов, можно полностью разделить вклады от кристаллографически неэквивалентных узлов, получая таким образом EXAFS информацию для каждого узла отдельно. Проблема перекрывающихся сигналов полностью исчезает и локальная структура для каждого узла может быть полностью определена.

Несмотря на потенциальные преимущества DAFS, эта техника не использовалась для изучения кристаллографически неэквивалентных позиций в материалах на основе марганцевых ферритах. Её применение к более широкому классу ферритов-шпинелей ограничивается несколькими попытками получить информацию о зарядовом упорядочении при

измерении интенсивности запрещённых Брегговских сигналов, не анализируя при этом тонкую структуру (См. обзор [117] и приведённые там ссылки). Исключением является работа [118], в которой описано применение DAFS-техники для определения локальной атомной структуры Fe в магнетите. К сожалению, это исследование было ограничено рассмотрением только октаэдрически координированных (В-позиций).

Следует отметить, что общие принципы анализа результатов DAFS достаточно хорошо разработаны в литературе [76,116,119–122], однако, практические аспекты анализа данных DAFS всё ещё широко дискутируются. Одним из наиболее достоверных методов извлечения структурной информации является прямое фитирование экспериментальных спектров DAFS [123]. Этот подход был успешно применён к исследованию ряда систем, однако, как обсуждается нами ниже, в частном случае марганцевых ферритов, прямое фитирование чрезвычайно затруднено.

Более общей стратегией анализа данных DAFS является преобразование измеренных спектров DAFS в наборы данных EXAFS для изолированных кристаллографически неэквивалентных позиций. После того, как такой переход произведён, дальнейший анализ может быть проведён основываясь на апробированных методах EXAFS с использованием теоретических стандартов.

Самый первый шаг в анализе данных, однако, вызывает широкие дебаты [124]. Несмотря на то, что для такой процедуры предложено несколько возможных подходов, утверждается [124], что некоторые из этих методов могут вносить неконтролируемые систематические ошибки в полученные данные и на настоящий момент нет единого мнения относительно критериев достоверности такой трансформационной

процедуры. Для такой проверки были проведены несколько самосогласованных дополнительных тестовых проверок. Во-первых, сравнение тонкой структуры, ассоциируемой с позициями А-типа, полученной из анализа двух независимых наборов Брегговских рефлексов. Во-вторых, EXAFS-спектр, измеренный независимо в флуоресцентной геометрии, сравнивается со спектром, рассчитанным с использованием результатов DAFS для изолированных позиций и усреднённым по узлам спектром.

4.2.2. Обработка данных DAFS

Основные принципы анализа DAFS спектров хорошо известны. Здесь излагаются только общие детали, существенные для рассмотрения, более детальное изложение проблемы приведено в [76,116,120–122]. Сначала рассмотрим зависящий от энергии кристаллографический структурный фактор, который для данного волнового вектора Q и энергии E может быть записан как сумма нерезонансного и резонансного вкладов:

$$F(Q,E) = F_0 \exp(i\varphi) + \sum N_j \exp(iQR_j) f_j(E). \quad (4.1)$$

Первый член в приведённой формуле представляет собой вклад в структурный фактор от нерезонансных атомов (Fe и O), а также томсоновское рассеяние от резонансных (Mn) атомов. Конкретный вид этих вкладов несущественен для рассмотрения, в используемой записи выделялась лишь амплитуда (F_0) и фазу (φ) нерезонансного вклада. Существенно, что этот нерезонансный вклад есть комплексное число и он

линейно зависит от энергии E . Последнее утверждение неверно при приближении к К-краю поглощения Fe (7112 эВ), таким образом, наш анализ ограничивается интервалом энергии значительно ниже К-края поглощения Fe.

Второй член в формуле описывает резонансные вклады от атомов Mn; здесь N_j – заселённости атомных позиций Mn, \mathbf{R} - их радиус-векторы и $f_j(E) = f_j'(E) + f_j''(E)$ - комплексные резонансные амплитуды рассеяния, которые различны для различных кристаллографически неэквивалентных узлов решётки Mn. Выбирая различные Брегговские рефлексы, можно получить сумму вкладов от А и В кристаллографических позиций с различными весовыми множителями.

Для нашего экспериментального исследования мы выбрали (422), (222) и (111) Брегговские рефлексы в ОЦК решётке. Измеряя первые два рефлекса, можно изолировать локальное окружение Mn вблизи А и В позиций соответственно, а измерение третьего рефлекса полезно для проведения проверки самосогласованности процедуры обработки и для определения заселённостей кристаллографических позиций для катионов Mn.

Кристаллографические структурные факторы для этих трёх рефлексов пропорциональны вкладам от А и В позиций:

$$F_{422} \sim -8N_A f_A(E), \quad (4.2)$$

$$F_{222} \sim 16N_B f_B(E), \quad (4.3)$$

$$F_{111} \sim 8N_B f_B(E) - 4\sqrt{2}N_A f_A(E) \quad (4.4)$$

Тогда теоретическое выражение для интенсивности сигнала DAFS можно записать в виде:

$$I(E) \sim (F_0 \cos(\varphi) + f_{hkl}'(E))^2 + (F_0 \sin(\varphi) + f_{hkl}''(E))^2, \quad (4.5)$$

где $f_{hkl}'(E)$ и $f_{hkl}''(E)$ суть вещественная и мнимая части резонансных вкладов в кристаллографический структурный фактор для различных Брегговских рефлексов.

Для сравнения экспериментальных и расчётных результатов для DAFS интенсивности, необходимо ввести экспериментальные поправочные факторы. В окончательном виде полная расчётная интенсивность рассеяния $I_T(E)$ может быть записана в следующем виде:

$$I_T(E) = I_{bgd}(E) + CA(Q,E)L(Q,E)P(Q,E)I(E), \quad (4.6)$$

где C — константа; P , L и A — соответственно поляризационный и лоренцевский поправочные коэффициенты, а также поправка на поглощение. Фоновый вклад в интенсивность $I_{bgd}(E)$ от энергии обычно аппроксимируется гладкой полиномиальной функцией 2-го или 3-го порядка. В случае малых толщин слоёв t , поправка на поглощение рассчитывается следующим образом [125]:

$$A(Q, E) = (1 - \exp(-\frac{2\mu(E)t}{\sin(\theta) \sin(\chi)})) / \frac{2\mu(E)}{\sin(\theta) \sin(\chi)}, \quad (4.7)$$

где $\mu(E)$ — зависящий от энергии коэффициент поглощения, θ — угол падения рентгеновского пучка и χ — угол отклонения гониометра образца. При обработке данных использовался экспериментально измеренный

коэффициент отражения, скорректированный с учётом фона и отнормированный, опираясь на табличные данные для поглощения.

Поляризационный поправочный коэффициент описывается формулой

$$P(Q,E) = (1 + \sin^2(2\theta))/2, \quad (4.8)$$

Лоренцевский фактор даётся формулой

$$L(Q,E) = 1/(E^3 \sin(2\theta)). \quad (4.9)$$

Прежде чем переходить к обработке экспериментальных данных, производилась прямую проверка выполнения данного условия для каждой конкретной системы и для выбранного набора Брегговских рефлексов. В результате было установлено, что для некоторых энергий уравнение 4.5 не выполняется и квадратичными членами пренебрегать нельзя. Таким образом, метод прямого фитирования не мог быть применён к анализу результатов некоторых систем, поэтому использовался более общий подход.

Как обсуждалось выше, в этом случае для проведения количественного анализа данные DAFS необходимо преобразовывать к EXAFS-подобным спектрам, а именно, определить мнимую часть резонансной амплитуды рассеяния $f''(E)$ из квадратичных выражений для $f(E)$ и $f'(E)$ в (4.5). Затем, методом итераций Крамерса-Кронига, который был впервые предложен в работе [119], найти оптимальную зависимость интенсивности расчётного спектра от энергии. Процедура основана на использовании того условия, что вещественная и мнимая части резонансной амплитуды рассеяния связаны соотношениями Крамерса-Кронига:

$$f'(E) = \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{f''(\epsilon)\epsilon}{E^2 - \epsilon^2} d\epsilon, \quad (4.10)$$

$$f''(E) = -\frac{2E}{\pi} \int_0^{\infty} \frac{f'(\epsilon)}{E^2 - \epsilon^2} d\epsilon. \quad (4.11)$$

Итерационная процедура проводилась следующим образом.

1) Сначала строилась стартовая пробная функция $I(E)$, на основе теоретических структурных факторах, рассчитанных с использованием табличных значения $f(E)$ и $f'(E)$ [126].

2) Далее, находились зависящие от энергии параметры в уравнениях (4.5-4.6) путём минимизации квадрата разности между экспериментальным спектром и пробной функцией.

3) Используя полученные параметры, находился $f''(E)$ из уравнения для DAFS-интенсивности и, затем, рассчитывались новые значения $f'(E)$ согласно преобразованию Крамерса-Кронига.

4) Используя найденные значения параметров и энергетических зависимостей $f(E)$ и $f'(E)$, пересчитывалась пробная функция $I(E)$.

5) Описанная процедура повторялась итерративным образом до тех пор, пока квадрат разности между старыми и новыми значениями резонансной амплитуды рассеяния $f(E)$ не становился меньше некоторого наперёд заданного значения.

В результате применения описанной итерративной процедуры, мы получили связанные соотношениями Крамерса-Кронига функции $f(E)$ и $f'(E)$, а также набор независящих от энергии параметров уравнения, позволяющих описать экспериментальные спектры. Для проверки единственности и самосогласованности найденных результатов, мы провели ряд дополнительных тестов, описанных ниже.

4.3. Локальная атомная структура тонких пленок Fe_2MnO_4

4.3.1. Экспериментальные детали

Тонкие плёнки MnFe_2O_4 были выращены в группе проф. Харриса (Северозападный университет, Бостон, США) методом чередующейся лазерной абляции на монокристаллических подложках (111) MgO из двух бинарных оксидных мишеней (а именно, MnO and Fe_2O_3), который позволяет контролировать локальную структуру и стехиометрию плёнок [127]. Толщина каждого оксидного слоя контролировалась путём задания энергии лазера и числа лазерных импульсов, падающих на мишени (KrF лазер на длине волны 248 нм; энергия 400 мДж на импульс). Соотношение длительности лазерных импульсов для MnO к Fe_2O_3 выдерживалось 4:10. Предварительные калибровочные измерения показали, что один лазерный импульс при данной энергии соответствует толщине осаждаемого слоя 0.04 ± 0.01 нм. Полная толщина выращенной плёнки была примерно 0.7 мкм. Давление кислорода в ростовой камере выдерживалось 1 мм.рт.ст. (около 0.13 Па), осаждение велось на монокристаллические подложки (111) MgO . Температура подложки в процессе роста выдерживалась 700°C .

Предварительные EXAFS измерения, проведённые сотрудниками этой же группы [112] позволили оценить заселённость Mn позиций В-типа $N_B = 18 \pm 4$ %, что достаточно близко к известному результату для объёмных кристаллов $N_B = 20$ % [109]. Детали получения образцов и их характеристики изложены в публикациях группы проф. Харриса [111,112].

DAFS измерения были выполнены на андуляторной станции 4-ID-D синхротрона Advanced Photon Source (APS) в Аргоннской Национальной Лаборатории США. Измерения проводились путём изменения энергии

рентгеновского пучка с помощью двухкристального монохроматора Si(111), в то время как обеспечивались условия Брегговской диффракции от образца (фиксированный вектор рассеяния Q). Для фокусировки ондуляторного пучка (200x150 мкм) и подавления сигналов от высших гармоник использовались тороидальное и плоское зеркала. Данные DAFS регистрировались при измерении интенсивности дифракционных пиков с помощью быстрого фотодиодного детектора (APD) с временным разрешением 5 нсек. При заполнении APS пучка 324 банчевой моде (11 нсек. временные интервалы) и при типичном сигнале на детекторе от дифрагированного пучка около 2×10^6 cts/sec, наблюдалось пренебрежимо малое мёртвое время детектора.

Сканы по энергии через (111), (222) и (422) Брегговские рефлексы измерялись при комнатной температуре в интервале энергий 6300 - 6900 eV, который включает К-край поглощения Mn при 6539 эВ. Два первых измерения проводились в стандартной θ - 2θ геометрии, в то время как последнее измерение было проведено в асимметричной геометрии с углом отклонения гониометра образца $\chi = 60$ градусов. Измерения проводились для правой и левой циркулярных поляризаций, результирующий сигнал усреднён по двум противоположным поляризациям. Калибровка энергии проводилась путём измерения сигнала поглощения в эталонной фольге Mn. Для проведения правильных коррекций DAFS сигнала и для проверки достоверности анализа данных, были измерены также спектры EXAFS в флуоресцентной моде. Упругие паразитные сигналы были исключены с помощью Cr фильтров, установленных перед детектором.

На Рисунке 4.2 приведён спектр EXAFS от искусственной плёнки $MnFe_2O_4$, измеренный вблизи К-края поглощения Mn, нормализованный на табулированные значения для того, чтобы обеспечить правильное соотношение резонансных и нерезонансных вкладов. На Рисунках 4.3- 4.5

приведены спектры DAFS, измеренные для (422), (222) и (111) Брегговских рефлексов при сканировании энергии через К-край поглощения Mn (6539 эВ).

Как обсуждалось выше, первый спектр (Рисунок 4.3) чувствителен только к вкладам от позиций А-типа, второй (Рисунок 4.4) — только к вкладам от позиций В-типа, а последний (Рисунок 4.5) спектр зависит от разности между вкладами от позиций А и В-типов, взятых с разными весовыми множителями согласно уравнению 4.5, причём доминирует при этом вклад от А-позиций, т.к. ($N_A \gg N_B$). Поскольку резонансные вклады в измеряемые интенсивности зависят от заселённостей позиций, наблюдается сильный резонансный сигнал от позиций А-типа (Рисунки 4.3 и 4.5) и намного более слабый сигнал от позиций В-типа (Рисунок 4.4). Как можно видеть из Рисунка 4.5, резонансный вклад от позиций В-типа становится пренебрежимо малым по сравнению с паразитным сигналом при высоких энергиях ($E > 6700$ эВ). По этой причине анализ данных, приведённых на Рисунке 4.5, мы ограничили областью энергий ниже 6750 эВ.

Как существенную особенность экспериментальных спектров (Рис. 4.3-4.5), отметим наличие пре-пика при энергии несколько ниже К-края поглощения Mn, 6539 эВ. Наличие такого пика типично для тетраэдрически координированных (А-позиция) атомов Mn [128]. Этот пик довольно сильно выражен на Рисунках 4.3 и 4.5 и слаб на Рис. 4.4. Аналогичный пик, наблюдаемый в спектре поглощения на Рис. 4.2 ассоциируется с электронным переходом с 1s уровня в незаполненные 3d состояния [128]. Наличие этого пика является признаком отсутствия центральносимметричного локального окружения, поскольку становится возможным дипольный переход 1s-3d в этой геометрии из-за р-d перемешивания. Наличие сильного пре-пика для А-состояний согласуется

с нашим предположением об их тетраэдрическом окружении. Такой пик хотя и значительно менее интенсивный присутствует и в спектрах, чувствительных к В-состояниям.

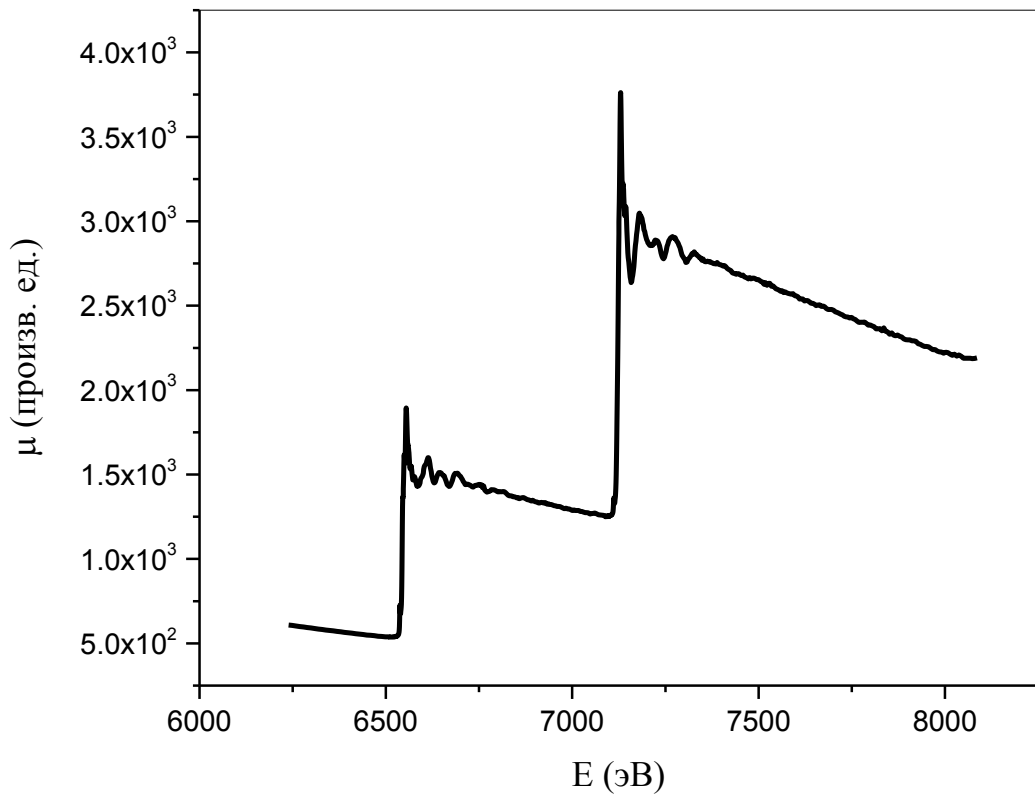


Рисунок 4.2. Экспериментальный флуоресцентный спектр EXAFS от искусственной плёнки MnFe₂O₄.

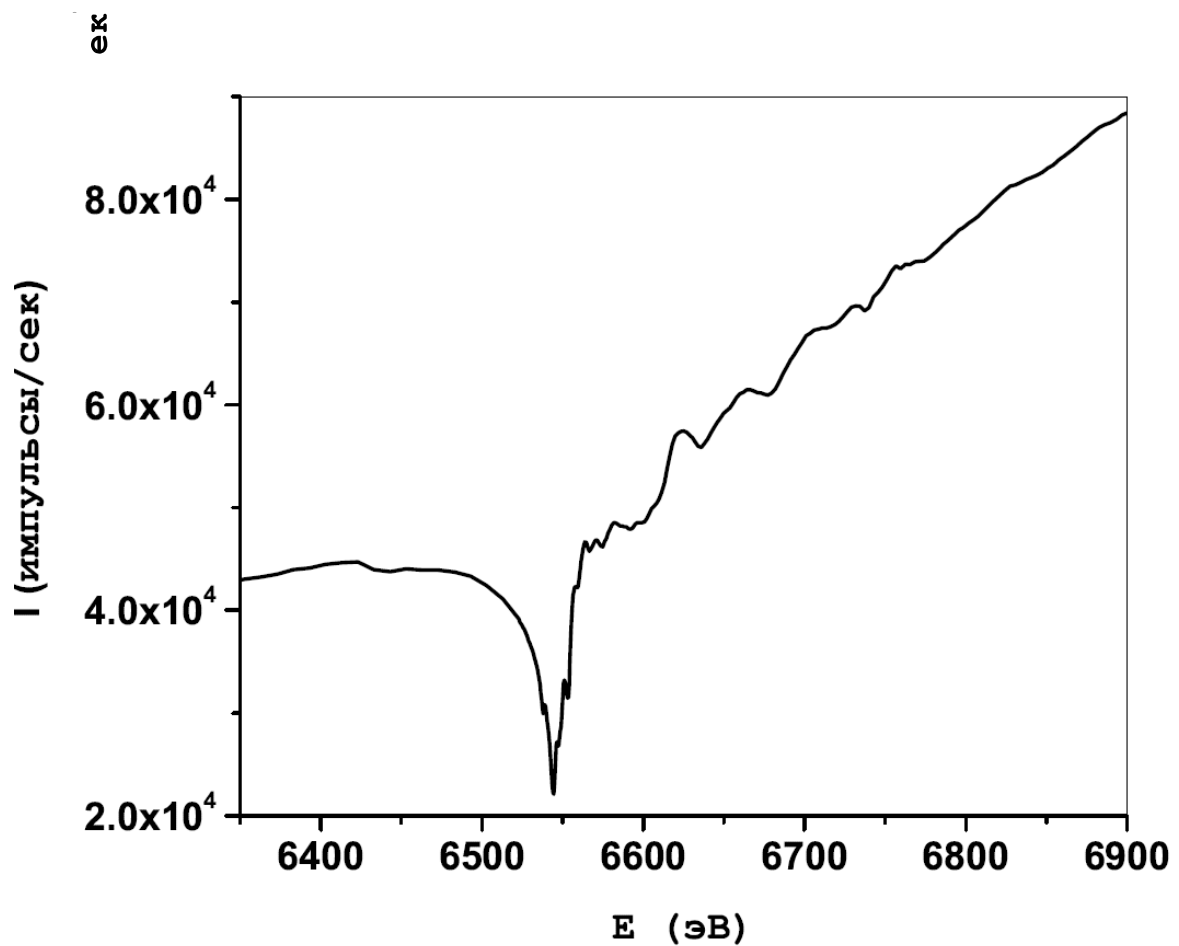


Рисунок 4.3. Экспериментальный спектр DAFS от плёнки MnFe₂O₄, измеренный для Брегговского рефлекса (422).

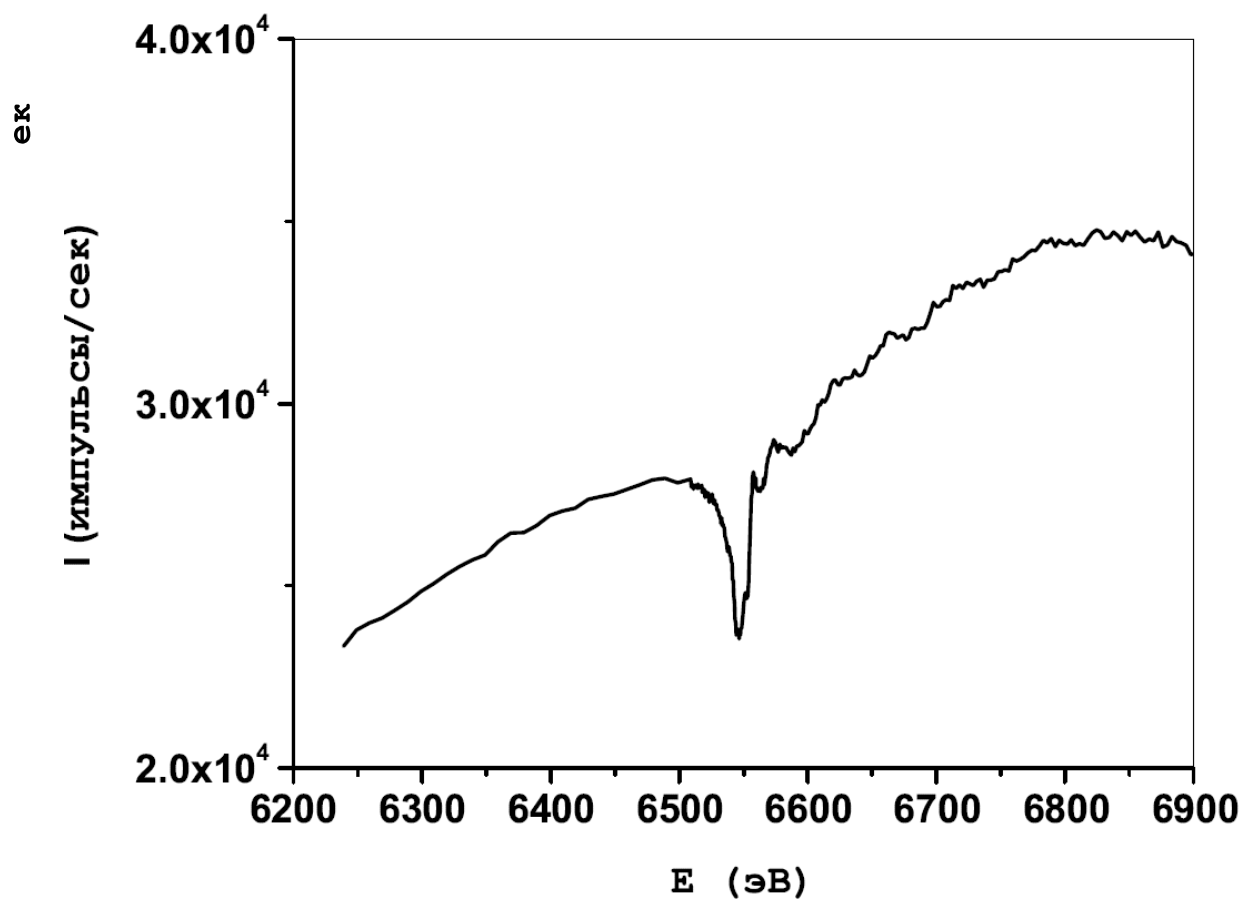


Рисунок 4.4. Экспериментальный спектр DAFS от плёнки MnFe₂O₄, измеренный для Брегговского рефлекса (222).

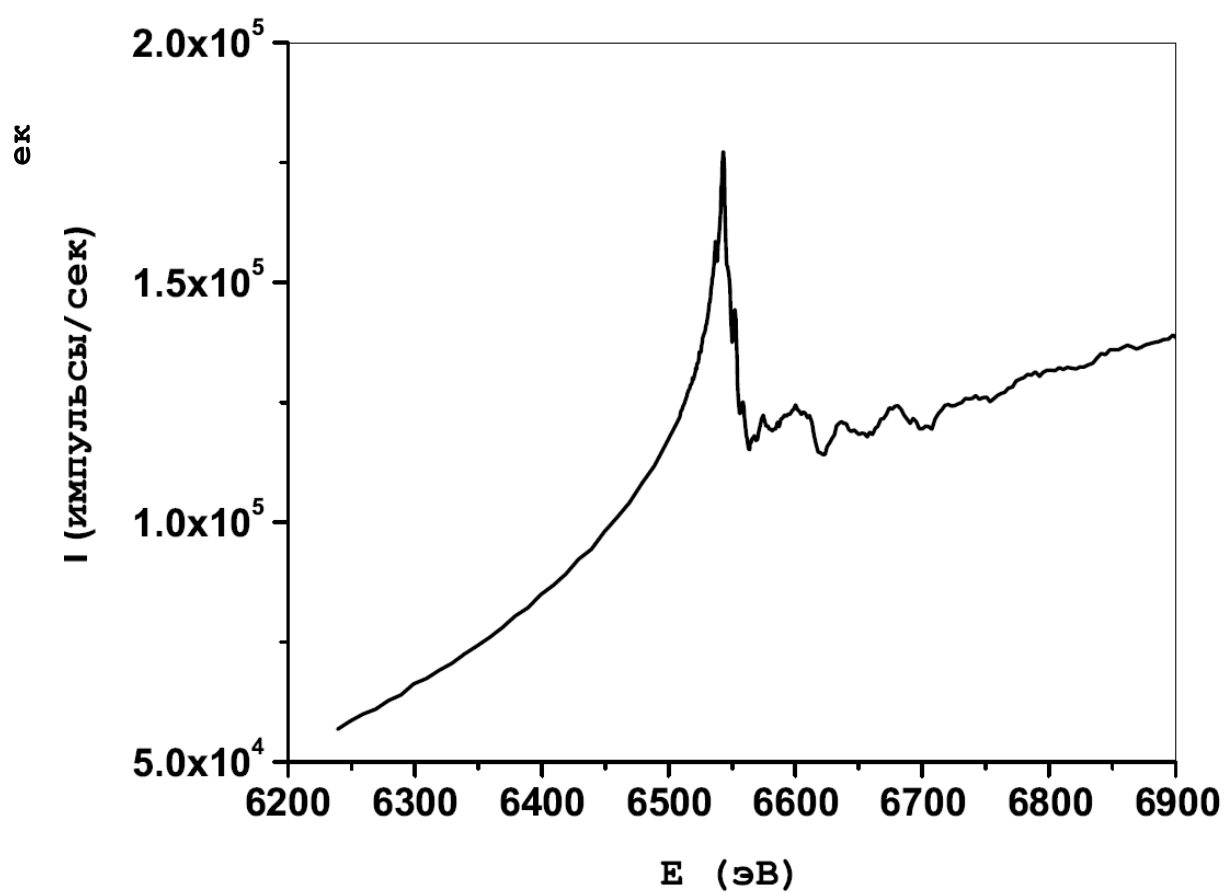


Рисунок 4.5. Экспериментальный спектр DAFS от плёнки MnFe_2O_4 , измеренный для Брегговского рефлекса (111).

4.3.2. Анализ спектров DAFS

На Рисунке 4.6 показана зависимость от энергии функции $\mu(E) = f'(E)E$ для атомов Mn, локализованных на позициях типа А и В, полученная из обработки экспериментальных DAFS спектров для (422) и (222) Брегговских рефлексов. Отметим наличие особенности около $E = 6539$ эВ для тетраэдрически координированных позиций типа А. На рисунке можно также видеть слабый пре-пик для октаэдрически координированных Впозиций, который обычно ассоциируется с квадрупольным электронным переходом или с искажениями локального октаэдрического окружения [129].

Данные, представленные на Рисунке 4.6 были очищены от фонового сигнала, преобразованы в представление волнового вектора фотоэлектронов, и с ними было совершено преобразование Фурье для перехода к радиальным координатам с помощью свободно распространяемой программы Athena (<http://xafs.org/XAFS>). Преобразование Фурье было произведено в интервале $k = (0.25 \text{ } 0.80)$ нм⁻¹ с весовой функцией $w=k$. На Рисунке 4.7 представлена зависимость модуля фурье-образа функции от радиальной координаты для позиций типа А и В.

Для проверки самосогласованности процедуры обработки были проведены независимые расчёты коэффициента поглощения для позиций А типа альтернативным образом, а именно, комбинируя полученные результаты для $f''(E)E$, определённые для (111) and (222) Брегговских сигналов и используя условие связи в уравнении 4.4, где заселённости позиций брались равными $N_A = 0.82$ и $N_B = 0.18$ (данные о заселённостях получены для

того же образца методом EXAFS [112]). Результаты сравнения результатов, полученных двумя альтернативными методами, представлены на Рисунках 4.8 и 4.9. Следует отметить, что наблюдается очень хорошее согласие практически во всей области EXAFS. Некоторые различия, наблюдаемые вблизи края поглощения объясняются дополнительными погрешностями, которые возникают при комбинировании двух независимых наборов данных.

Важно отметить, что в нашем анализе мы использовали существенно различные типы брегговских рефлексов. Во-первых, мы использовали асимметричный брегговский рефлекс (422), который определяется исключительно вкладом от атомов, локализованных на позициях типа А. С другой стороны, обработка данных для данного рефлекса затруднена усложнениями в учете влияния самопоглощения в асимметричной геометрии. Во-вторых, мы скомбинировали анализ брегговских рефлексов (111) и (222), измеренных в симметричной геометрии. Эти рефлексы проще для обработки, однако, существует риск искажения результатов при манипуляциях с обработанными спектрами. Из того факта, что обе вышеупомянутые процедуры приводят к одинаковым результатам, можно сделать вывод, что наша процедура обработки является стабильной, а полученные результаты - однозначными и воспроизводимыми, не зависящими от выбора конкретных брегговских рефлексов и геометрии рассеяния.

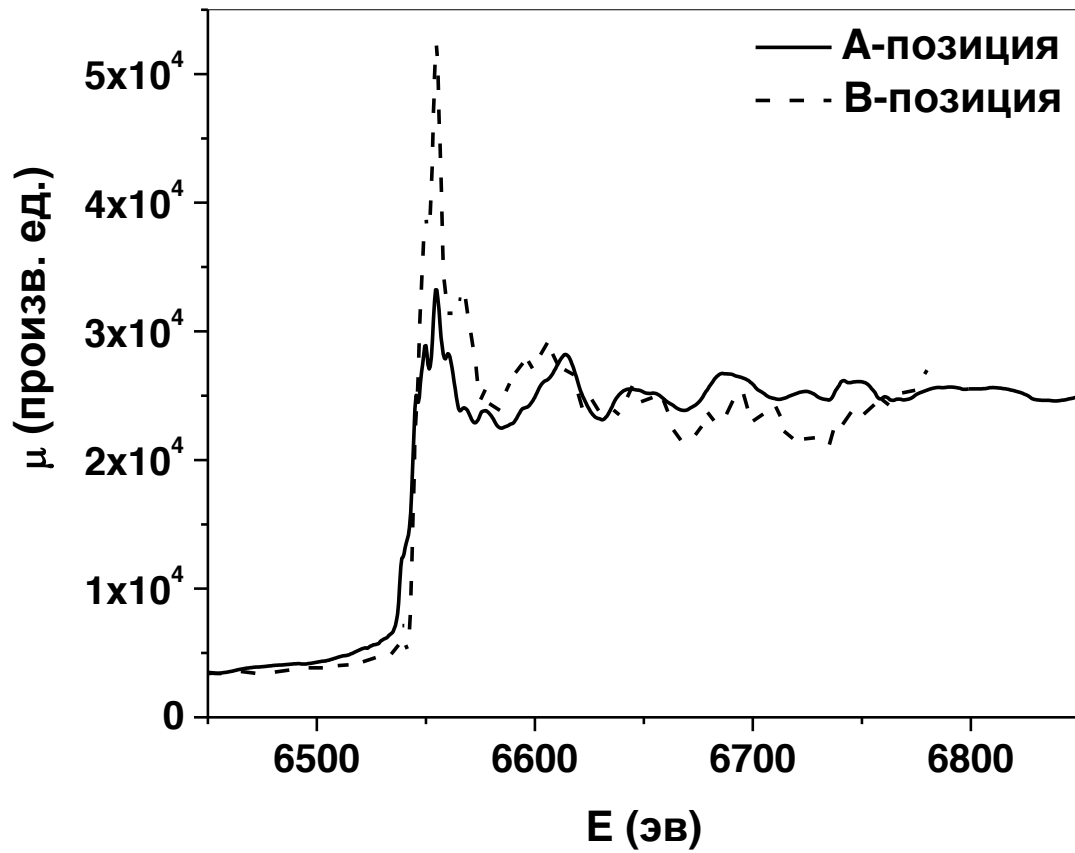


Рисунок 4.6. Коэффициенты поглощения атомов Mn, локализованных на позициях типа А и В в плёнке $MnFe_2O_4$, определенные из обработки экспериментальных спектров DAFS.

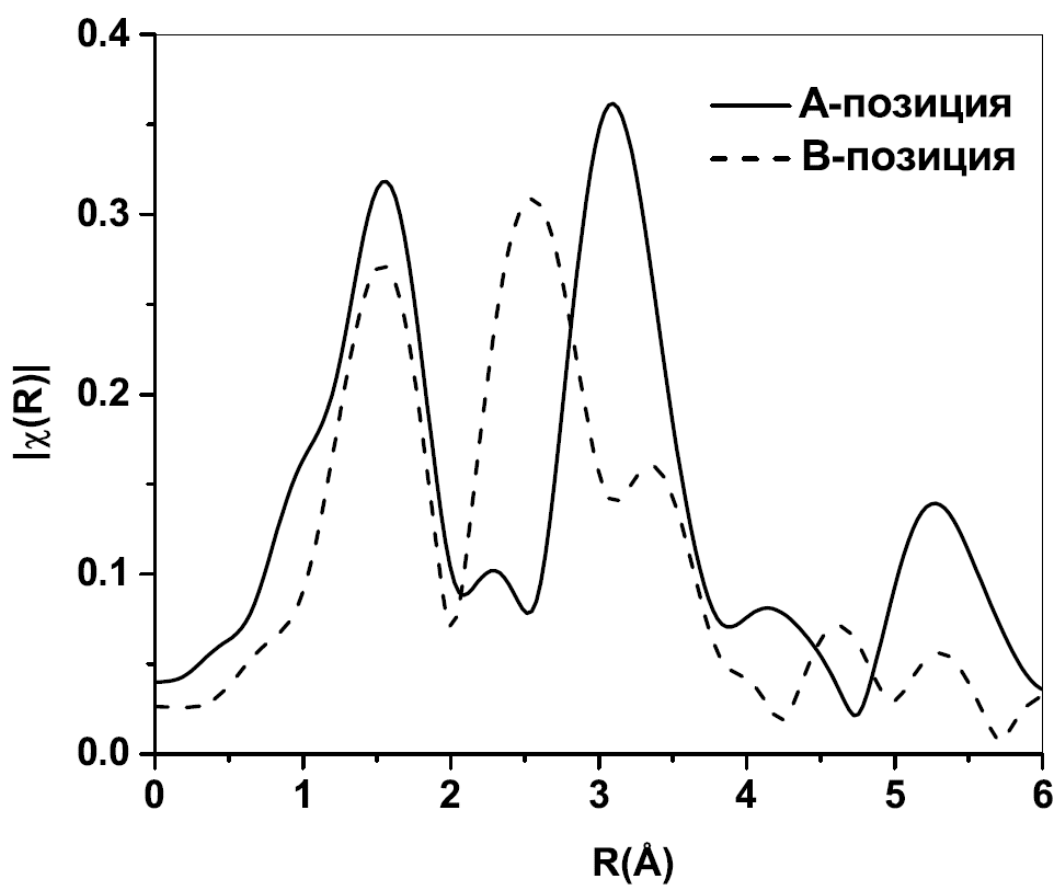


Рисунок 4.7. Модули фурье-преобразованных коэффициентов поглощения атомов Mn, локализованных на позициях типа А и В в плёнке MnFe_2O_4 .

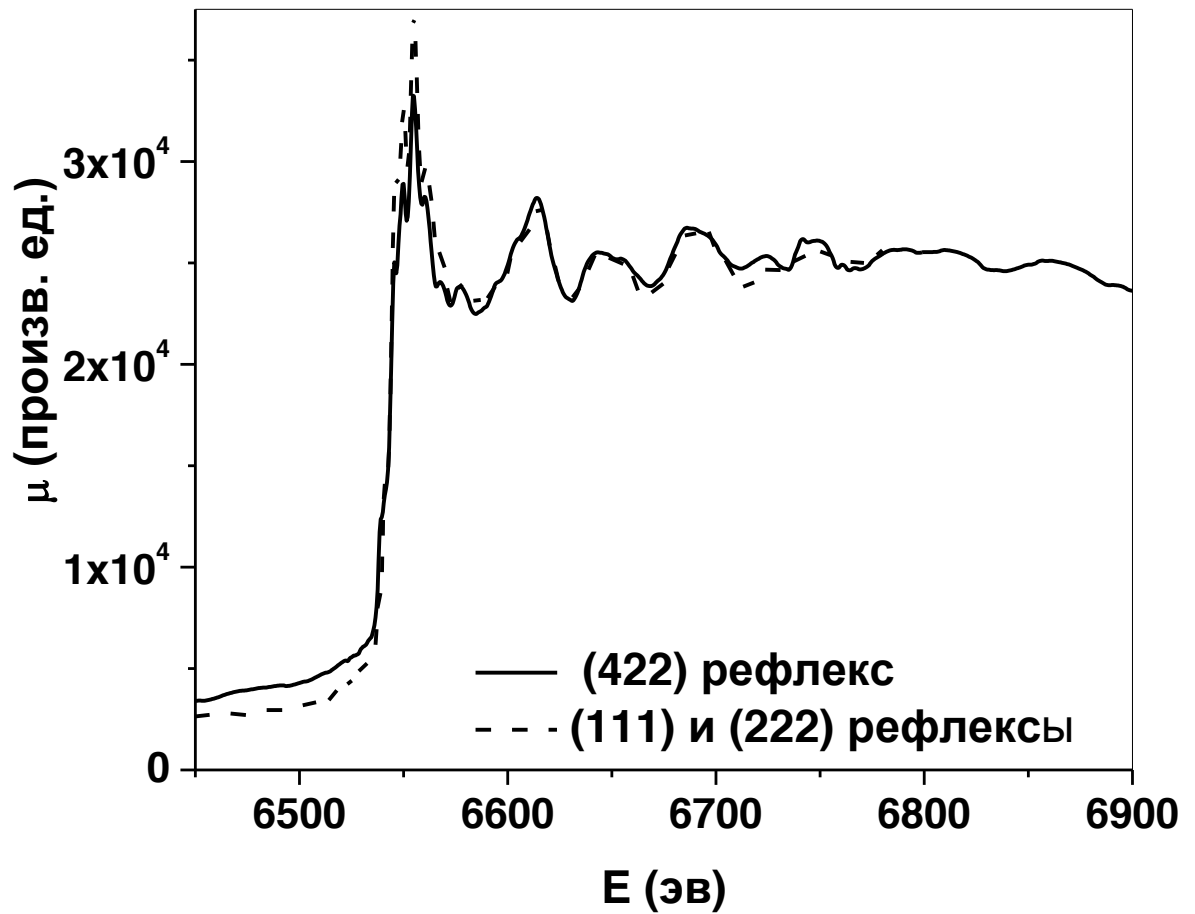


Рисунок 4.8. Коэффициенты поглощения атомов Mn, локализованных на позициях типа А в плёнке MnFe_2O_4 , определенные непосредственно из обработки экспериментальных спектров DAFS для рефлекса (422) и путем комбинации результатов обработки спектров DAFS для рефлексов (111) и (222).

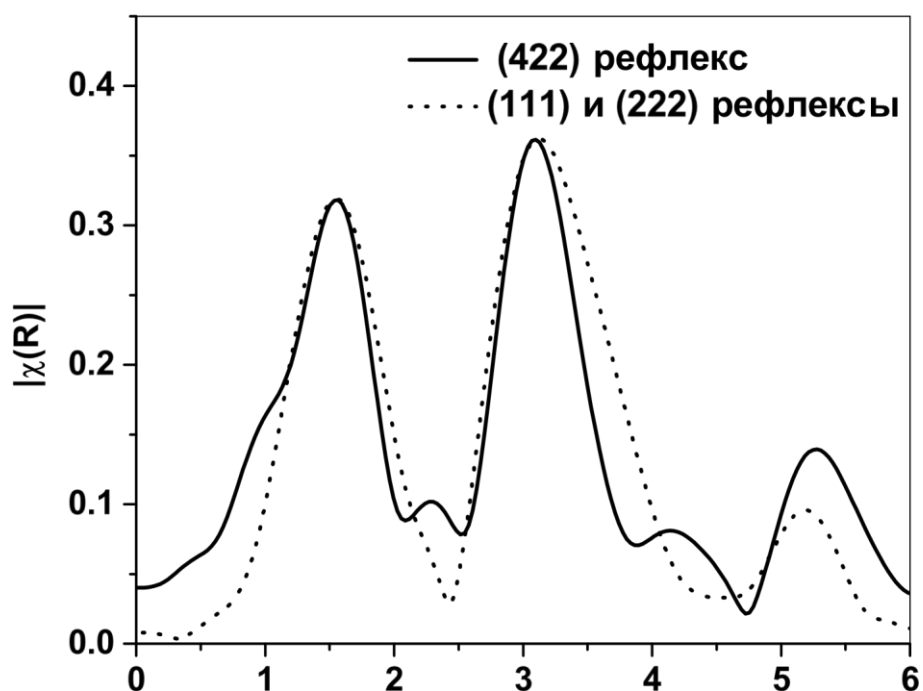


Рисунок 4.9. Модули фурье-преобразованных коэффициентов поглощения атомов Mn, локализованных на позициях типа А в плёнке MnFe_2O_4 , определенные непосредственно из обработки экспериментальных спектров DAFS для рефлекса (422) и путем комбинации результатов обработки спектров DAFS для рефлексов (111) и (222).

Дальнейший анализ полученных спектров поглощения проводился методами EXAFS, основанными на теоретических стандартах. Фитирование данных проводилось в R-пространстве с помощью программы Artemis, а теоретические стандарты генерировались с помощью FEFF6 [130]. В фитирование были включены только две ближайшие координационные сферы: Mn(A)-O, Mn(A)-Fe(B) для А позиции and Mn(B)-O, Mn(B)-Fe(B) для В позиции. Фитируемыми параметрами были глобальная величина S_0^2 и энергетический сдвиг ΔE_0 , а также длины связи R, среднеквадратичное разупорядочение (MSD) σ^2 для

каждой сферы. Параметр решетки MnFe_2O_4 был определен с помощью рентгеновской дифракции и зафиксирован 0.8508 нм.

На Рисунке 4.10 представлены амплитуда комплексного преобразования Фурье и обратного преобразования Фурье в k -пространство (обозначено как q -пространство) для первых двух координационных сфер для позиции А, а также соответствующие кривые фитирования. Вертикальные линии указывают интервал фитирования. Полученные в результате фитирования значения длины связи R и MSD суммированы в таблице 4.1. Координационные числа N для первой и второй координационных сфер были фиксированы при анализе. Коэффициент ослабления электронной амплитуды равен $S_0^2 = 0.84 \pm 0.18$. Из результатов, приведенных в таблице 4.1 отметим существенное увеличение длины связи А-О с 0.191 до 0.204 нм. Длина связи А-В также увеличена с 3.52 до 3.58 нм, что хорошо согласуется с определенным в работе [131] значением 0.354 нм для соответствующего расстояния Fe(B)-Mn(A) в объемном поликристалле MnFe_2O_4 .

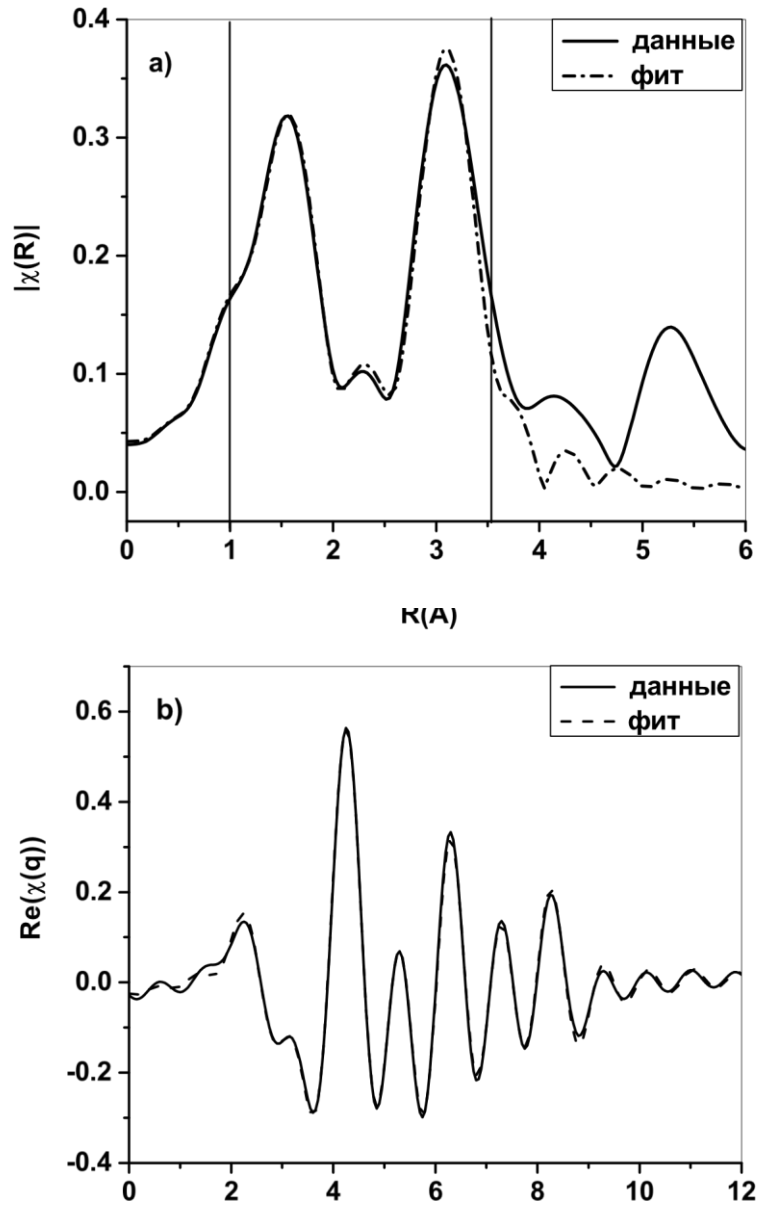


Рисунок 4.10. (а) Модуль комплексного преобразования Фурье полученных спектров поглощения и результаты их фитирования с помощью FEFF6 теории для поглощающих атомов Mn, локализованных в А позициях. (б) Обратное преобразование Фурье для фитированного интервала в R пространстве и соответствующий фит для поглощающих атомов Mn, локализованных в А позициях.

Таблица 4.1

Структурные параметры для А-позиции в MnFe_2O_4 искусственной пленке, полученные при фитировании данных DAFS.

связь	N	R (нм)	σ^2 (10^{-5}нм^2)
А-О	4	$0/204 \pm 0.002$ ±	3.5 ± 1.0 ±
А-В	12	0/358 0.002	3.6 1.0

Спектры поглощения для атомов Mn в В-позициях не могут быть фитированы без варьирования координационных чисел по сравнению с их номинальными значениями. При фитировании спектра поглощения для В-позиций мы зафиксировали значение $S_0^2 = 0.84$ и варьировали координационные числа N для первой и второй координационных сфер. Для того, чтобы определить координационные числа N в ситуации, когда наблюдается сильная корреляция между параметрами N и σ^2 , использовалась следующая процедура. Несколько наборов данных было получено с помощью преобразования Фурье экспериментального спектра, взятого с различными весовыми множителями k [77]. Каждый набор данных фитировался при фиксированных значениях параметров σ^2 в диапазоне 0.00005-0.002 нм^2 , в то время как координационные числа варьировались. Координационные числа и величины σ^2 были определены исходя из предположения, что они не должны зависеть от конкретного

выбора k -веса в фурье преобразовании. Полученные таким образом результаты приведены в таблице 4.2.

Амплитуда комплексного преобразования Фурье в q -пространство и обратного преобразования Фурье для первых двух координационных сфер для В-позиций, а также соответствующие кривые фитирования, приведены на рисунке 4.11. Вертикальные линии указывают интервал фитирования. За исключением координационных чисел, результаты таблицы 4.2 хорошо согласуются с результатами для объемных марганцевых ферритов [109].

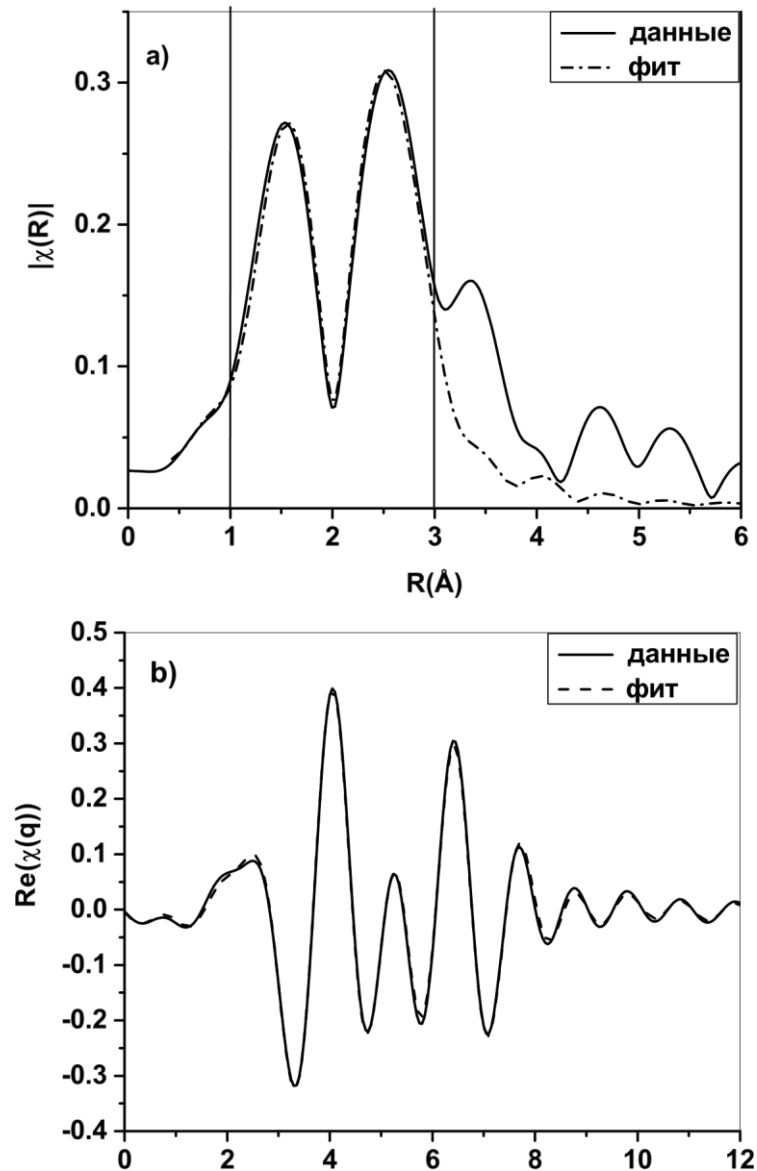


Рисунок 4.11. (а) Модуль комплексного преобразования Фурье полученных спектров поглощения и результаты их фитирования с помощью FEFF6 теории для поглощающих атомов Mn, локализованных в В позициях. (б) Обратное преобразование Фурье для фитированного интервала в R пространстве и соответствующий фит для поглощающих атомов Mn, локализованных на В позициях.

Таблица 4.2

Структурные параметры для В-позиции в MnFe_2O_4 искусственной пленке, полученные при моделировании данных DAFS

связь	N	R (нм)	$\sigma_2 (10^{-5}\text{нм}^2)$
В-О	3.1 ± 1 \pm	0.207 ± 0.001 \pm	1.2 ± 1.0 \pm
В-В	16.6 1	0.302 0.002	3.6 1.0

Кислородный параметр u , оцененный из данных таблиц 4.1 и 4.2, составляет 0.386 для нашей пленки, что близко к значению $u=0.385$, определенному для объемных кристаллов MnFe_2O_4 [108]. Отметим также, что попытка зафиксировать координационное число для первой координационной сферы В-позиций ($N=6$) ведет физически нереалистичному значению коэффициента ослабления электронной амплитуды $S_0^2 = 0.43$. Это не согласуется с тем фактом, что этот коэффициент зависит от сорта поглощающего атома, но никак не от занятого им узла.

Для того, чтобы убедиться в достоверности процедуры обработки и анализа данных, нами был проведен дополнительный тест с тем, чтобы убедиться, что экспериментальный спектр EXAFS, приведенный на рисунке 4.2, может быть успешно воспроизведен, используя структурные параметры, полученные из DAFS. С этой целью экспериментальный спектр EXAFS был обработан и подвергнут преобразованию Фурье по той

же процедуре, которая описана выше. Далее этот спектр EXAFS был фитирован с использованием тех же теоретических стандартов, как и ранее для структурных параметров из таблиц 4.1 и 4.2. Единственные параметры, варьировавшиеся при фитировании были S_0^2 и энергетический сдвиг ΔE_0 . В результате фитирования было получено значение $S_0^2=0.76$. Амплитуда комплексного преобразования Фурье спектра EXAFS и соответствующие кривые фитирования приведены на рисунке 4.12. Сплошной линией показано усреднение спектров для позиций А и В, взятых с весами 0.82 (А) и 0.18 (В).

Как видно из приведенного графика, кривая фитирования хорошо описывает первую координационную сферу, а также наблюдается разумное согласие с экспериментальными данными для второй координационной сферы. Некоторое несогласие между кривыми фитирования и EXAFS для второй координационной сферы может быть объяснено тем, что в нашем рассмотрении мы игнорировали вклады от многократного рассеяния в сигнал EXAFS.

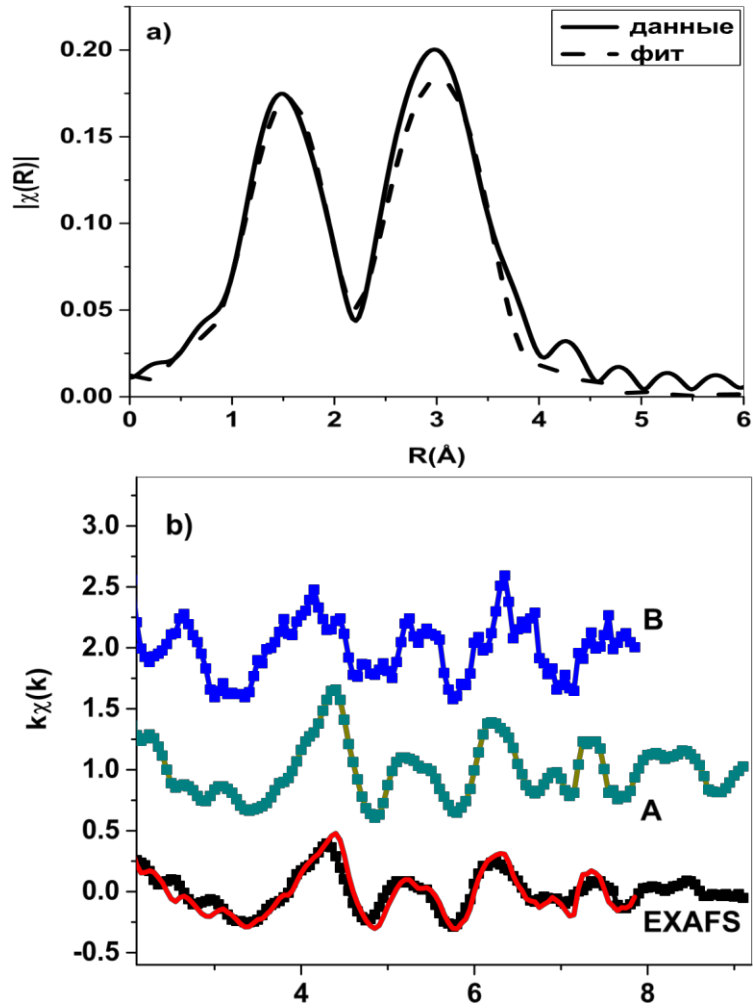


Рисунок 4.12. (а) Модуль комплексного преобразования Фурье для флуоресцентных данных EXAFS и его фит с помощью FEFF6 теории структурных параметров для А и В позиций, полученных из DAFS анализа. (б) Определенные нами спектры поглощения для позиций А и В, а также флуоресцентные спектр EXAFS (символы), преобразованные в пространство волновых векторов фотоэлектронов.

4.3.3. Обсуждение результатов

Обратим внимание на два важных аспекта полученных результатов. Во-первых, отметим значительное увеличение расстояния Mn(A)-O для первой координационной сферы по сравнению с соответствующим значением для Fe(A)-O, в то время, как нет почти никакого изменения в расстояниях для узла B. Во-вторых, наиболее интересный результат - значительное уменьшение эффективного координационного числа на узле B для первой координационной сферы кислорода. Большинство катионов Mn (около 80%) находятся на узле A, в то время как меньшинство (около 20%) находятся на узле B. Наблюдаемое увеличение длины связи Mn(A)-O можно легко объяснить тем, что ионный радиус Mn больше, чем ионный радиус Fe [132]. Основываясь на аргументации, связанной с ионными радиусами, ожидалось также увеличение длины связи Mn(B)-O по сравнению с Fe(B)-O, но этого не было обнаружено. Для того, чтобы соответствовать правилу сумм связь-валентность Fe(B)-O, это уменьшение длины связи Fe(B)-O должно сопровождаться соответствующим координации и/или изменением валентности.

Мы полагаем, что значение длины связи для Mn(B) узлов определяется двумя конкурирующими механизмами: расширением из-за большего ионного радиуса и сжатием из-за уменьшенной координации. Похожие сдвиги в пике поглощения для Mn(A) и Mn(B) (разница $\lesssim 1$ эВ) могут служить указанием на то, что валентности на узлах Mn(A) и Mn(B) сравнимы. Это, в свою очередь, большую степень ковалентности для связи Mn(B)-O. Можно предположить, что аномальные магнитные свойства, полученные путем варьирования количества Mn на узлах B в

искусственных марганцевых ферритах могут быть вызваны необычной связью и соответствующими изменениями обменных констант.

Отметим также, что наши результаты относятся к пленкам марганцевых ферритов, выращенных в неравновесных условиях. Уменьшенная координация на узле В может быть следствием использования техники неравновесного роста. Дело в том, что пленка получена путем послойного роста при пониженной температуре подложки, что может привести к образованию дополнительных вакансий и дефектов.

4.4. Заключение и выводы по главе 4

В данной главе развита техника DAFS спектроскопии, предназначенная для определения неэквивалентных кристаллографических позиций локальной атомной структуры в сложных тонкоплёночных наноструктурах. Излагается последовательность экспериментальных процедур и принципы обработки экспериментальных результатов с использованием компьютерных программ, разработанных автором. Разработанная техника применена для определения локальной структуры атомов Mn, расположенных в кристаллографически неэквивалентных позициях в тонких плёнках Fe_2MnO_4 , выращенных в неравновесных условиях и проявляющих необычные свойства.

Показано, что локальная структура атомов Mn существенно отличается от известных результатов для объёмных материалов, включая разницу в межатомных расстояниях и координационных числах. Локальная структура атомов Mn в неэквивалентных

кристаллографических узлах в пленках искусственных марганцевых ферритов определена с помощью техники DAFS спектроскопии. Изложена последовательность экспериментальных процедур и принципы обработки экспериментальных результатов с использованием компьютерных программ, разработанных автором. Показано, что локальная структура атомов Mn существенно отличается от известных результатов для объёмных материалов, включая разницу в межатомных расстояниях и координационных числах. Дано экспериментальное подтверждение значительного увеличения длины связи для узла А (8b). Впервые показано, что DAFS спектроскопия способна определить локальное атомное окружение для атомов Mn на узле В (16с). Результаты, представленные в главеЮ опубликованы в работах [25-26].

Заключение

В работе развиты неразрушающих методы определения атомной и магнитной микроструктуры магнитных наноструктур, основанные на комплементарном (взаимодополняющем) использовании рассеяния нейтронов и синхротронного излучения, которые были применены для исследования широкого класса научно и технологически важных магнитных металлических наносистем. Основные результаты работы заключаются в следующем.

1. Было экспериментально показано, что в сверхрешетках Fe/Cr формируется латеральная доменная структура, рассеяние поляризованных нейтронов на которой приводит к появлению незеркально рассеянных нейтронов. Был предложен метод определения угла неколлинеарности в магнитных сверхрешетках, основанный на анализе незеркального рассеяния поляризованных нейтронов. Комплементарным применением рентгеновской рефлектометрии, рефлектометрии поляризованных нейтронов и незеркального рассеяния нейтронов установлена прямая корреляция между среднеквадратичной шероховатостью межслойных границ и углом неколлинеарности в сверхрешетках Fe/Cr.
2. Был развит метод определения неоднородной внутрислойной структуры в магнитных сверхрешетках, основанный на комплементарном применении рефлектометрии поляризованных нейтронов и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии. С помощью развитого метода было показано, что малым числом повторений в сверхрешетках Fe/Gd с приводит при низких температурах к возникновению уникальных магнитных фаз,

характеризующихся неоднородным изменением с глубиной направления магнитных моментов в слоях Gd.

3. Комплементарным применением нейтронной и рентгеновской дифрактометрии систематически исследовано влияние эффектов близости слоев ванадия и размерных эффектов на волны спиновой плотности в эпитаксиальных тонких пленках и сверхрешетках Cr/V. Показано, что близость слоев ванадия определяет поляризацию и направление распространения волны спиновой плотности в тонкопленочных системах Cr/V. Экспериментально доказано существование парамагнитного слоя толщиной до 5 нм в слоях Cr вблизи межслойных границ в сверхрешетках Cr/V. Показано, что по мере увеличения толщин слоев Cr магнитное состояние в сверхрешетках Cr/V изменяется от парамагнитного состояния к соизмеримой фазе волны спиновой плотности и, наконец, к несоизмеримой волне спиновой плотности в достаточно толстых слоях Cr. Установлено, что магнитное состояние в сравнительно толстых слоях Cr может быть контролируемым образом модифицировано путем насыщения водородом соседних слоев ванадия при относительно малых давлениях. Показано экспериментально, что, насыщая водородом слои ванадия, можно обратимым образом переводить несоизмеримую фазу волны спиновой плотности в соизмеримую.
4. Развита метод DAFS определения локальной атомной структуры тонких пленок с кристаллографически неэквивалентными узлами, занятыми атомами элементов с близкими атомными номерами, основанный на анализе энергетической зависимости интенсивности брегговских рефлексов. При применении данного метода к исследованию тонких пленок искусственных марганцевых ферритов

показано, что в системе наблюдается значительное увеличение расстояния Mn(A)-O для первой координационной сферы по сравнению с соответствующим значением для Fe(A)-O, а также значительное уменьшение эффективного координационного числа на узле B для первой координационной сферы.

В заключение отметим, что комплементарное применение нейтронного и рентгеновского синхротронного рассеяния позволяет с высоким разрешением определять неоднородную атомную и магнитную структуру внутри ферромагнитных и антиферромагнитных слоёв в магнитных металлических наноструктурах. Мы подчёркиваем важность такого комбинированного подхода, поскольку он позволяет получить результаты, которых невозможно добиться при использовании только одной из этих методик. Развитие и использование комплементарных нейтронных и рентгеновских методик значительно расширяет экспериментальные возможности при исследовании и дизайне новых материалов и устройств спинтроники.

Список сокращений и условных обозначений

- CSDW — Соизмеримая волна спиновой плотности (Commensurate Spin Density Wave)
- DAFS — Протяженная тонкая структура рентгеновской дифракции (Diffraction Anomalous Fine Structure)
- EXAFS — Протяженная тонкая структура рентгеновского поглощения (Extended X-ray Anomalous Fine Structure)
- GMR — Гигантское магнетосопротивление (Giant magnetoresistance)
- HRXD — Рентгеновская дифракция высокого разрешения (High Resolution X-ray Diffraction)
- LSDW — Продольная волна спиновой плотности (Longitudinal Spin Density Wave)
- ND — Нейтронная дифрактометрия (Neutron Diffraction)
- PNR — Рефлектометрия поляризованных нейтронов (Polarized Neutron Reflectometry)
- RXMR — Резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия (Resonant X-ray Magnetic Reflectometry)
- TSDW — Поперечная волна спиновой плотности (Transverse Spin Density Wave)
- XMCD — Рентгеновский магнитный циркулярный дихроизм (X-ray Magnetic Circular Dichroism)
- XR — Рентгеновская рефлектометрия (X-ray Reflectometry)

ВУН — Волна упругих напряжений

ВСП — Волна спиновой плотности

РПН — Рефлектометрия поляризованных нейтронов

РРМР — Резонансная рентгеновская магнитная рефлектометрия

Литература

1. Fert A. Nobel Lecture: Origin, development, and future of spintronics / A. Fert // *Rev. Mod. Phys.* – 2008. – Vol. 80. – P. 1517–1530.
2. Grunberg P. A. Nobel Lecture: From spin waves to giant magnetoresistance and beyond / P. A. Grunberg // *Rev. Mod. Phys.* – 2008. – Vol. 80. – P. 1531–1540.
3. Parkin S. S. P. Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr / S. S. P. Parkin, N. More, K. P. Roche // *Phys. Rev. Lett.* – 1990. – Vol. 64. – P. 2304–2307.
4. Parkin S. S. P. Systematic variation of the strength and oscillation period of indirect magnetic exchange coupling through the 3d, 4d, and 5d transition metals / S. S. P. Parkin // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – Vol. 67. – P. 3598–3601.
5. Morphology of crystallites and magnetic structure of non-collinear Fe/Cr multilayers / T.P. Krinitsina, E.A. Kravtsov, V.V. Lauter-Pasyuk, H.J. Lauter, V.V. Popov, L.N. Romashev, V.A. Tsurin, A.M. Burkhanov, V.V. Ustinov // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1999. – Vol. 181. – P. 203–206.
6. Magnetic off-specular neutron scattering from Fe/Cr multilayers / V.V. Lauter-Pasyuk, H.J. Lauter, B. Toperverg, O. Nikonov, E.A. Kravtsov, M.A. Milyaev, L.N. Romashev, V.V. Ustinov // *Physica B.* – 2000. – Vol. 283. – P. 194–197.
7. Interface formation and magnetic ordering in Fe/Cr hybrid nanostructures / E.A. Kravtsov, V.V. Lauter-Pasyuk, H.J. Lauter, B. Toperverg, O.

- Nikonov, A.Petrenko, M.A.Milyaev, L.N. Romashev, V.V. Ustinov // *Physica B.* – 2001. – Vol. 297. – P. 118–120.
8. Magnetic neutron off-specular scattering for the direct determination of the coupling angle in exchange-coupled multilayers / V. Lauter-Pasyuk, H.J. Lauter, B. Toperverg, O. Nikonov, E. Kravtsov, L. Romashev, V. Ustinov // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2001. – Vol. 226-230. – P. 1694 – 1697.
 9. In-plane magnetisation anisotropy of Fe/Cr superlattices with biquadratic exchange coupling / V.V. Ustinov, M.A. Milyaev, L.N. Romashev, T.P. Krinitsina, E.A. Kravtsov // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2001. – Vol. 226230. – P. 1811 –1814.
 10. Using of the high-grade layered structures for the demonstration of the depth resolution of the RBS method / A.P. Kobzev, E.A. Kravtsov, L.N. Romashev, A.V. Semerikov, V.V. Ustinov // *Vacuum.* – 2001. – Vol. 83. – P. 501–5054.
 11. Kourtina N. Method of the reflections function in the X-ray reflectometry study of multilayers / N.V. Kourtina, E.A. Kravtsov, V.V. Ustinov // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2002. – Vol. 240. – P. 294– 296.
 12. Effect of interface structure on magnetic and magnetoresistive properties of Fe/Cr multilayers / V.V. Ustinov, L.N. Romashev, T.P. Krinitsina, E.A. Kravtsov, M.A. Milyaev, A.V. Semerikov, V.A. Tsurin, N.V. Kourtina // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2002. – Vol. 240. – P. 511– 514.
 13. Spin-Resolved Unpolarized Neutron Off-Specular Scattering for Magnetic Multilayer Studies / H.J. Lauter, V. Lauter-Pasyuk, B. Toperverg, L. Romashev, V. Ustinov, E. Kravtsov, A. Vorobiev, O. Nikonov, J. Major // *Appl. Phys. A.* – 2002. – Vol. 74. – P. S1557 – S1560.

14. Domains and Interface Roughness in Fe/Cr Multilayers - Influence on the Gmr Effect / H.J. 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. – Vol. 258. – P. 338–340.
15. Влияние температуры роста на структуру межслойных границ сверхрешеток Fe/Cr / Н.В. Багрец, Е.А. Кравцов, М.А. Миляев, Л.Н. Ромашев, А.В. Семериков, В.В. Устинов // *Физ. Мет. Металловед.* – 2003. – Т. 96. – С. 88.
16. Complementary polarized neutron and resonant x-ray magnetic reflectometry measurements in Fe/Gd heterostructures: Case of inhomogeneous intralayer magnetic structure / E. Kravtsov, D. Haskel, S.G.E. te Velthuis, S.J. Jiang, B.J. Kirby // *Phys. Rev. B.* – 2009. – Vol. 79. – p. 024421.
17. Кравцов Е.А. Комплементарное применение нейтронного и рентгеновского синхротронного рассеяния для определения магнитной микроструктуры обменно-связанных слоистых наногетероструктур / Е.А. Кравцов, В.В. Устинов // *Физика твердого тела.* – 2010 – Т. 52. – С. 2116–2119.
18. Применение поляризационной нейтронной и резонансной рентгеновской магнитной рефлектометрии для определения неоднородной магнитной структуры в сверхрешетках Fe/Gd / Е.А. Кравцов, D. Haskel, S.G.E. te Velthuis, S.J. Jiang, B.J. Kirby // *Известия Российской академии наук. Серия физическая* – 2010 – Т. 74. – С. 1531–1533.
19. Charge-magnetic interference resonant scattering studies of ferromagnetic crystals and thin films / D. Haskel, E. Kravtsov, Y. Choi, J. C. Lang, Z.

- Islam, G. Srajer, J. S. Jiang, S. D. Bader, P. C. Canfield // *European Physical Journal-Special Topics* – 2012 – Vol. 208. – P. 141–155.
20. Proximity effect of vanadium on spin-density wave magnetism in Cr films / E. Kravtsov, A. Nefedov, F. Radu, A. Remhof, H. Zabel, B. Hjorvarsson, A. Hoser, S. B. Wilkins // *Phys. Rev. B.* – 2004. – Vol. 70. – p. 054425.
21. Proximity effect of vanadium on strain and spin-density waves in thin Cr films / E. Kravtsov, R. Brucas, B. Hjorvarsson, A. Hoser, G. McIntyre, A. Nefedov, F. Radu, A. Remhof, H. Zabel // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2005. – Vol. 286. – P. 425–430.
22. Reorientation of spin-density waves in Cr films induced by proximity effect of vanadium / E. Kravtsov, A. Nefedov, H. Zabel, R. Brucas, B. Hjorvarsson, A. Hoser, G. J. McIntyre // *J. Phys.: Condens. Mater.* – 2005. – Vol. 17. – p. 3143.
23. Onset of spin-density-wave antiferromagnetism in Cr/V multilayers / E. Kravtsov, R. Brucas, B. Hjorvarsson, A. Hoser, A. Liebig, G. J. McIntyre, M. A. Milyaev, A. Nefedov, L. Paolasini, F. Radu, A. Remhof, V. V. Ustinov, F. Yakhov, H. Zabel // *Phys. Rev. B.* – 2007. – Vol. 76. – p. 024421.
24. Fine tuning spin-density-wave state in Cr/V heterostructures via hydrogen uptake / E. Kravtsov, A. Nefedov, G. Nowak, K. Zhernenkov, H. Zabel, B. Hjorvarsson, A. Liebig, A. Hoser, G. J. McIntyre, L. Paolasini, A. Remhof // *J. Phys.: Condens. Mater.* – 2009. – Vol. 21. – p. 326006.
25. Site-specific local structure of Mn in artificial manganese ferrite films / E. Kravtsov, D. Haskel, A. Cady, A. Yang, C. Vittoria, X. Zuo, V. G. Harris // *Phys. Rev. B.* – 2006. – Vol. 74. – p. 104114.

26. Element- and site-specific oxidation state and cation distribution in manganese ferrite films by diffraction anomalous fine structure / A. Yang, Z. Chen, A. L. Geiler, X. Zuo, D. Haskel, E. Kravtsov, C. Vittoria, V. G. Harris // *Appl. Phys. Lett.* – 2008. – Vol. 93. – p. 052504.
27. Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers / P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, and H. Sowers // *Phys. Rev. Lett.* – 1986. – Vol. 57. – P. 2442 – 2445.
28. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange / G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, W. Zinn // *Phys. Rev. B.* – 1989. – Vol. 39. – P. 4828 – 4830.
29. Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices / M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas // *Phys. Rev. Lett.* – 1988. – Vol. 61. – P. 2472 – 2475.
30. Magnetic rare earth superlattices / C.F. Majkrzak , J. Kwo , M. Hong , Y. Yafet , Doon Gibbs , C.L. Chien, J. Bohr // *Adv. Phys.* – 1988. – Vol. 40. – P. 99–189.
31. Unguris J. Observation of two different oscillation periods in the exchange coupling of Fe/Cr/Fe(100) / J. Unguris, R. J. Celotta, D. T. Piers // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – Vol. 67. – P. 140–143.
32. Domain Observations on Fe/Cr/Fe Layered Structures. Evidence for a Biquadratic Coupling Effect / M. Ruhrig, R. Schäfer, A. Hubert, R. Mosler, J. A. Wolf, S. Demokritov, P. Grünberg // *Physica Status Solidi.* – 1991. – Vol. 125. – p. 635–656.

33. Bruno P. Theory of interlayer magnetic coupling / P. Bruno // *Phys. Rev. B.* – 1995. – Vol. 52. – p. 411.
34. Slonczewski J. C. Fluctuation mechanism for biquadratic exchange coupling in magnetic multilayers / J. C. Slonczewski // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – Vol. 67. – P. 3172–3175.
35. Slonczewski J. C. Origin of biquadratic exchange in magnetic multilayers / J. C. Slonczewski // *J. Appl. Phys.* – 1993. – Vol. 73. – P. 5957–5962.
36. Никитенко Ю.В. Рефлектометрия поляризованных нейтронов / Ю.В. Никитенко, В.Г. Сыромятников. Москва: Физматлит, 2013.
37. Noncollinear and collinear magnetic structures in exchange coupled Fe/Cr(001) superlattices/ A. Schreyer, J. F. Ankner, Th. Zeidler, H. Zabel, M. Schafer, J. A. Wolf, P. Grunberg, and C. F. Majkrzak // *Phys. Rev. B.* – 1995. – Vol. 52. – p. 16066.
38. Effect of Roughness, Frustration, and Antiferromagnetic Order on Magnetic Coupling of Fe/Cr Multilayers / D.T. Pierce, J. Unguris, R.J. Celotta, M.D. Stiles // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1999. – Vol. 200. – P. 290–321.
39. Atomic-scale observations of alloying at the Cr-Fe(001) interface / A. Davies, J.A. Stroscio, D.T. Pierce, R.J. Celotta // *Phys. Rev. Lett.* – 1996. – Vol. 76. – P. 4175–4178.
40. Interface alloying at Fe/Cr interfaces and its role in exchange coupling, angular resolved Auger electron, magneto-optic Kerr effect, and Brillouin light scattering studies / B. Heinrich, J.F. Cochran, D. Venus, K. Totland, D. Atlan, S. Govorkov, K. Myrtle // *J. Appl. Phys.* – 1996. – Vol. 79. – P. 4518–4523.

41. Exchange coupling through spin-density waves in Cr(001) structures: Fewhisker/Cr/Fe(001) studies / B. Heinrich, J.F. Cochran, T. Monchesky, R. Urban // *Phys. Rev. B.* – 1999. – Vol. 59. – P. 14520–14530.
42. Surface alloy formation of Fe on Cr(100) studied by scanning tunneling microscopy / Y.J. Choi, I.C. Jeond, J.-Y. Park, S.-J. Kahng, J. Lee, Y. Kuk // *Phys. Rev. B.* – 1999. – Vol. 59. – P. 10918–10922.
43. Magnetic behavior of sputtered Gd/Co multilayers / J. P. Andr'es, L. Chico, J. Colino, J. M. Riveiro // *Phys. Rev. B.* – 2002 – T. 66. – № 9 – C. 094424.
44. 155,157Gd NMR study of Gd-Ni intermetallic compounds / V. L. B. de Jesus, I. S. Oliveira, P. C. Riedi, A. P. Guimaraes // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2000 – T. 212. – C. 125–137.
45. Critical thickness of the amorphous-nanocrystalline transition in Gd/Fe film structures / J. Landes, C. Sauer, B. Kabius, W. Zinn // *Phys. Rev. B.* – 1991 – T. 44. – C. 8342–8345.
46. Camley R. E. Phase transitions in magnetic superlattices / R. E. Camley, D. R. Tilley // *Phys. Rev. B.* – 1988 – T. 37. – C. 3413–3421.
47. Camley R. E. Properties of magnetic superlattices with antiferromagnetic interfacial coupling: Magnetization, susceptibility, and compensation points / R. E. Camley // *Phys. Rev. B.* – 1989 – T. 39. – C. 12316–12319.
48. Lepage J. G. Surface phase transitions and spin-wave modes in semi-infinite magnetic superlattices with antiferromagnetic interfacial coupling / J. G. Lepage, R. E. Camley // *Physical Review Letters.* – 1990 – T. 65. – C. 1152–1155.

49. Enhanced Interfacial Magnetic Coupling of Gd /Fe Multilayers / D. Haskel, G. Srajer, J. C. Lang, J. Pollmann, C. S. Nelson, J. S. Jiang, S. D. Bader // *Phys. Rev. Lett.* – 2001 – T. 87. – № 20 – C. 207201.
50. 50. Zhu Y. *Modern Techniques for Characterizing Magnetic Materials* / Y. Zhu. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2005.
51. Polarized Neutron Scattering From Gd/Fe Multilayers / C. Dufour , K. Cherifi, G. Marchal, Ph. Mangin, M. Hennion // *Phys. Rev. B.* – 1993 – T. 47. – C. 14572–14575.
52. Experimental determination of the magnetic phase diagram of Gd/Fe multilayers / W. Hahn, M. Loewenhaupt, Y. Y. Huang, G. P. Felcher, S. S. P. Parkin *Phys. Rev. B.* – 1995 – T. 52. – C. 16041–16048.
53. Observation and interpretation of a partial Gd twisted spin state in an epitaxial Gd/Fe bilayer / F. K. McGrath, N. Ryzhanova, C. Lacroix, D. Givord, C. Fermon, C. Miramond, G. Saux, S. Young, A. Vedyayev // *Phys. Rev. B.* – 1996 – T. 54. – C. 6088–6091.
54. Magnetic structure of Fe/Gd multilayers determined by resonant x-ray magnetic scattering / N. Ishimatsu, H. Hashizume, S. Hamada, N. Hosoito, C. S. Nelson, C. T. Venkataraman, G. Srajer, J. C. Lang // *Phys. Rev. B.* – 1999 – T. 60. – C. 9596–9606.
55. Magnetic Structures of an Iron-Gadolinium Multilayer at Low Temperatures / N. Hosoito, H. Hashizume, N. Ishimatsu, I.-T. Bae, G. Srajer, J. C. Lang, C. K. Venkataraman, C. S. Nelson // *Japan. J. Appl. Phys.* – 2002 – T. 41. – C. 1331.
56. Temperature evolution of the Gd magnetization profile in strongly coupled Gd/Fe multilayers / Y. Choi, D. Haskel, R. E. Camley, D. R. Lee, J. C. Lang, G. Srajer, J. S. Jiang, S. D. Bader // *Phys. Rev. B.* – 2004 – T. 70. – № 13 – C. 134420.

57. Tunable magnetic thermal hysteresis in transition metal (Fe, Co, CoNi)/rare earth (Gd) multilayers / S. Demirtas, M. R. Hossu, R. E. Camley, H. C. Mireles, A. R. Koymen // *Phys. Rev. B.* – 2005 – T. 72. – № 18 – C. 184433.
58. Tunable thermal hysteresis in magnetic multilayers: magnetic superheating and supercooling / R. E. Camley, W. Lohstroh, G. P. Felcher, N. Hosoi, H. Hashizume // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2005 – T. 286. – C. 65–71.
59. Artificial ferrimagnetic structure and thermal hysteresis in $Gd_{0.47}Co_{0.53}/Co$ multilayers / J. P. Andrés, J. A. González, T. P. A. Hase, B. K. Tanner, J. M. Riveiro // *Phys. Rev. B.* – 2008 – T. 77. – № 14 – C. 144407.
60. Magnetic coupling in Gd/Ni bilayers / A. Barth, F. Treubel, M. Marszałek, W. Evenson, O. Hellwig, C. Borschel, M. Albrecht, G. Schatz // *J. Phys Condensed Matter.* – 2008 – T. 20. – C. 5232.
61. van Aken B. B. Ground state and constrained domain walls in Gd/Fe multilayers / B. B. van Aken, J. L. Prieto, N. D. Mathur // *J. Appl. Phys.* – 2005 – T. 97. – № 6 – C. 063904.
62. Depth Profile of Uncompensated Spins in an Exchange Bias System / S. Roy, M. R. Fitzsimmons, S. Park, M. Dorn, O. Petravic, I. V. Roshchin, Z.-P. Li, X. Batlle, R. Morales, A. Misra, X. Zhang, K. Chesnel, J. B. Kortright, S. K. Sinha, I. K. Schuller // *Phys. Rev. Lett.* – 2005 – T. 95. – № 4 – C. 047201.
63. Magnetically asymmetric interfaces in a $(LaMnO_3)/(SrMnO_3)$ superlattice due to structural asymmetries / S. J. May, A. B. Shah, S. G. E. te Velthuis, M. R. Fitzsimmons, J. M. Zuo, X. Zhai, J. N. Eckstein, S.

- D. Bader, and A. Bhattacharya // *Phys. Rev. B.* – 2008 – T. 77. – C. 174409.
64. Lynn J. E. Resonance Effects in Neutron Scattering Lengths of Rare-Earth Nuclides / J. E. Lynn, P. A. Seeger // *Atomic Data and Nuclear Data Tables.* – 1990 – T. 44. – C. 191.
65. Hirano K. Development and application of x-ray phase retarders / K. Hirano, T. Ishikawa, S. Kikuta // *Review of Scientific Instruments.* – 1995 – T. 66. – C. 1604–1609.
66. Lang J. C. Bragg transmission phase plates for the production of circularly polarized x rays / J. C. Lang, G. Srajer // *Review of Scientific Instruments.* – 1995 – T. 66. – C. 1540–1542.
67. Induced magnetism at interfaces in ultra-thin epitaxial V/Gd bilayers / L. T. Baczewski, P. Pankowski, A. Wawro, K. Mergia, S. Messolora, F. Ott // *Physical Review B.* – 2006 – T. 74. – № 7 – C. 075417.
68. Magnetic structure of Gd/Fe multilayers / C. Dufour, P. Bauer, M. Sajieddine, K. Cherifi, G. Marchal, P. Mangin, R. E. Camley // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 1993 – T. 121. – C. 296–299.
69. Blundell S. J. Polarized neutron reflection as a probe of magnetic films and multilayers / S. J. Blundell, J. A. C. Bland // *Physical Review B.* – 1992 – T. 46. – C. 3391–3400.
70. Chatterji T. *Neutron Scattering from Magnetic Materials* / T. Chatterji. New York: Elsevier, 2006.
71. Ruhm A. Supermatrix approach to polarized neutron reflectivity from arbitrary spin structures / A. Ru^hm, B. P. Toperverg, H. Dosch // *Phys. Rev. B.* – 1999 – T. 60. – C. 16073–16077.

72. Stepanov S. A. X-ray resonant reflection from magnetic multilayers: Recursion matrix algorithm / S. A. Stepanov, S. K. Sinha // *Physical Review B*. – 2000 – Т. 61. – С. 15302–15311.
73. X-ray resonant magnetic scattering from structurally and magnetically rough interfaces in multilayered systems. I. Specular reflectivity / D. R. Lee, S. K. Sinha, D. Haskel, Y. Choi, J. C. Lang, S. A. Stepanov, G. Srajer // *Phys. Rev. B*. – 2003 – Т. 68. – № 22 – С. 224409.
74. Bevington P. R. *Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences* / Ph. R. Bevington, D. K. Robinson. New York: McGraw-Hill, Inc., 1992.
75. Cromer D. Relativistic Calculation of Anomalous Scattering Factors for X Rays / D.T. Cromer, D. Liberman // *J. Chem. Phys.* – 1970 – Vol. 53. – P. 1891–1898.
76. Inclusion of local structure effects in theoretical x-ray resonant scattering amplitudes using ab initio x-ray-absorption spectra calculations / J. O. Cross, M. Newville, J. J. Rehr, L. B. Sorensen, C. E. Bouldin, G. Watson, T. Gouder, G. H. Lander, M. I. Bell // *Phys. Rev. B*. – 1998 – Т. 58. – С. 11215–11225.
77. XAFS study of local disorder in the a-Gd_xSi_{1-x} amorphous magnetic semiconductor / D. Haskel, J. W. Freeland, J. Cross, R. Winarski, M. Newville, F. Hellman // *Phys. Rev. B*. – 2003 – Т. 67. – № 11. – С. 115207.
78. О магнитной структуре хрома / В.Н. Быков, В.С. Головкин, Н.В. Агеев, В.А. Левдик, С.И. Виноградов // *Доклады Академии наук СССР*. – 1959. – Т. 128. – С. 1153–1156.

79. Corliss L. M. Antiphase Antiferromagnetic Structure of Chromium / L. M. Corliss, J. M. Hastings, R. J. Weiss // *Phys. Rev. Lett.* – 1959. – Vol. 3. – P. 211–212.
80. Overhauser A. W. Spin Density Waves in an Electron Gas / A. W. Overhauser // *Phys. Rev.* – 1962. – Vol. 128. – P. 1437 – 1452.
81. Fishman R. S. Spin-density waves in Fe/Cr trilayers and multilayers / R. S. Fishman // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 2001. – Vol. 13. – p. R235.
82. Fawcett E. Spin-density-wave antiferromagnetism in chromium / E. Fawcett // *Rev. Mod. Phys.* – 1988. – Vol. 60. – P. 209–283.
83. Spin-density-wave antiferromagnetism in chromium-alloys / E. Fawcett, H.L. Alberts, V.Y. Galkin, D.R. Noakes, J.V. Yakhmi // *Rev. Mod. Phys.* – 1994. – Vol. 66. – P. 25–127.
84. Тугушев В.В. Волны спиновой плотности и зонный антиферромагнетизм в металлах / В.В. Тугушев, Н.И. Куликов // *Успехи физ. наук.* – 1984. – Т. 144. – С. 643–680.
85. Zabel H. Magnetism of chromium at surfaces, at interfaces and in thin films / H. Zabel // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 1999. – Vol. 11. – p. 9303.
86. Unguris J. Magnetism in Cr thin films on Fe (100) / J. Unguris, R.J. Celotta, D.T. Pierce // *Phys. Rev. Lett.* – 1992. – Vol. 69. – p. 1125.
87. Magnetotransport studies of epitaxial Cr thin films / J. Mattson, B. Brumitt, M.B. Brodsky, J.B. Ketterson // *J. Appl. Phys.* – 1990. – Vol. 67. – P. 4889–4891.
88. Suppression of biquadratic coupling in Fe/Cr (001) superlattices below the Néel transition of Cr / E.E. Fullerton, K.T. Riggs, C.H. Sowers, S.D. Bader, and A. Berger // *Phys. Rev. Lett.* – 1995. – Vol. 75. – P. 330–333.

89. Spin-density-wave antiferromagnetism of Cr in Fe/Cr (001) superlattices / E.E. Fullerton, S.D. Bader, J.L. Robertson // *Phys. Rev. Lett.* – 1996. – Vol. 77. – P. 1382–1385.
90. Magnetic structure of Cr in exchange coupled Fe/Cr (001) superlattices / A. Schreyer, C.F. Majkrzak, Th. Zeidler, T. Schmitte, P. Bödeker, K. Theis-Brohl, A. Abromeit, J.A. Dura, T. Watanabe // *Phys. Rev. Lett.* – 1997. – Vol. 79. – P. 4914–497.
91. Hamaguchi Y. Neutron-Diffraction Investigation of Chromium with Small Additions of Manganese and Vanadium / Y. Hamaguchi, E.O. Wollan, W.C. Koehler // *Phys. Rev.* – 1965. – Vol. 138. – p. A737.
92. Antiferromagnetism in Chromium Alloys. I. Neutron Diffraction / W.C. Koehler, R.M. Moon, A.L. Trego, A.R. Mackintosh // *Phys. Rev.* – 1966. – Vol. 151. – p. 405.
93. Trego A. L. Antiferromagnetism in Chromium Alloys. II. Transport Properties / A. L. Trego, A. R. Mackintosh // *Phys. Rev.* – 1968. – Vol. 166. – p. 495.
94. Dubiel S. M. Influence of vanadium on spin-and charge-density waves in chromium / S. M. Dubiel, J. Cieslak, F. E. Wagner // *Phys. Rev. B.* – 1996. – Vol. 53. – p. 268.
95. Hirai K. Spontaneous spin-density-wave order in Cr superlattices / K. Hirai // *Phys. Rev. B.* – 2002. – Vol. 66. – p. 132406.
96. Magnetism of Cr in V/Cr multilayers studied by ^{119}Sn Mössbauer spectroscopy / M. Almokhtar, K. Mibu, A. Nakanishi, T. Kobayashi, T. Shinjo // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 2000. – Vol. 12. – p. 9247.
97. Magnetic properties of Cr layers in X/Cr/Sn/Cr multilayers (X= V, Fe, Ag) studied through ^{119}Sn Mössbauer spectroscopy / K. Mibu, M.

- Almokhtar, A. Nakanishi, T. Kobayashi, T. Shinjo // *J. Magn. Magn. Matter.* – 2001. – Vol. 226-230. – p. 1785.
98. Epitaxial growth of Cr [001] on LiF [001] / J. Mattson, M.B. Brodsky, J.B. Ketterson, H. You // *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* – 1990. – Vol. 160. – p. 231.
99. Influence of strain on the anti-ferromagnetic ordering in epitaxial Cr(001) films on MgO / E. Kunnen, S. Mangin, V.V.Moshchalkov, Y. Bruynseraede, A. Vantomme, A. Hoser, K. Temst // *Thin Solid Films.* – 2002. – Vol. 414. – P. 262–269.
100. Werner S. Temperature and magnetic-field dependence of the antiferromagnetism in pure chromium. / S.A. Werner, A. Arrott, H. Kendrick // *Phys. Rev.* – 1962. – Vol. 155. – p. 528.
101. Neutron diffraction study of the Néel transition in Cr(0.5% V) / R. Noakes, T.M. Holden, P.C. de Camargo, E. Fawcett, P. de V. Du Plessis // *J. Appl. Phys.* – 1988. – Vol. 64. – p. 5883.
102. Shi Z. Interplay between spin-density wave and proximity magnetic layers / Z.P. Shi, R.S. Fishman // *Rev. Rev. Lett.* – 1997. – Vol. 78. – p. 1351.
103. Interface effects of hydrogen uptake in Mo/V single-crystal superlattices / B. Hjorvarsson, J. Ryd'en, E. Karlsson, J. Birch, J. E. Sundgren // *Phys. Rev. B.* – 1991. – Vol. 43. – p. 6440.
104. Theoretical study of structural and electronic properties of VH_x / P. H. Andersson, L. Fast, L. Nordström, B. Johansson, O. Eriksson // *Phys. Rev. B.* – 1998. – Vol. 58. – p. 5230.

105. Reversible structural change and thermodynamic properties of hydrogen in thin vanadium films / J. Bloch, B. Hjorvarsson, S. Olsson, R. Brukas // *Phys. Rev. B.* – 2007. – Vol. 75. – p. 165418.
106. Resistivity changes in Cr/V(0 0 1) superlattices during hydrogen absorption / A. K. Eriksson, A. Liebig, S. Olafsson, B. Hjorvarsson // *J. Alloys Compound.* – 2007. – Vol. 446-447. – P. 526–529.
107. Vautier, R. *Landolt-Börnstein Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology, New Series* / R. Vautier and M. Paulus. Berlin: Springer-Verlag, 1970. Vol. III/4b.
108. Smit, J. *Ferrites* / J. Smit and H.P.J. Wijn. New York: Wiley, 1959.
109. Brabers, V. *Handbook of Magnetic Materials* / V.A.M. Brabers. New York: Elsevier, 1995. Vol. 8. P. 189–324.
110. Hahn T. *International Tables for Crystallography* / T. Hahn. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2002. Vol. A. p. 696.
111. Large induced magnetic anisotropy in manganese spinel ferrite films / X. Zuo, A. Yang, S.-D. Yoon, J. A. Christodoulides, V. G. Harris, C. Vittoria // *Applied Physics Letters* – 2005 – Vol. 87. – no. 15. – p. 152505.
112. Extended X-Ray Absorption Fine Structure Analysis of Cation Distribution in MnFe₂O₄ Single Crystal Films and Artificial Ferrite Structures / A. Yang, V. G. Harris, S. Calvin, X. Zuo, C. Vittoria // *IEEE Transactions on Magnetics.* – 2004 – T. 40. – C. 2802–2804.
113. Sayers D. E. *New Technique for Investigating Noncrystalline Structures: Fourier Analysis of the Extended X-Ray-Absorption Fine Structure* / D. E. Sayers, E. A. Stern, F. W. Lytle // *Physical Review Letters.* – 1971 – T. 27. – C. 1204–1207.

114. Konigsberger D. X-Ray Absorption: Principles, Applications, Techniques of EXAFS, SEXAFS and XANES / D.C. Konigsberger, R. Prince. New York: Wiley, 1988.
115. Diffraction anomalous fine structure: A new x-ray structural technique / H. Stragier, J.O. Cross, J.J. Rehr, L.B. Sorensen, C.E. Bouldin, and J.C. Woicik // *Phys. Rev. Lett.* – 1992. – Vol. 69. – p. 3064.
116. Materlik, G. Resonant Anomalous X-ray Scattering: Theory and Applications /G. Materlik, C. Sparks, K. Fischer. Amsterdam: NorthHolland, 1994.
117. Garcia J. The Verwey transition - a new perspective / J. Garcia, G. Subias // *J. Phys. Condensed Matter.* – 2004 – T. 16. – C. 145.
118. DAFS analysis of magnetite / A.I. Frenkel, J.O. Cross, D.M. Fanning, and I.K. Robinson // *J. Synchrotron Rad.* – 1999. – Vol. 6. – p. 332.
119. Diffraction anomalous fine structure: A new technique for probing local atomic environment / I.J. Pickering, M. Sansone, J. Marsch, G.N. George // *J. Am. Chem. Soc.* – 1993 – T. 115. – C. 6302–6311.
120. Resonant diffraction / J.-L. Hodeau, V. Favre-Nicolin, S. Bos, H. Renevier, E. Lorenzo, J.-F. Berar // *Chem. Rev.* – 2001 – T. 101. – C. 1843–1868.
121. Sample-angle feedback for diffraction anomalous fine structure spectroscopy / J.O. Cross, W.T. Elam, J.C. Woicik, L.B. Sorensen // *J. Synchrotron Rad.* – 1999 – T. 6. – C. 335.
122. X-ray-absorption edge separation using diffraction anomalous fine structure / B. Ravel, C. E. Bouldin, H. Renevier, J.-L. Hodeau, J.-F. Berar // *Phys. Rev. B.* – 1999 – T. 60. – C. 778–785.
123. Diffraction-anomalous-fine-structure spectroscopy applied to the study of III-V strained semiconductors / M. G. Proietti, H. Renevier, J. L. Hodeau,

- J. Garc'ia, J. F. Berar, P. Wolfers // *Phys. Rev. B.* – 1999 – T. 59. – C. 5479–5492.
124. Short- and long-range order in iron and cobalt disilicides thin films investigated by the diffraction anomalous fine structure technique / O. Ersen, V. Pierron-Bohnes, M.-H. Tuilier, C. Pirri, L. Khouchaf, M. Gailhanou // *Phys. Rev. B.* – 2003 – T. 67. – № 9. – C. 094116.
125. X-ray analysis of the short-range order in the ordered-alloy domains of epitaxial (Ga,In)P layers by diffraction anomalous fine structure of superlattice reflections / D. C. Meyer, K. Richter, P. Paufler, G. Wagner // *Phys. Rev. B.* – 1999 – T. 59. – C. 15253–15260.
126. Cromer D. T. Relativistic Calculation of Anomalous Scattering Factors for X Rays / D. T. Cromer, D. Liberman // *Journal of Chemical Physics.* – 1970 – T. 53. – C. 1891–1898.
127. Karim R. The engineering of ferrite films at the atomic scale / R. Karim, C. Vittoria // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 1997 – T. 167. – C. 27–33.
128. Farges F. Ab initio and experimental pre-edge investigations of the Mn K -edge XANES in oxide-type materials / F. Farges // *Phys. Rev. B.* – 2005 – T. 71. – № 15 – C. 155109.
129. Resonant inelastic X-ray scattering (RIXS) spectroscopy at the Mn K absorption pre-edge a direct probe of the 3d orbitals / P. Glatzel, J. Yano, U. Bergmann, H. Visser, J. H. Robblee, W. Gu, F. M. F. de Groot, S. P. Cramer, V. K. Yachandra // *J. Phys. Chem Solids.* – 2005 – Vol. 66. – P. 2163–2167.
130. Multiple-scattering calculations of x-ray-absorption spectra / S. I. Zabinsky, J. J. Rehr, A. Ankudinov, R. C. Albers, M. J. Eller // *Phys. Rev. B.* – 1995 – T. 52. – C. 2995–3009.

131. Subias G. EXAFS spectroscopic analysis of the Verwey transition in Fe_3O_4 . // Phys. Rev. B. – 2005 – T. 71. – № 15 – C. 155103.
132. Shannon R. D. Revised effective ionic radii and systematic studies of interatomic distances in halides and chalcogenides / R. D. Shannon // Acta Crystallogr. A. – 1976 – T. 32. – C. 751–767.