

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

На правах рукописи

Антропов Николай Олегович

**Кристаллическая структура и магнитное упорядочение в
сверхрешетках Dy/Gd**

Специальность 01.04.11 —
физика магнитных явлений

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук
Кравцов Евгений Алексеевич

Екатеринбург — 2018

Оглавление

	Стр.
Введение	4
1 Литературный обзор	9
1.1 Важнейшие особенности редкоземельных металлов	9
1.2 Кристаллическая и электронная структура Dy и Gd	10
1.3 Магнитные свойства объемных Dy и Gd	13
1.3.1 Основные типы модулированных структур	13
1.3.2 Модулированные магнитные структуры в редкоземельных металлах	14
1.4 Магнитные упорядочения в сверхрешетках Dy/Gd	20
2 Экспериментальные методики	25
2.1 Рентгеновские методы исследования структурных свойств пленок и сверхрешеток	25
2.1.1 Рентгеновская рефлектометрия	27
2.1.2 Рентгеновская дифракция высокого разрешения и картирование обратного пространства	34
2.2 Методы исследования магнитных свойств сверхрешеток и пленок .	39
2.2.1 СКВИД магнитометрия	39
2.2.2 Рефлектометрия поляризованных нейтронов	40
2.2.3 Рентгеновский магнитный круговой дихроизм (XMCD)	56
2.2.4 Ядерно-резонансная рефлектометрия	59
3 Структурные свойства	62
3.1 Синтез образцов	62
3.2 Характеризация образцов методом рентгеновской рефлектометрии	66
3.3 Характеризация образцов методом рентгеновской дифракции высокого разрешения и картирования обратного пространства . . .	71
3.4 Выводы по главе 3	75
4 Магнитные свойства сверхрешеток Dy/Gd	78

	Стр.
4.1 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом СКВИД магнетометрии	78
4.2 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом рентгеновского магнитного кругового дихроизма	84
4.3 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом ядерно-резонансной рефлектометрии	86
4.4 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом рефлектометрии поляризованных нейтронов	87
4.5 Выводы по главе 4	94
Заключение	96
Список сокращений и условных обозначений	97
Благодарности	98
Список литературы	99

Введение

Исследование магнитных металлических сверхрешеток активно ведется в последние 30 лет. Новый класс искусственных магнитных наноструктур уникален тем, что в нем проявляются свойства, отличные от объемных материалов. Толщины слоев в сверхрешетках составляют от единиц до сотен нанометров и прецизионно контролируются на атомном уровне. В сверхрешетках, образованных ферромагнитными и антиферромагнитными металлами может формироваться магнитное упорядочение с периодом, отличным от периода сверхрешетки. Несмотря на то, что образцы, состоящие из комбинации 3d-4f металлов, в настоящее время широко исследованы. Сверхрешетки, включающие в себя комбинацию двух 4f редкоземельных металлов (Dy, Gd), остаются слабоизученными на сегодняшний день. Ведущие производители микроэлектроники совместно с учеными из научных лабораторий ведут широкие исследования в поисках новых материалов на основе магнитных сверхрешеток для создания новейших элементов спинтроники [1].

Было установлено, что в сверхрешетках на основе диспрозия, например, в системах Dy/Y наблюдается спиральное когерентное магнитное упорядочение в слоях Dy, причем период спирали несоизмерим с постоянной решетки и толщиной слоев Dy. Сравнительно недавно с помощью рефлектометрии поляризованных нейтронов было показано [2], что в сверхрешетках Dy/Y с помощью магнитного поля можно индуцировать спиральное магнитное упорядочение с преобладающей хиральностью. Более перспективными представляются сверхрешетки Dy/Gd, в которых было экспериментально показано [3], что при некоторых толщинах слоев Dy и Gd и низких температурах реализуется когерентное геликоидальное магнитное упорядочение с чередующейся хиральностью внутри слоев Dy. Система Dy/Gd представляется чрезвычайно перспективной как для фундаментальных исследований особенностей косвенного обменного взаимодействия в редкоземельных сверхрешетках, так и с точки зрения поиска новых материалов для устройств наноспинтроники.

Актуальность настоящей работы определена необходимостью исследования структурных и магнитных свойств сверхрешеток Dy/Gd, в которых возможно появление спирального магнитного упорядочения. Данная магнитная структура может быть использована для получения новых материалов спинтроники, в

которых будут генерироваться циркулярно-поляризованные спиновые токи. Актуальность данной работы также подтверждается тем, что исследования были поддержаны Грантами Минобрнауки № 14 Z 50.31.0025 и № 14.616.21.00067; проектом 18-10-2-37 комплексной программы УрО РАН; грантами РФФИ (16-02-00061; 18-32-00197); в рамках государственного задания ФАНО России (тема "Спин" АААА-А18-118020290104-2).

Целью настоящей работы является установление корреляции между структурными и магнитными свойствами сверхрешеток Dy/Gd. Исследование влияния температуры на магнитное упорядочение в сверхрешетках Dy/Gd.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Отработка технологии роста сверхрешеток Dy/Gd.
2. Рентгеноструктурный анализ сверхрешеток Dy/Gd.
3. Определение макроскопических магнитных свойств сверхрешёток Dy/Gd.
4. Определение внутрислойной магнитной структуры сверхрешеток Dy/Gd.
5. Определение корреляции структурных и магнитных свойств сверхрешеток Dy/Gd из комплексного анализа рентгеновских и магнитных данных.

Объектами исследования были псевдо-монокристаллические пленки Dy и сверхрешетки Dy/Gd, выращенные на подложках Al_2O_3 .

Научная новизна:

1. Впервые экспериментально установлено, что в температурном интервале 10 — 170 К, в магнитном поле величиной 100 Э формируется веерное упорядочение магнитных моментов в слоях Dy, которое когерентно распространяется по всей сверхрешетке. Магнитные моменты в слоях Dy при этом лежат в базисной плоскости, а в слоях Gd преимущественно направлены вдоль гексагональной оси c .
2. Экспериментально установлено, что в сверхрешетках Dy/Gd с толщиной слоев Dy от 15 до 180 Å, в температурном интервале 10 — 170 К, в внешнем магнитном поле 100 Э наблюдается подавление фазового перехода Dy из антиферромагнитной в ферромагнитную фазу. Подавление перехода вызвано сжатием ГПУ кристаллической решетки Dy в базисной плоскости.

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

Диссертационная работа соответствует требованиям, установленным п.14 Положения о присуждении ученых степеней. Текст диссертации представляет собой научно-квалификационную работу, не содержит заимствованного материала без ссылки на автора и (или) источник заимствования, не содержит результатов научных работ, выполненных в соавторстве, без ссылок на соавторов.

Научная и практическая значимость работы. Научные результаты, полученные в рамках данной работы, позволяют глубже понять механизмы формирования магнитного геликоидального порядка в редкоземельных сверхрешетках, что будет способствовать развитию дальнейших исследований сверхрешеток Dy/Gd, которые могут быть использованы для создания новых материалов наноспинтроники.

Методология и методы исследования. В настоящей работе для исследования структуры и магнитных свойств пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd использовались методики, использующие рентгеновское, синхротронное и нейтронное рассеяние.

Кристаллическая структура сверхрешеток была определена с помощью рентгеновской рефлектометрии, дифракции высокого разрешения, картирования обратного пространства.

Магнитные свойства сверхрешеток определены с помощью низкотемпературной СКВИД – магнитометрии и рентгеновского магнитного кругового дихроизма.

Микроскопическая магнитная структура сверхрешеток была определена рефлектометрией поляризованных нейтронов.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Экспериментальное доказательство подавления фазового перехода Dy из антиферромагнитной в ферромагнитную фазу в серии сверхрешеток

(0001)Dy/Gd с толщинами слоев Dy и Gd от 15 до 180 Å, в температурном интервале 10 — 170 К, в внешнем магнитном поле 100 Э.

2. Экспериментальное доказательство формирования когерентного веерного магнитного упорядочения магнитных моментов в слоях Dy в сверхрешетках (0001)Dy/Gd, в температурном интервале 10 — 170 К, в внешнем магнитном поле 100 Э.
3. Экспериментальное доказательство формирования в сверхрешетках Dy/Gd упорядочения магнитных моментов Gd вдоль направления [0001].

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач для экспериментальных исследований совместно с научным руководителем д.ф.-м.н. Е. А. Кравцовым. Автор лично провел исследования сверхрешеток Dy/Gd с различными толщинами редкоземельных металлов, используя методы рентгеновской рефлектометрии, дифракции высокого разрешения и картирования обратного пространства. Автор лично выполнил анализ рефлектометрии поляризованных нейтронов и магнитного кругового дихроизма. Результаты, изложенные в диссертации, получены автором в кооперации с сотрудниками лаборатории квантовой наноспинтроники, лаборатории электрических явлений ИФМ УрО РАН, центра коллективного пользования ИФМ УрО РАН; а также ведущих научных центров Германии (BESSY-II, центр Гельмгольца, г. Берлин и N-REX (FRM-II), г. Гархинг). Результаты исследований неоднократно докладывались автором на всероссийских и международных конференциях. Совместно с руководителем д.ф.-м.н. Кравцовым Е.А. автор готовил статьи и тезисы докладов к публикации.

Достоверность результатов обеспечивается использованием аттестованных образцов и апробированных методик экспериментальных исследований, проведением экспериментов с соблюдением идентичности экспериментальных условий. Полученные результаты хорошо согласуются с результатами, опубликованными ранее.

Апробация работы.

Результаты работы были представлены на конференциях: Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС-17 (Россия, Екатеринбург, 2017); Moscow International Symposium on Magnetism MISM-2017 (Россия, Москва, 2017); Международная конференция по применению эффекта Мессбауэра ICAME 2017 (Россия, Санкт-Петербург, 2017), XXI международный симпозиум «Наноп физика и наноэлектроника» (Россия, Ниж-

ний Новгород, 2017), Европейская встреча пользователей XFEL, DESY 2018 (Германия, Гамбург, 2018).

Публикации. Основные результаты по теме диссертации изложены в 8 печатных изданиях, 3 из которых изданы в журналах, включённых в Перечень ВАК и индексируемых в Web of Science, 5 — в тезисах докладов.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка сокращений и условных обозначений и списка литературы. Полный объём диссертации составляет 107 страниц, включая 74 рисунка и 4 таблицы. Список литературы содержит 102 наименования.

1 Литературный обзор

1.1 Важнейшие особенности редкоземельных металлов

В последнее время за счет активного исследования большого количества соединений и сплавов, образованных на основе редкоземельных металлов, физика магнитных явлений получила мотивацию для своего развития. В основном это было связано с тем, что было открыто огромное число различных магнитных упорядочений в материалах, содержащих редкоземельные металлы. Разработка методов очистки металлов редкоземельной группы, упростило их получение, а также позволило синтезировать соединения на их основе [4; 5], в которых впоследствии были обнаружены ферромагнитные, антиферромагнитные, ферримагнитные, а также различные виды геликоидального упорядочения. [6—8]. Современный рост исследований на данную тему объясняется необходимостью получения более широкого ряда новейших материалов для практического применения в технике и наноэлектронике. Особенностью металлов таких как Dy и Gd являются большие значения магнитных моментов редкоземельных атомов [9; 10]. Возможности по получению экстремальных значений магнитных параметров, таких как индукция насыщения, коэрцитивная сила, магнитострикция, открываются при изучении РЗМ и их композиций с другими элементами. Объемные магнитные свойства РЗМ могут кардинально изменяться с использованием их в синтезированных сверхрешетках. Одним из примеров такого изменения может быть эффект подавления ферромагнитной фазы в слоях Dy толщиной $\approx 15\text{\AA}$ [3; 11], но как описано авторами приведенных работ, эффект подавления ферромагнитной фазы не наблюдается у образцов с толщиной Dy более 15\AA . Исследование магнитных особенностей РЗ металлов, список которых, как было отмечено ранее, весьма широк, повлияло на развитие фундаментальной теории магнетизма, многократно расширив ее. Было отмечено, что многие магнитные свойства РЗМ обусловлены спецификой электронной структуры ионов редких земель и энергетического спектра проводимости [12]. В РЗМ, таких как Dy и Gd, можно провести четкое деление электронов на локализованные электроны и электроны проводимости. Описание магнитных упорядочений, возникающих в такого рода металлах требует введения другого рода моделей, в отличие от 3-*d* элементов. В РЗМ система электронов

проводимости связана с системой $4-f$ локализованных электронов посредством $s-f$ обменного взаимодействия [13]. Одной из важнейших особенностей данных металлов является наличие модулированных магнитных упорядочений, которые непосредственно зависят от поверхности ферми.

1.2 Кристаллическая и электронная структура Dy и Gd

Объемные диспрозий и гадолиний кристаллизуются в ГПУ-фазу. Элементарная ячейка у данных элементов имеет ось симметрии 6-ого порядка (ось c или $[0001]$). В базисной плоскости расположен центральный атом, окруженный шестью соседними атомами, вместе они образуют равносторонний шестиугольник, который является плоскостью А. Далее в направлении $[0001]$ на расстоянии равном половине кристаллической константы находится следующая плоскость В, которая состоит из атомов, которые находятся в центрах проекций непересекающихся треугольников плоскости А. Как видно на рисунке 1.1, чередование плоскостей АВАВА образует гексагональную плотноупакованную структуру – ГПУ. Параметры кристаллической структуры показаны в таблице 1.

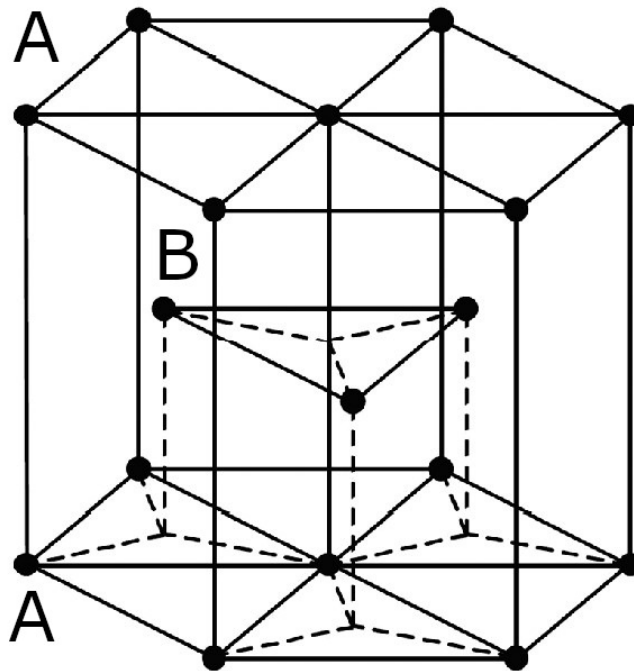


Рисунок 1.1 — Схематическое изображение ГПУ структуры Dy и Gd.

Таблица 1 — Параметры Dy и Gd

Название	Структура	a , пм	c/a	Плотность, г/см ³
Dy	ГПУ	359.3	1.57	8.57
Gd	ГПУ	363.4	1.59	7.87

Как видно из таблицы 1, параметры кристаллической решетки у диспрозия и гадолиния очень близки. Магнитные особенности РЗМ непосредственно связаны с их кристаллической структурой. В работах [14; 15] изучалось влияние магнитного упорядочения на температурную зависимость параметров кристаллической решетки. Было обнаружено, что возникновение геликоидального магнитного упорядочения возможно только при сохранении отношения констант кристаллических решеток c/a . При изменении температуры, обменные интегралы ферромагнитной и геликоидальной фазы могут также меняться, приводя к смене магнитного состояния системы.

Для детального понимания магнитных превращений в РЗМ требуется рассмотреть их электронную структуру. Ниже приведена таблица 2 квантово-механических характеристик и температур фазовых магнитных переходов РЗМ Dy и Gd. L, S, J – орбитальный, спиновый и полный механический момент: g – фактор, который определяется из формулы 1.1

$$g = 1 + \frac{J(J + 1) + S(S + 1) - L(L + 1)}{2J(J + 1)}. \quad (1.1)$$

У Gd оболочка $4f$ -электронов заполнена наполовину - $L = 0$, это примечательно тем, что в данном состоянии электронная оболочка выглядит как сфера. Такая конфигурация меньше взаимодействует с электрическими полями, поэтому Gd и его сплавы имеют меньшую магнитную анизотропию, чем другие РЗМ. Существенным фактом является то, что $4f$ -подоболочка является незаполненной для большинства РЗМ, это приводит к появлению некомпенсированного спинового и орбитального моментов. В работе [16] методом Хартри – Фока было найдено радиальное распределение электронной плотности различных оболочек электронов. $4f$ -подоболочка, ответственная за магнетизм в РЗМ, как видно из рисунка 1.2, находится глубоко внутри всей электронной системы. Снаружи расположены заполненные $5s$ -, $5p$ - оболочки. Намного дальше располагаются коллективизированные $6s$ - электроны, которые образуют полосу проводимости и отвечают за химические связи (таблица 2.). Энергетическое состояние внутренней оболочки

$4f$ –электронов остается стабильным, в то время как взаимодействия между соседними атомами в кристаллической решетке проходят через внешние оболочки электронов. В этом кроется одна из важнейших особенностей РЗМ. Магнитный момент РЗМ формируется из спинового и орбитального моментов, в то время как у $3d$ -металлов проявляется ”замораживание” орбитального момента за счет влияния кристаллического поля [13; 17]. Энергия кристаллического поля превосходит энергию спин-орбитального взаимодействия, вследствие чего орбитальный момент не формирует магнитный момент. Это сильно отличает РЗМ от $3d$ - металлов.

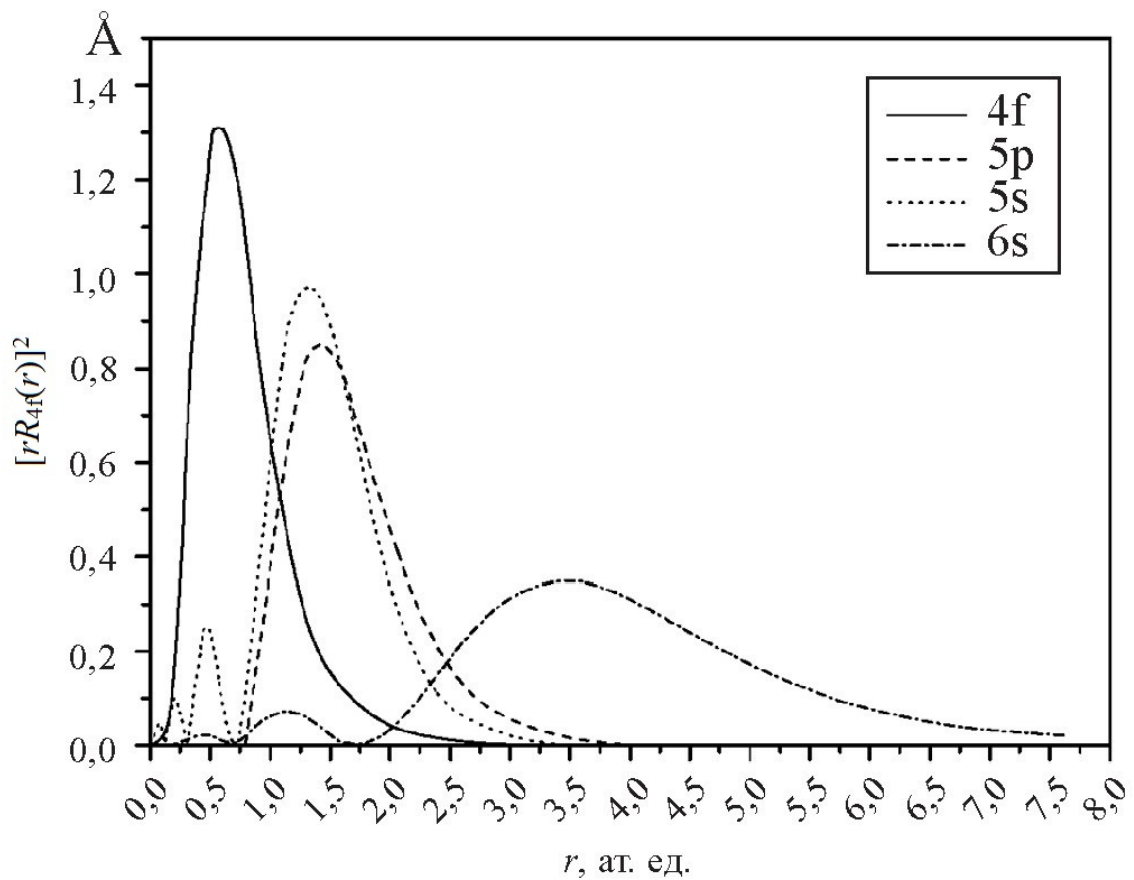


Рисунок 1.2 — Радиальное распределение плотности заряда по Хартри-Фоку для $4f$ -, $5s$ -, $5p$ -, $6s$ - электронов иона Gd^{+3} [16].

Таблица 2 — Квантово-механические характеристики и температуры фазовых магнитных переходов Dy и Gd

Название	Gd	Dy
Число 4f-электронов	7	9
S	7/2	5/2
L	0	5
J	7/2	15/2
g	2	4/3
gJ	7	10
T_N	—	178
T_C	293	85

1.3 Магнитные свойства объемных Dy и Gd

1.3.1 Основные типы модулированных структур

Экспериментальные сведения о длиннопериодических, или модулированных, магнитных структурах были получены из данных нейтронографии [18]. Первая магнитная структура — простая спираль SS была открыта в $MnAu_2$ в 1961 году [19]. Вслед за ней в других веществах были обнаружены структуры типа продольной волны спиновой плотности LSW и поперечной волны спиновой плотности TSW [18]. Данные структуры с их разновидностями образуют особый класс, который можно рассматривать как длиннопериодическую модуляцию простых магнитных структур - ферро- или антиферромагнитных. Период модуляции может изменяться с температурой, принимая несоизмеримые значения с периодом кристаллической решетки, поэтому длиннопериодические структуры также называются несоизмеримыми.

Кроме вышеперечисленных типов модулированных структур, существуют: скошенная спираль \widetilde{SS} , ферромагнитная спираль FS и веерная структура FAN , которая возникает в магнитном поле. На рисунке 1.3 схематически изображены данные структуры. Стрелки указывают направление магнитных моментов атомов, лежащих на атомных плоскостях, перпендикулярных направлению модуляции, где все атомные спины упорядочены коллинеарно; изменение их ориентации

происходит при переходе от одной плоскости к другой, причем во всех перечисленных структурах разность фаз для двух соседних плоскостей постоянна.

Спиральную структуру удобно характеризовать вектором спирали \mathbf{m} , направленным перпендикулярно плоскости вращения спинов. Если \mathbf{m} коллинеарен направлению модуляции, имеем структуру SS ; если же эти два вектора не коллинеарны, имеем структуру \widetilde{SS} . Веерная структура может появиться в кристалле со структурой SS , в магнитном поле, приложенном в плоскости расположения магнитных моментов.

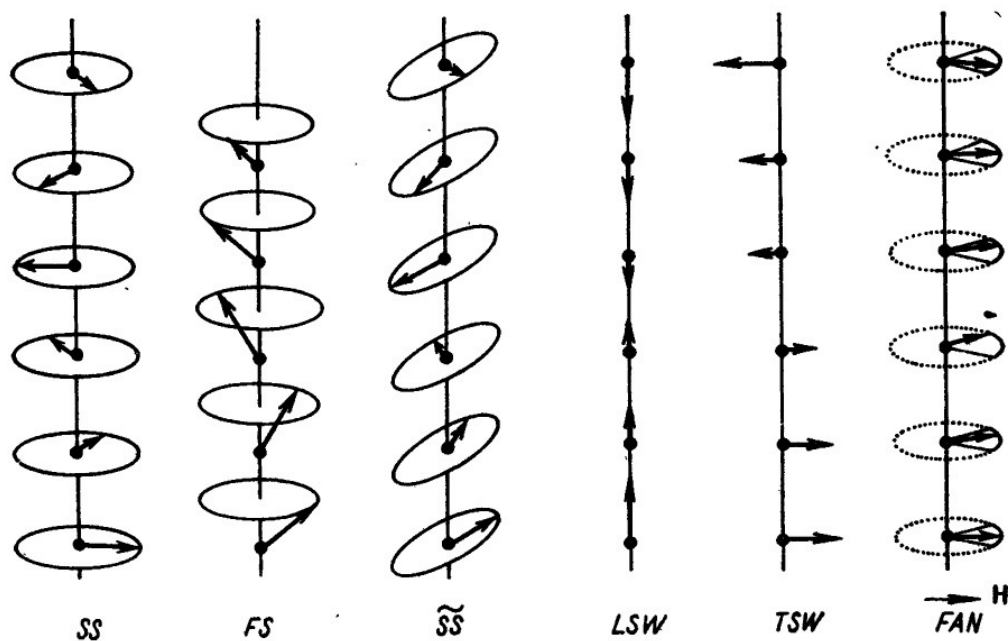


Рисунок 1.3 — Основные типы модулированных магнитных структур [18].

1.3.2 Модулированные магнитные структуры в редкоземельных металлах

В объемных РЗМ обнаружены следующие модулированные магнитные структуры:

1. Геликоидальное спиновое упорядочение, в котором атомные магнитные моменты параллельны друг другу в базовых плоскостях ГПУ структуры и имеют постоянный угол поворота от слоя к слою — SS (Dy, Tb, Ho).
2. Геликоидальная магнитная фаза, комбинированная с ферромагнитной фазой, образующая коническую магнитную спираль — FS (Er, Ho).

3. Модулированный магнитный момент, лежащий вдоль оси c , без наличия порядка в базовой плоскости — LSW (Er при $T > 53$ K).
4. Комбинация магнитного момента, модулированного синусоидой или меандром с спиральным порядком в базовой плоскости — $LSW + SS$ (Er при $T > 19$ K)
5. Ферромагнитное упорядочение (Tm)
6. Ориентированное аксиальной анизотропией ферромагнитное упорядочение, находящееся в базовой плоскости, направленное вдоль оси c , либо ориентированное под каким-либо средним углом. (Gd)

На рисунке 1.4 можно видеть изображение вышеописанных состояний характерных для РЗМ.

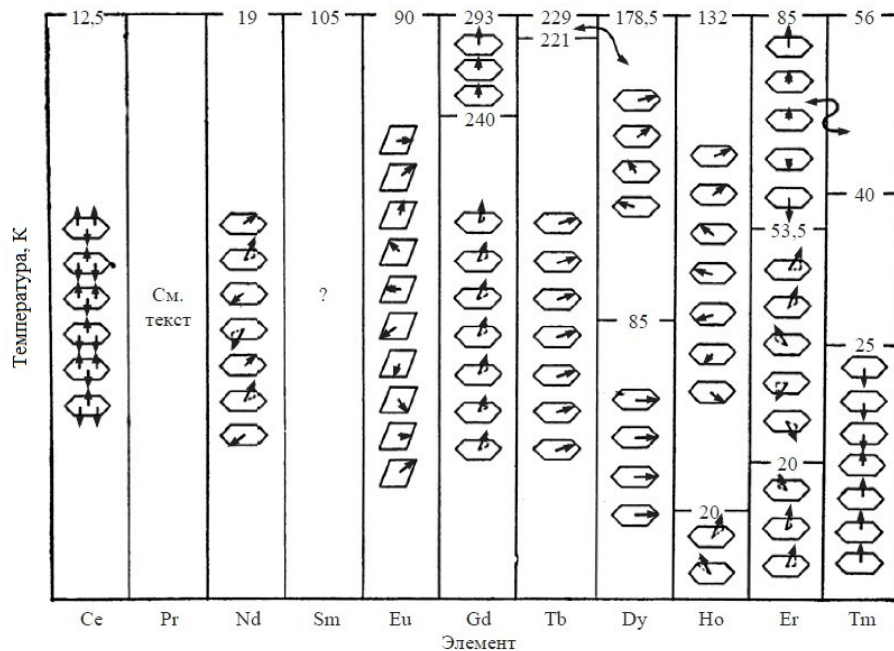


Рисунок 1.4 — Типы и температурные интервалы существования магнитных структур в РЗМ [20].

Применение таких методик, как нейтронная дифрактометрия и измерения намагниченности позволило получить информацию о магнитной структуре РЗМ. Тяжелые редкоземельные металлы Dy и Gd имеют большие значения атомных магнитных моментов — $10.33\mu_B$ и $7.55\mu_B$, соответственно [20]. Существование ферромагнитного порядка или же одного из сложных неколлинеарных периодических упорядочений в данных металлах определяется минимумом свободной энергии для конкретной температуры и внешнего магнитного поля, если такое

имеется. Выражение для свободной энергии может быть получено из гамильтониана (1.2).

$$H = H_{ex} + H_{cf} + H_{me} + H_{af}. \quad (1.2)$$

H_{ex} — гамильтониан обменного взаимодействия, H_{cf} — гамильтониан термина кристаллического поля, H_{me} — гамильтониан магнитоупругой энергии, H_{af} — гамильтониан энергии внешнего магнитного поля.

Гадолиний проявляет себя как ферромагнетик ниже $T_c = 293$ К. При понижении температуры ниже 240 К происходит отклонение ориентации магнитного момента от c -оси на некоторый угол, величина которого увеличивается при дальнейшем понижении температуры. На рисунке 1.5 изображен график изменения угла отклонения магнитного момента гадолиния от оси c ГПУ решетки в зависимости от температуры. В исследованиях [21; 22] было показано, что максимальное отклонение магнитного момента гадолиния — 65° происходит при температуре $T = 180$ К. В работе [23] методом нейтронной дифракции было также показано, что Gd переходит в ферромагнитное состояние ниже T_C и направление магнитного момента зависит от температуры.

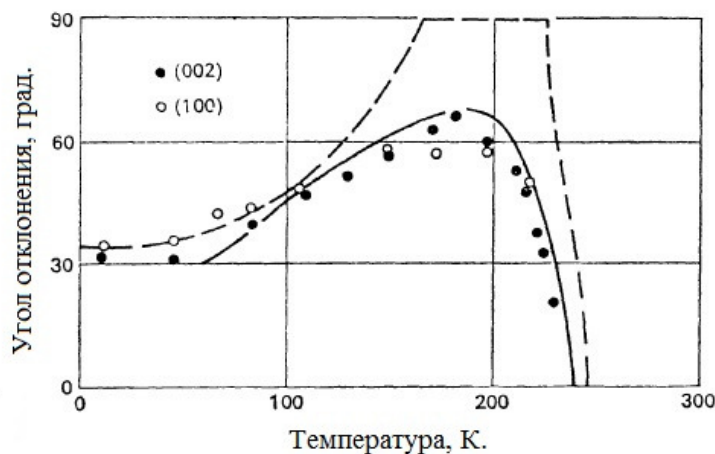


Рисунок 1.5 — Изменение угла отклонения магнитного момента гадолиния от оси c ГПУ решетки Gd в зависимости от температуры [21; 22].

Гадолиний — единственный металл из серии РЗМ, у которого отсутствует орбитальный момент ($L = 0$). Этот металл проявляет себя как типичный анизотропный ферромагнетик и имеет ряд особенностей, связанных с магнитной анизотропией при низких температурах. На рисунке 1.6 показана температурная

зависимость намагниченности вдоль оси b , которая может быть описана функцией Бриллюэна [24]. T^2 зависимость намагниченности насыщения в области T от 0 до 150 К объясняется моделью спиновых волн [25]. Намагниченность насыщения 268.2 ед/г, соответствующая $7.55\mu_B$, при $T = 0$ К является наименьшей среди РЗМ из-за S -состояния иона. Теоретическое значение равно $7.0\mu_B$, что меньше на половину μ_B от экспериментального значения. Расхождение связано с поляризацией электронов проводимости [20].

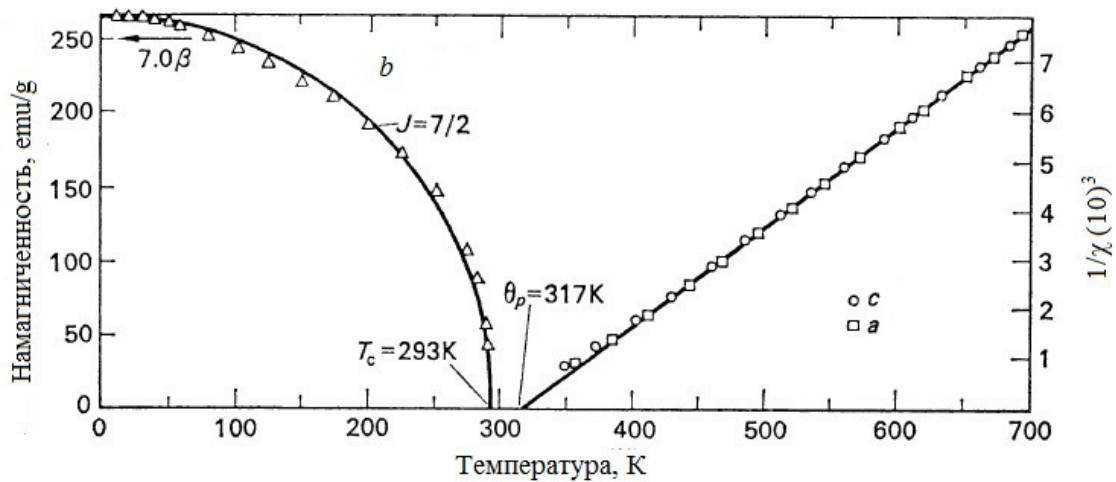


Рисунок 1.6 — Зависимость спонтанного магнитного момента и обратной магнитной восприимчивости в Gd [26]

Магнитная структура диспрозия является спиральной ниже температуры Нееля ($T_N = 178.5$ К) до примерно 90 К, где начинаются ее изменения [27]. В узком интервале температур примерно от 178 К до 87 К угол поворота магнитного момента от монослоя к монослою в спиральной структуре меняется от 43.2° при температуре $T_N = 178.5$ К до 26.5° , при температуре когда начинает образовываться ферромагнитный порядок ($T_C = 85$ К), как показано на рисунке 1.7.

Рисунок 1.8 показывает процесс перехода диспрозия из антиферромагнитной в ферромагнитную фазу. Переход диспрозия в ферромагнитную фазу возможен и при температуре больше чем 85 К с приложением внешнего магнитного поля в базовой плоскости. Критическое поле меняется линейно от 0 при $T_C = 85$ К и до 11 кЭ при $T = 160$ К, как показано на рисунке 1.9 [29; 30]. Выше 135 К магнитное упорядочение начинает переходить из геликоидального в ферромагнитное, это приводит к возникновению ”веерных фаз”, зависящих от внешнего магнитного поля [31; 32]. Векторы магнитного момента осциллируют

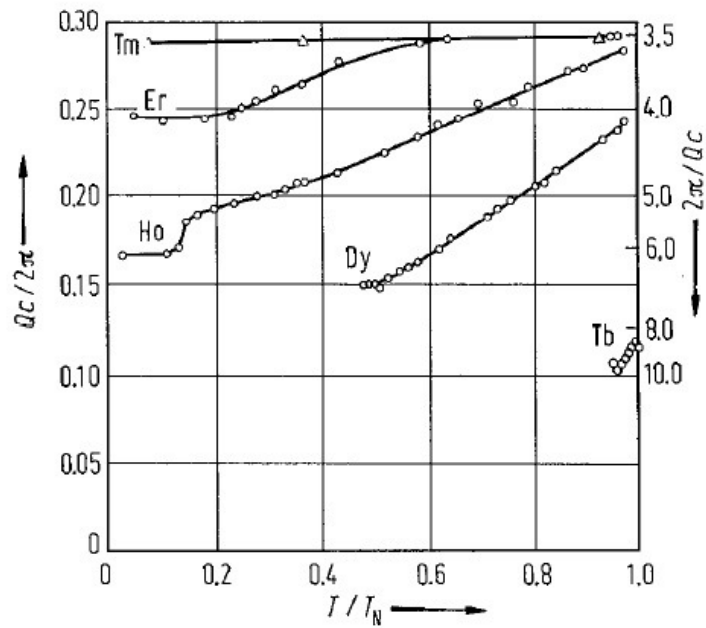
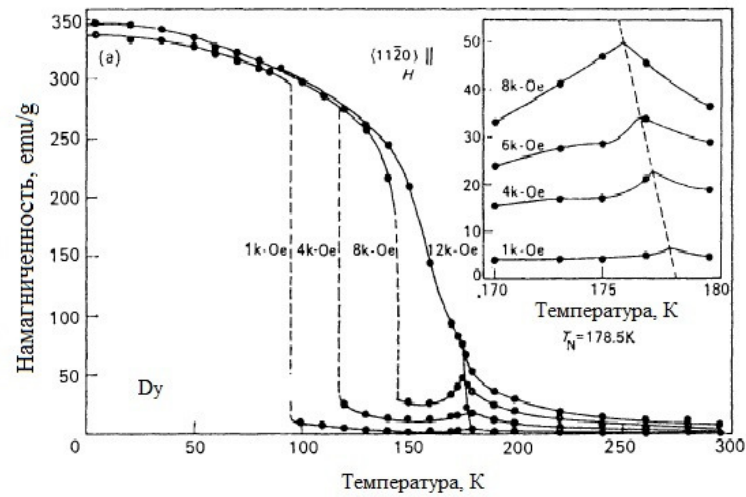
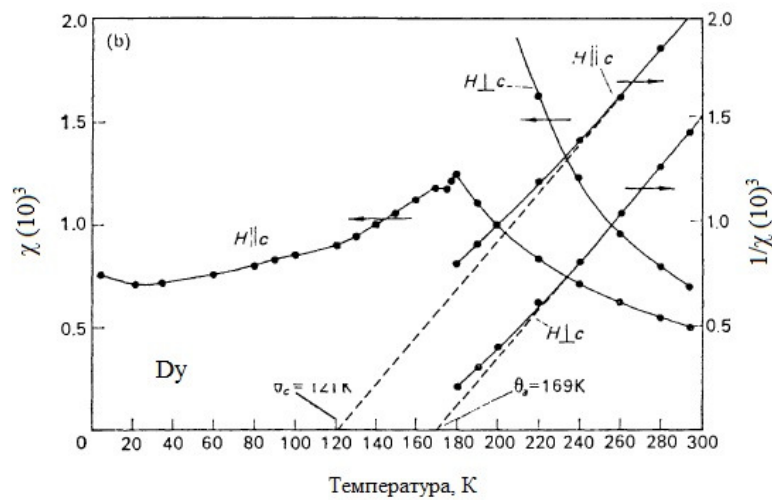


Рисунок 1.7 — Зависимость угла поворота магнитной спирали Dy от температуры. [28].

вокруг направления внешнего магнитного поля от слоя к слою. Процесс можно описать формулой $\theta_n = B \sin kz$, где z - вектор, параллельный направлению $[000\bar{1}]$, B -вектор магнитного поля. "Веерная" магнитная структура в присутствии гексагональной анизотропии по-видимому является ответственной за сдвиг относительно закона Кюри-Вейса в направлении "легкой" оси ГПУ решетки (легкая ось определяется направлением, где был получен максимальный магнитный момент во внешнем магнитном поле) от $[11\bar{2}0]$ до $[10\bar{1}0]$, что наблюдалось выше 130 К [33].



а)



б)

Рисунок 1.8 — На рисунке а показаны магнитные данные перехода Dy из антиферромагнитного спирального состояния в ферромагнитное состояние, критическая температура соответствует приложенным полям. Рисунок вставка показывает зависимость вблизи $T_N = 178.5$ К. На рисунке б изображена магнитная восприимчивость (прямая и обратная) для внешних магнитных полей, приложенных параллельно и перпендикулярно оси c . Малое значение магнитной восприимчивости ниже T_N для поля, параллельного оси c , отражает возникновение двумерного магнитного порядка, связанного с аксиальной анизотропией [20].

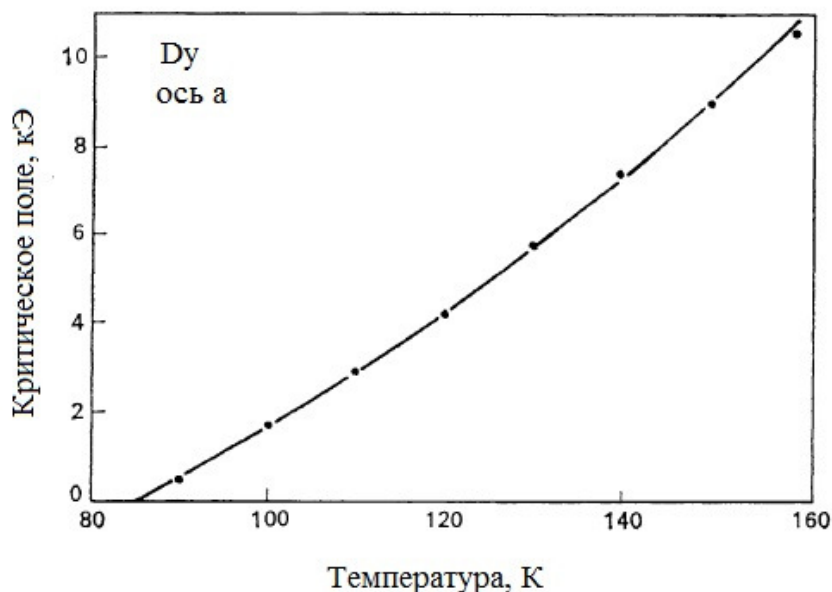


Рисунок 1.9 — Зависимость магнитного критического поля от температуры. Критическое поле - магнитное поле, при котором происходит переход из геликоидальной антиферромагнитной фазы в ферромагнитную фазу. [20].

1.4 Магнитные упорядочения в сверхрешетках Dy/Gd

Магнитные свойства объемных РЗМ, в частности Gd и Dy, характеризуются большим числом различных магнитных упорядочений. Данные магнитные фазы зависят от величины и направления внешнего магнитного поля, а также от температуры. Использование РЗМ в металлических сверхрешетках расширяет список магнитных структур, которые можно получить в данных образцах. Анализ множества уникальных магнитных эффектов, характерных только для сверхрешеток с искусственной периодичностью металлических слоев, был показан в работах [3; 11]. Металлические сверхрешетки на основе РЗМ (Dy, Gd) по сей день остаются слабоизученными. Основные их свойства можно найти в обзоре сделанном в 1991 году [34], где описаны различного рода магнитные фазы, которые зависят от толщины используемых слоев Dy и Gd.

Также в работах [35—40] изучались магнитные свойства редкоземельных сверхрешеток на основе металлов Y, Gd, Dy. Теоретические работы предсказали целый ряд магнитных фаз, возможных в таких слоистых системах. Характерные магнитные упорядочения, о которых пойдет речь в данной главе, могут появляться

в результате конкуренции между энергией обменного взаимодействия и Зеемановской энергией [41; 42].

Также были синтезированы образцы на основе геликоидальных магнетиков (Ho, Dy), комбинированные с Y. В работе [43] изучались магнитные свойства сверхрешеток Dy/Y и Ho/Y методом дифракции поляризованных нейтронов, где авторы наблюдали различные магнитные упорядочения, характерные только для таких типов сверхрешеток. Также стоит отметить важный момент, что в работах [3; 34; 43] помимо изучения вышеизложенных систем приводятся экспериментальные и теоретические исследования сверхрешеток, имеющих в составе два РЗ металла с различными магнитными свойствами, один из которых имеет геликоидальное магнитное упорядочение в диапазоне от T_C до T_N (Dy), а второй является типичным ферромагнетиком ниже T_C (Gd). Комбинация двух РЗМ с различной магнитной структурой приводит к возникновению сложных магнитных фаз, которые стали объектом изучения в настоящей диссертационной работе.

В работе [3] авторы приводят примеры модулированных магнитных упорядочений в сверхрешетках Dy/Gd, макроскопические магнитные свойства которых зависят от толщин используемых слоев, температуры и величины внешнего магнитного поля. Авторами было показано, что небольшие изменения в конфигурации слоев в образцах ведут к значительным изменениям в магнитной структуре сверхрешеток. В сверхрешетках Dy/Gd были замечены эффекты, которые могут быть связаны с влиянием интерфейсов и коллективных эффектов, присущих сверхрешеткам. Авторы использовали теоретическую модель, которая описывает поведение кривых намагничивания, измеренных методом СКВИД магнитометрии, различных сверхрешеток с разными комбинациями толщин Dy и Gd в системе. Теоретическое рассмотрение представляет собой эффективный гамильтониан (1.3) обмена между спинами S_i в соседних слоях, рассмотрение бра-лось до второго соседнего слоя [44].

$$\mathcal{H} = - \sum_i \sum_{n=0,\pm 1,\pm 2} 2A_n S_i \cdot S_{i+n} - \sum_i g_i \mu_B \mathbf{H} \cdot S_i \quad (1.3)$$

Второй член (1.3) является Зеемановской энергией, обусловленной внешним магнитным полем \mathbf{H} , направленным вдоль оси z . g_i — g -фактор спинов Gd и Dy. Для Gd использовались параметры $S = 7/2$, $g_i = 2$, $A_0 = A_2 = 0$, $A_1/k = 13.8$ (только взаимодействие соседних слоев). Для Dy были взяты параметры $S = 5/2$,

$g_i = 4$, $A_0/k = 24$, $A_1/k = 44$. A — параметры обмена, которые приводятся авторами в градусах К [44]. Авторы также описывали эффект подавления перехода Dy в ферромагнитную фазу [11; 36; 37; 39].

На основе теоретической обработки графиков температурной зависимости намагниченности образцов $M(T)$ в сверхрешетках Dy/Gd были обнаружены магнитные фазы, показанные на рисунке 1.10.

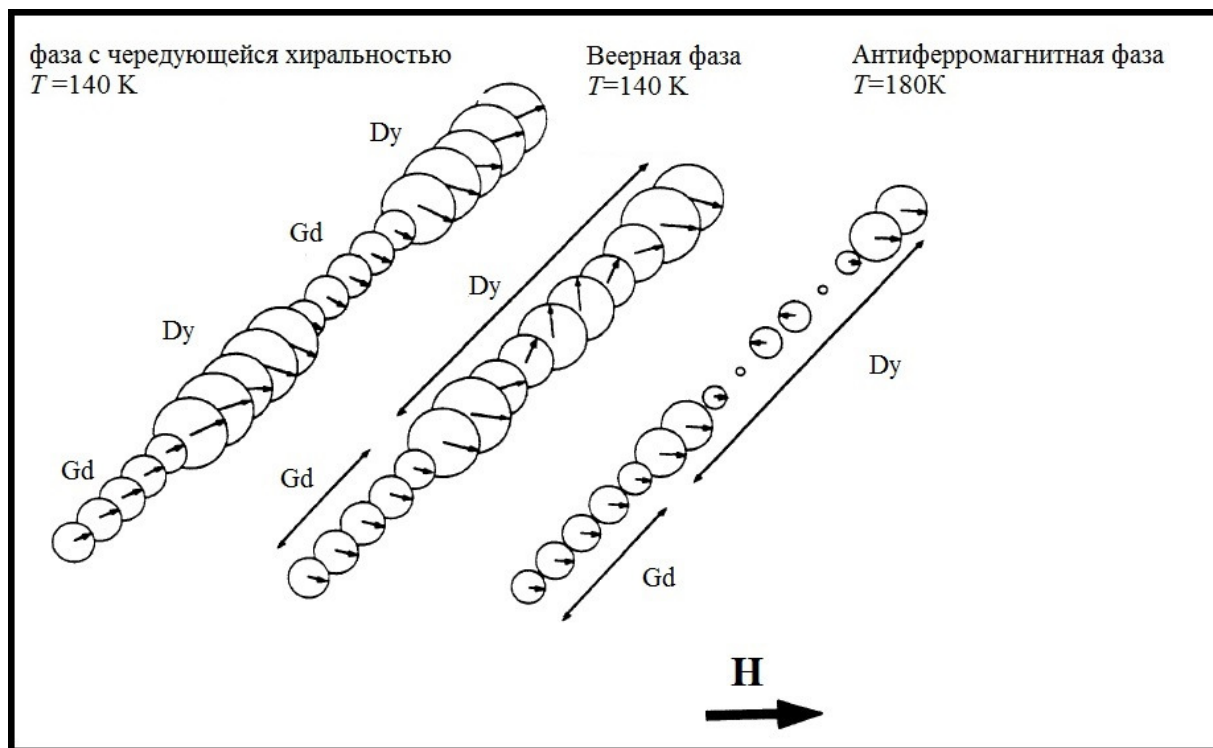


Рисунок 1.10 — Магнитные фазы, возникающие в сверхрешетках Dy/Gd при различных температурах, внешних магнитных полях и толщинах металлических слоев внутри системы [3].

Фаза с чередующейся хиральностью интересна тем, что магнитный период в сверхрешетке равен двум химическим периодам. Как оказалось, это легко обнаружить методом дифракции поляризованных нейтронов. В работе [43] данным методом авторы в 1988г. наблюдали некоторые из вышеописанных магнитных фаз в сверхрешетках Dy/Gd. Было показано, что при температурах ниже 200 К; в образцах с толщиной Dy 10 моноатомных слоев и Gd 5 моноатомных слоев, что примерно равно 30 Å и 15 Å, соответственно; во внешнем магнитном поле величиной 100 Э возможно образование "суперспирального" магнитного упорядочения с ферромагнитными слоями Gd и геликоидальными слоями Dy, которые распространяются когерентно по всей сверхрешетке. Важной особенностью является то, что магнитный период повторяется от слоя к слою во всей сверхрешетке.

Подобного рода когерентные магнитные упорядочения наблюдали в сверхрешетках Tb/Ho [45], Gd/Ho [46], Dy/Ho [47], а также в сверхрешетках на основе таких металлов как: Pr, Sc, Er [48—50].

Особое внимание заслуживает работа [43], в которой был проведен полный поляризационный анализ методом дифракции поляризованных нейтронов сверхрешеток Dy/Gd. На рисунке 1.11 изображены профили для рассеяния ++, --, и +- (SF) [51] компонент вдоль (0002) во внешнем магнитном поле 100 Э. Поле прикладывалось перпендикулярно направлениям $[000l]$ и $[h000]$, которые определяют плоскость отражения. В то время как неполяризованные дифрактограммы (рисунок 1.11 а) для двух температур не показывают особой разницы. Компоненты -- (b), ++ (c), +- (d) для двух температур сильно отличаются, что говорит о значительных изменениях в магнитной структуре.

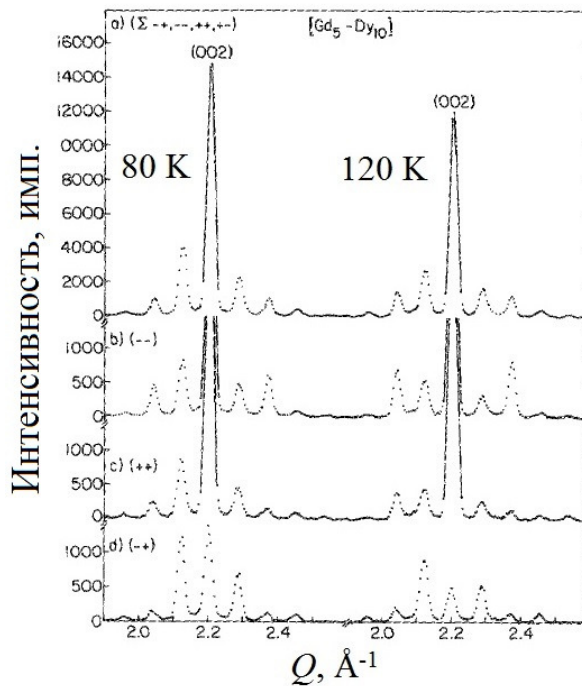


Рисунок 1.11 — Профили для сверхрешетки Dy_{10}/Gd_5 при двух температурах — 120 и 80 К; (a) - интегральная сумма всех компонент, (b), (c), (d) - поляризованные компоненты [43].

Из нейтронных данных видно, что не только конфигурация спиновых компонент, перпендикулярных направлению внешнего магнитного поля — SF имеет удвоенную по отношению к химической магнитную ячейку, но и компоненты, параллельные внешнему магнитному полю (-- и ++). Из обработки данных авторы получили модель, в которой соседние ферромагнитные слои Gd направлены под прямым углом друг относительно друга, а слои Dy ориентируются в

модулированную магнитную геликоиду. На границах слои Dy упорядочиваются ферромагнитно из-за интерфейсных эффектов, а ближе к центру слоя моменты поворачиваются на максимальный угол, который близок к соответствующим значениям, полученным в объемных материалах. Магнитные моменты для Gd и Dy были определены авторами как $6 \mu_B$ и $9 \mu_B$ соответственно. Было обнаружено, что магнитный момент Gd лежит вдоль оси c под углом в 40° , а в слоях Dy магнитный момент в центре слоя разворачивается на 90° в базовой плоскости, перпендикулярной оси c . Для того, чтобы полностью упорядочить систему ферромагнитно, необходимо приложить поле 6 кЭ при температуре 80 К , которое повернет магнитные моменты перпендикулярно направлениям $[000l]$ и $[h000]$ вдоль направления магнитного поля. Предыдущие теоретические исследования магнитных состояний, ожидаемых в сверхрешетках, синтезированных на основе ферромагнитных и антиферромагнитных металлов [41; 52] позволили сделать предположение о том, что возможны коллинеарные ферромагнитные и антиферромагнитные состояния в нулевом магнитном поле. Основываясь на модели локализованного спина с обменным взаимодействием близлежащих соседних слоев, которая также учитывала аксиальную анизотропию, авторы предсказали существование большого количества переходов к более сложным магнитным состояниям, включающим в себя фазы с чередующейся хиральностью с удвоенной магнитной ячейкой, реализующейся в сверхрешетках Dy/Gd. Исследования начатые в середине 80-х годов подтолкнули ученых со всего мира к расширению теории РККИ взаимодействия, для ее применения в отношении таких сверхрешеток как Dy/Gd и других образцов, в состав которых входит комбинация ферромагнитного и антиферромагнитного металла.

Несмотря на то, что объемные магнитные и атомные свойства редкоземельных металлов были широко исследованы, область сверхрешеток на основе Dy и Gd остается малоизученной. Реализация нетривиальных магнитных геликоидальных упорядочений, а также их уникальных модулированных магнитных структур, которые свойственны только для искусственных сверхрешеток, представляет большой интерес в изучении данных систем. Целью настоящей работы было подробное исследование магнитных структур, которые проявляются в сверхрешетках Dy/Gd, анализ корреляции магнитных свойств с атомной структурой сверхрешеток Dy/Gd.

2 Экспериментальные методики

Приведенные в данной главе экспериментальные методы использовались в настоящей работе для изучения кристаллической структуры и магнитных свойств сверхрешеток Dy/Gd. В главе приводится описание принципов, на которых основываются экспериментальные методики, такие как рентгеновская и нейтронная рефлектометрия, рентгеновская дифракция и элементарно-чувствительная магнитометрия.

2.1 Рентгеновские методы исследования структурных свойств пленок и сверхрешеток

Для реализации сложных модулированных магнитных структур в редкоземельных сверхрешетках и нанослоях, важно высокое качество кристаллической структуры, которая характеризуется непосредственно атомной структурой. В сверхрешетках помимо высокого качества кристаллической структуры важную роль играет качество межслойных границ (степень шероховатости интерфейсов, корреляционная длина) [53; 54]. Рентгеновская дифракция и рефлектометрия высокого разрешения являются наиболее популярными методиками для структурной характеристики слоистых образцов и пленок. Суть данных методик заключается в анализе дифракционных профилей, которые возникают в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов образца, который находится в пучке рентгеновских фотонов. При рассеянии когерентного рентгеновского излучения от упорядоченных плоскостей возникают эффекты поглощения или усиления отраженных волн, которые напрямую зависят от фазового сдвига между ними. Кристалл является системой упорядоченных плоскостей, образованных системой атомов. Отражаясь от соседних плоскостей, рентгеновские лучи приобретают разность хода, которая и определяет вид закона Вульфа-Брегга (2.1) в прямом пространстве. Таким образом для каждого кристалла может быть получена его характерная дифрактограмма.

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

Здесь λ — длина волны излучения, d — межплоскостное расстояние, n — целое число. Если разность хода равна целому количеству волн, то тогда возникает конструктивная интерференция. Брегговское отражение - отражение в условиях, когда угол падающего излучения равен углу отраженного излучения.

Закон Вульфа-Брегга можно записать в обратном пространстве. В данной интерпретации волновой вектор обозначим как $|\mathbf{K}_0| = 1/\lambda$, вектор отраженный, который считывается детектором \mathbf{K}_H/λ , вместе они определяют вектор рассеяния $\mathbf{Q} = \mathbf{K}_H - \mathbf{K}_0$. Угол между \mathbf{K}_H и \mathbf{K}_0 будет равен 2θ , таким образом длина вектора \mathbf{Q} запишется как $|\mathbf{Q}| = 2 \sin \theta |\mathbf{K}_0|$. Вектор \mathbf{Q} эквивалентен межплоскостному расстоянию в обратном пространстве $d^*_{hkl} = \mathbf{Q}$, где $d^*_{hkl} = 1/d_{hkl}$. Тогда условие Брегга может быть записано как $|\mathbf{Q}| = 1/d$.

На рисунке 2.1 показана схема дифракционного эксперимента, когда центр гониометра совпадает с нужной областью кристалла, который необходимо исследовать. Условие Вульфа-Брегга удовлетворяется, когда конец вектора \mathbf{Q} совпадает с точкой в обратном пространстве. Конец вектора \mathbf{Q} имеет размер и форму, зависящую от распределения длины волны и угловой расходимости падающего пучка. Точка в обратном пространстве характеризуется дефектами кристаллической решетки и размерами кристалла. Для определения межплоскостного расстояния d используют координаты центра точки в обратном пространстве. Формы дифракционного пика несет информацию о микроскопической структуре.

Условие Вульфа-Брегга является основой для экспериментальных методов, используемых в данной работе, как для структурной характеристики (рентгеновская дифракция высокого разрешения и рефлектометрия), так и для исследования магнитной структуры (рефлектометрия поляризованных нейтронов). Рентгеновский структурный анализ является мощным инструментом в изучении различных материалов, в частности металлических сверхрешеток и тонких пленок.

Рентгеноструктурный анализ сверхрешеток Dy/Gd и пленок Dy, приведенный в диссертации, был выполнен на лабораторном дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2. Обработка результатов измерения была проведена в программах: PANalytical X'Pert Reflectivity, PANalytical X'Pert Epitaxy.

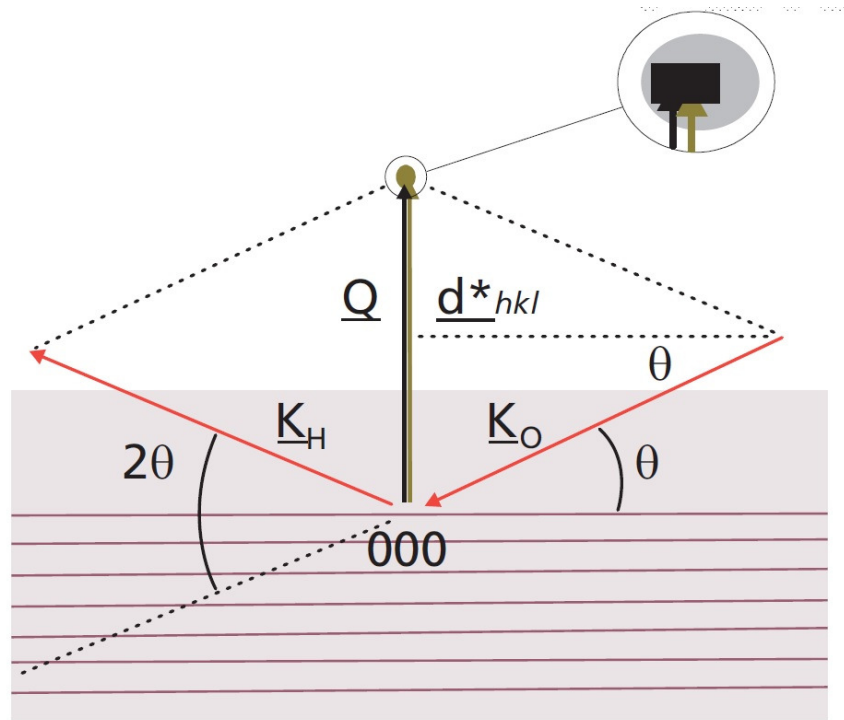


Рисунок 2.1 — Изображение закона Вульфа-Брегга в обратном пространстве.

2.1.1 Рентгеновская рефлектометрия

В начале выведем условие для конструктивной интерференции светового, рентгеновского или какого-либо другого излучения. Как видно из рисунка 2.2 условие будет записано в виде выражения $\Delta s = P(AD) - P(ABC) \cdot n_1$ или

$$\Delta s = 2d\sqrt{n_1^2 - \cos^2 \theta} = n\lambda, \quad (2.2)$$

где $n_1 \approx 1$ - показатель преломления. Используя тождество $1 = \cos^2(a) + \sin^2(a)$, получим условие Вульфа Брегга $\Delta s = 2d \cos \alpha = 2d \sin \theta = n\lambda$ (2.1).

Для вектора переноса момента $\vec{q} = \vec{k}' - \vec{k}_0$ получим

$$q_x = 0; \quad q_y = 0; \quad \frac{q_z/2}{k_0}. \quad (2.3)$$

Итак, если соединить уравнения 2.2 и 2.3, то получим уравнение Лауэ [55]

$$2d\frac{q_z/2}{k_0} = n\lambda \leftrightarrow q_z = k_0 n\lambda \frac{1}{d} = \frac{2\pi}{\lambda} n\lambda \frac{1}{d} = \frac{2\pi}{d}, \quad (2.4)$$

где вектор $q_z = 2\pi/d$. Сила интерференции зависит от амплитуды интерферирующих парциальных волн. Если одна из волн имеет незначительную амплитуду относительно другой, суммарная амплитуда будет слабо меняться как

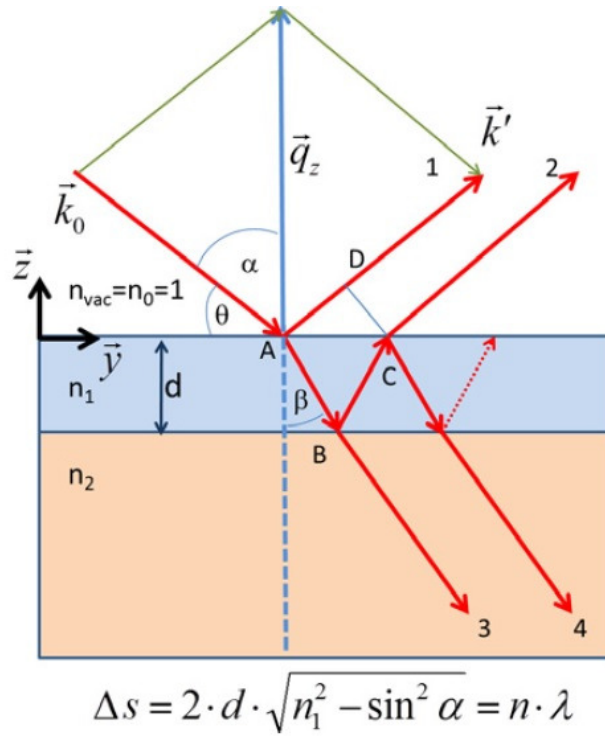


Рисунок 2.2 — Изображение закона Вульфа-Брегга в обратном пространстве.

функция угла падения. Поэтому необходимо знать абсолютные интенсивности интерферирующих волн. Известно, что интенсивность отраженной волны больше в случае ситуации, когда реализуется геометрия полного отражения, или же когда больше разница между коэффициентами преломления двух сред, через которые проходит излучение. Известно, что можно уменьшить нежелательные рефлексии с использованием линейного поляризатора. Отражение света зависит от поляризации излучения, зависимость для отраженного (r) и прошедшего (t) света была вычислена Френелем для двух степеней поляризации вектора электрического поля (E) параллельного - (π) и перпендикулярного - (σ) плоскости рассеяния вектора k для падающего и отраженного излучения [56; 57].

$$\begin{aligned}
 t_\sigma &= \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \beta} \\
 r_\sigma &= \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_1 \cos \alpha - n_2 \cos \beta}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \beta} \\
 t_\pi &= \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_2 \cos \alpha + n_1 \cos \beta} \\
 r_\pi &= \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_1 \cos \beta - n_2 \cos \alpha}{n_2 \cos \alpha + n_1 \cos \beta}
 \end{aligned} \tag{2.5}$$

Исходя из закона сохранения и обратимости оптического пути уравнения Френеля связаны правилами $r_{12} = -r_{21} = r$, $t_{12} = r + 1$ и $t_{21} = 1 - r$. Индексы

определяют два слоя и направление прохождения падающего света. Индексы t, r, i обозначают прошедшее, отраженное и падающее излучение. В правилах учитывается, что показатель преломления рентгеновского излучения $n = 1 - \delta + i\beta$ близок к 1, где δ -коэффициент рассеяния, $i\beta$ -мнимый коэффициент поглощения. Для примера на рисунке 2.3 приведена симуляция рефлектометрии для образцов, которые представляют собой слой Co различной толщины, выращенный на кремниевой подложке. Данная картина характерна для простой системы, в ситуации, когда экспериментальные условия близки к резонансным, и когда число слоев в системе значительно больше чем два, требуется усложнение существующей модели.

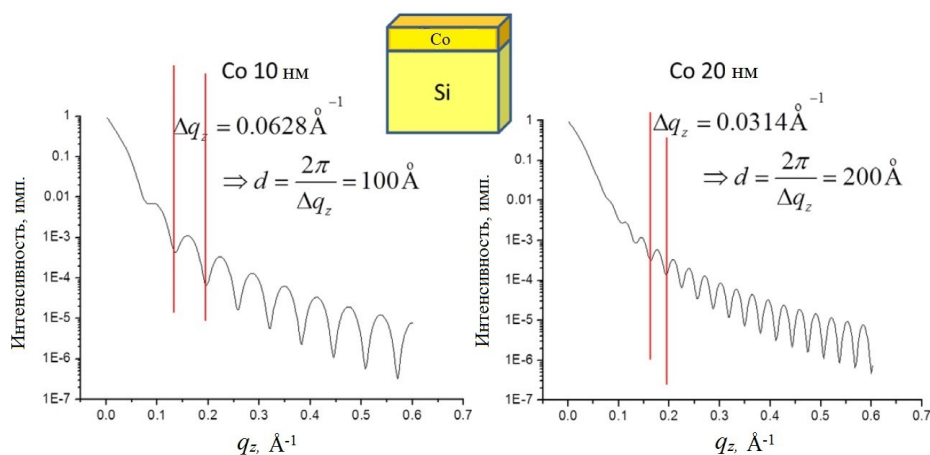


Рисунок 2.3 — Рефлектометрические графики, симулированные в программе ReMagX для Co/Si (энергия рентгеновских фотонов = 800эВ) для пленок толщиной 10 и 20 нм, [55].

Самые главные проблемы в модели, которая использует только коэффициенты Френеля и общие положения об интерференции заключаются:

1. Пучок рентгеновских фотонов может быть многократно переотражен, что ведет к комплексной интерференционной проблеме, как показано на рисунке 2.2 внутри слоя.
2. Вблизи резонансных энергий сильное влияние оказывают XMCD эффекты [58], так как поглощение может быть очень сильно. Таким образом необходим учет поляризационно-зависимого поглощения излучения.
3. Коэффициенты Френеля сильно уменьшаются в виду появления шероховатостей на интерфейсах.

Все эти факторы необходимо строго учитывать в модели, это повышает степень гибкости в исследовании, давая большие возможности ученым в изучении различных слоистых систем.

Многokrатное отражение рентгеновского излучения.

Для решения задачи многократного отражения пучка рентгеновских фотонов от интерфейсов в реальных системах было использовано рекурсивное соотношение для обоих поляризационных направлений, которое впервые в 1954 г. ввел Паррат [59]. Схема для многократного отражения показана на рисунке 2.4.

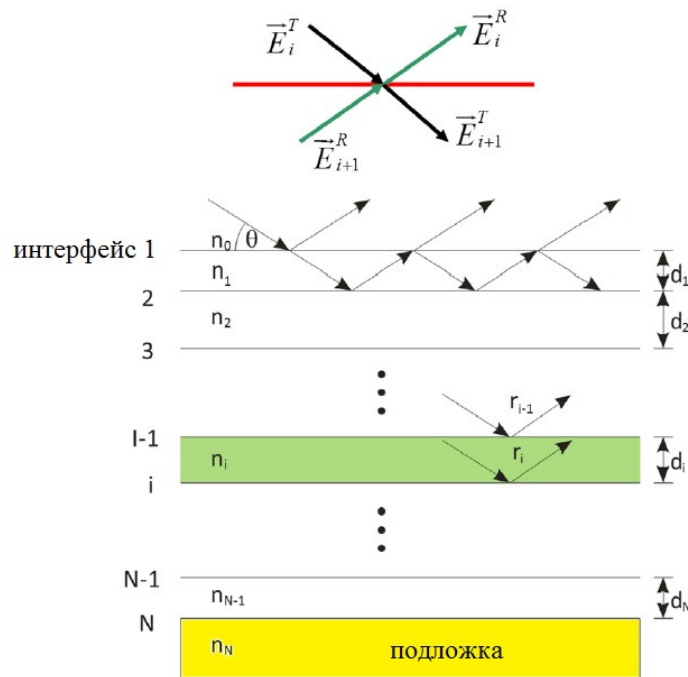


Рисунок 2.4 — Схематическое изображение многократного отражения излучения в сверхрешетке. В верхней части схемы изображено поведение векторов электрического поля на интерфейсе.

Итак, на каждом интерфейсе для каждой поляризации должно быть четыре парциальных волны, две из которых - падающие \vec{E}_i^T и \vec{E}_{i+1}^R и две прошедшие \vec{E}_i^R и \vec{E}_{i+1}^T (снизу и сверху), как показано в верхней части рисунка 2.4. Условия для амплитуд парциальных волн на интерфейсах будут выражены как

$$\begin{aligned} E_i^R e^{ik_i z} &= r \cdot E_i^T e^{-ik_i z} + (1 - r) E_{i+1}^R e^{ik_i z}, \\ E_{i+1}^T e^{-ik_{i+1} z} &= -r \cdot E_{i+1}^R e^{ik_{i+1} z} + (1 + r) E_i^T e^{-ik_i z}. \end{aligned} \quad (2.6)$$

Нижние индексы в векторах электрического поля показывают принадлежность к слою, в котором проходит волна. Соотношение амплитуд парциальных

волн в каждом слое будет определяться как $R_i = E_i^R/E_i^T$. Уравнение (2.6) может быть записано в рекурсивной форме Паррата:

$$R_i = \frac{r_i + R_{i+1}e^{2ik_{i+1}d_{i+1}}}{1 + r_i r_{i+1}e^{2ik_{i+1}d_{i+1}}} \quad (2.7)$$

Обозначим разницу между коэффициентами r и R . В то время как первое соотношение определяет рефлектометрию электрического поля только одного пучка на интерфейсе, второе определяет полное соотношение электрического поля в слое. Таким образом числитель определяет отражение пучка r_i и части излучения, приходящей с нижних слоев. Знаменатель определяет поправку для многократного отражения. Таким образом r_i – коэффициент Френелевского отражения на границе между $i - 1$ и i слоем, а R_{i+1} – коэффициент отражения от границы между i и $i + 1$ слоями. Излучение от подложки не учитывается из-за того, что она считается бесконечно толстой ($R = r$). k_i - нормальная компонента комплексного волнового вектора в слое i , z_i - глубина i -ого интерфейса, где $d_i = \Delta z = z_i - z_{i+1}$. Важной особенностью этого метода является то, что расчет должен проводиться независимо для двух степеней поляризации $s = \sigma$ и $p = \pi$.

Поглощение рентгеновского излучения на резонансных энергиях.

Из-за очень сильного поглощения рентгеновского излучения в переходных металлах на $L_{2,3}$ краях поглощения [60] длина поглощения может быть очень небольшой: для чистых металлов она составляет порядка 20 нм [61]. Это очень важно для XAS-экспериментов в моде полного электронного выхода, когда в геометрии скользящего падения глубина проникновения будет одного порядка с длиной электронного выхода [61].

В центре рисунка 2.5 показана зависимость оптических констант δ и β , которые входят в состав коэффициента преломления $n = 1 - \delta + i\beta$ для Fe. Вдали от края поглощения при энергии 702 эВ коэффициент поглощения минимален, а коэффициент рассеяния вносит значительный вклад. При энергии 705,5 эВ коэффициент поглощения резко возрастает, в то время как коэффициент рассеяния перестает вносить весомый вклад. Таким образом выбор энергии рентгеновского излучения может влиять на интенсивность рефлектометрии.

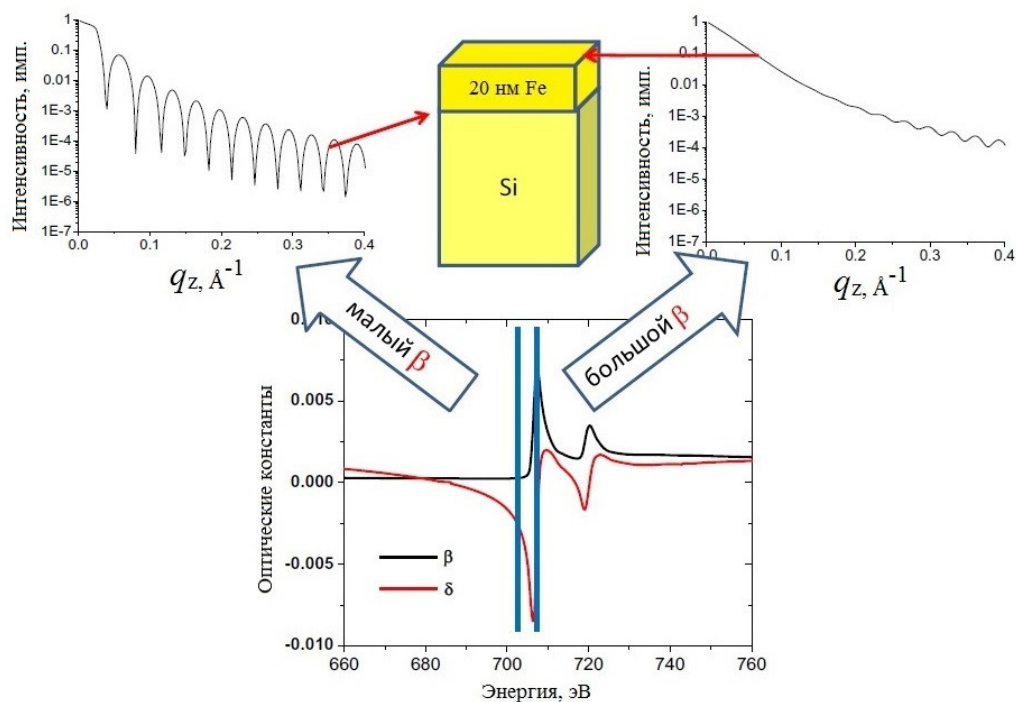


Рисунок 2.5 — Рефлектометрическая симуляция в программе ReMagX для пленки Fe толщиной 20 нм на кремниевой подложке [55]. Вид рефлектометрической кривой сильно зависит от показателя преломления рентгеновского излучения для Fe вблизи резонансной энергии поглощения.

Влияние интерфейсов.

Хорошо известно, что интерфейсы с большой шероховатостью могут уменьшать отражение. Шероховатая поверхность вызывает изменения в оптических свойствах. Важным условием является латеральный размер таких шероховатых структур, который должен быть меньше чем длина волны излучения. В противном случае возрастет влияние диффузного рассеяния, которое приведет к возникновению непрозрачной поверхности. Техника создания непрозрачной поверхности хорошо известна в природе и применяется чтобы уменьшить отражение глаз мотылька [62; 63]. После данного открытия, этот эффект был внедрен в технологии [64; 65]. На рисунке 2.6 показана симуляция рефлектометрической кривой при энергии 800 эВ. В случае когда среднее значение шероховатости равно 0, изображена картина, присущая классической Френелевской рефлектометрии. В случае, когда значение шероховатости равно 1 нм, полная интенсивность рефлектометрии сильно уменьшена.

В работе [66] было найдено адекватное объяснение влияния шероховатости, где оптический профиль является функцией ошибки, которая имеет форму

функции Гаусса. В простом случае Френелевские коэффициенты затухают экспоненциально под влиянием шероховатости на интерфейсах

$$r_{i,i+1}^{rough} = r_{i,i+1} e^{-k_{z,i} \cdot k_{z,i+1} \cdot \sigma^2}, \quad (2.8)$$

где фактор шероховатости σ определяется среднеквадратической величиной вертикальной интерфейсной шероховатости.

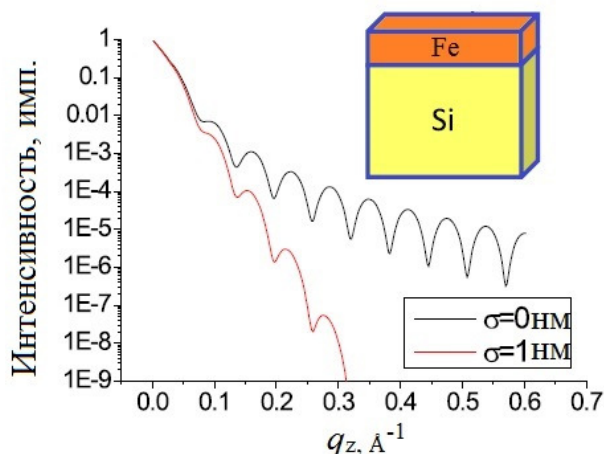


Рисунок 2.6 — Рефлектиметрическая симуляция в программе ReMagX для образца Fe/Si, где слой Fe имеет толщину 20 нм на [55]. Красной и черной линиями показаны профили для шероховатого и идеального интерфейсов.

В этом разделе приведены теоретические принципы, на которых основана технология обработки профилей рентгеновской рефлектиметрии, используемая в настоящей работе, для определения толщин слоев и качества интерфейсов в сверхрешетках. Рекурсивная формула Паррата, также, как и теоретическое описание шероховатых интерфейсов, резонансных условий проведения эксперимента, зависящих от выбора используемого излучения [59], нашли широкое применение в программах обработки рефлектиметрических профилей. В частности, в программе PANalytical X'Pert Reflectivity, которая использовалась автором для определения толщин слоев и качества интерфейсов в сверхрешетках Dy/Gd.

2.1.2 Рентгеновская дифракция высокого разрешения и картирование обратного пространства

Серия измерений рентгеновской дифракции высокого разрешения проводилась на лабораторном дифрактометре PANalytical Empyrean. Данная платформа является основой для применения широкого ряда методик аналитической рентгеновской дифракции, как в научной, так и в производственной сферах. Модульная система позволяет легко менять конфигурацию оборудования, тем самым позволяя применять методики различного типа. На рисунке 2.7 приведено устройство лабораторного дифрактометра.

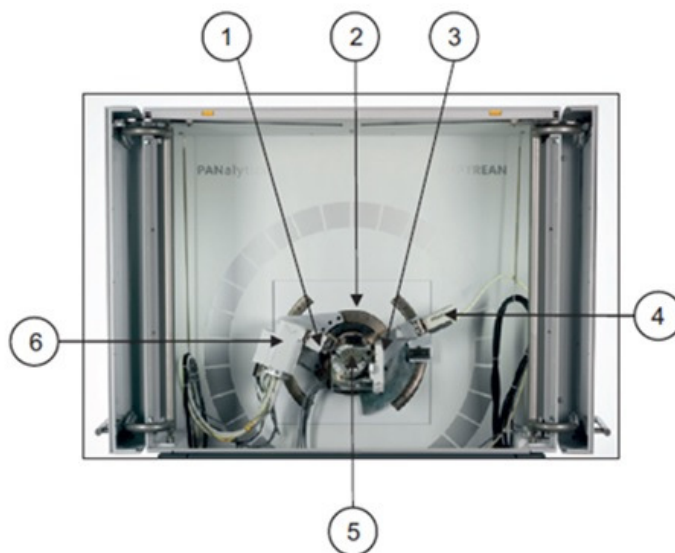


Рисунок 2.7 — Схема дифрактометра.

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

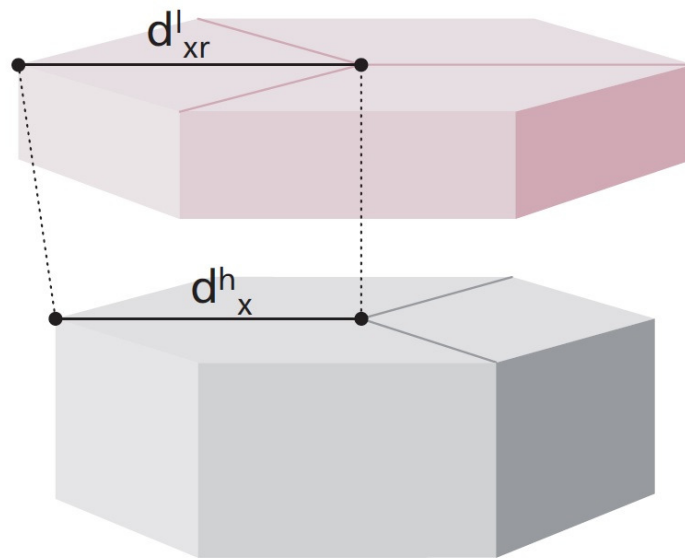
Методика дифракции высокого разрешения позволила оценить кристаллическую текстуру; константы кристаллических решеток и их изменение в результате эпитаксиальных напряжений; латеральную корреляционную длину слоев, степени мозаичности, углы между атомными плоскостями.

Для того чтобы определить константы кристаллических решеток элементов, входящих в состав образцов, необходимо сравнить теоретические значения несо-

ответствий решеточных констант с данными, полученными из эксперимента. Для определения несоответствия констант кристаллических решеток на интерфейсах используется формула для определения параллельного несоответствия

$$M_x = \frac{d_{xr}^l - d_x^h}{d_x^h}, \quad (2.9)$$

где M_x - решеточное несоответствие в направлении x , d_{xr}^l - константа кристаллической решетки слоя в объемном состоянии, d_x^h - константа кристаллической решетки слоя или подложки, на которой осуществляется рост в объемном состоянии. Схематически решеточное несоответствие показано на рисунке 2.8. Обычно несоответствие выражается в процентах или в долях.



$$M_x = \frac{d_{xr}^l - d_x^h}{d_x^h}$$

Рисунок 2.8 — Схематическое изображение решеточного несоответствия в плоскости слоя и подложки [67].

Также есть еще и перпендикулярное несоответствие, которое определяет различие межплоскостных расстояний d в направлении перпендикулярном интерфейсам. Нахождение перпендикулярного несоответствия процедура более простая, которая требует проведение одного дифракционного эксперимента в симметричной геометрии, где межплоскостное расстояние находится по формуле (2.1). Таким образом если виден лишь один пик в симметричной геометрии, тогда расстояние d_z является одинаковым для подложки и слоя, следовательно, достигнуто полное решеточное соответствие.

В слоях также могут возникать напряжения во время их роста, сначала слой может расти на подложке с когерентным интерфейсом, но в процессе для понижения энергии напряжения могут возникнуть области несоответствия. Такие эффекты происходят при достижении определенной толщины слоя. Таким образом есть два принципиальных состояния кристалла: (1)-полностью напряженный, когда реализовано полное соответствие кристаллических решеток слоя и подложки на интерфейсе, и (2)-полностью срелаксированный, когда константы кристаллических решеток равны объемным (рисунок 2.9).

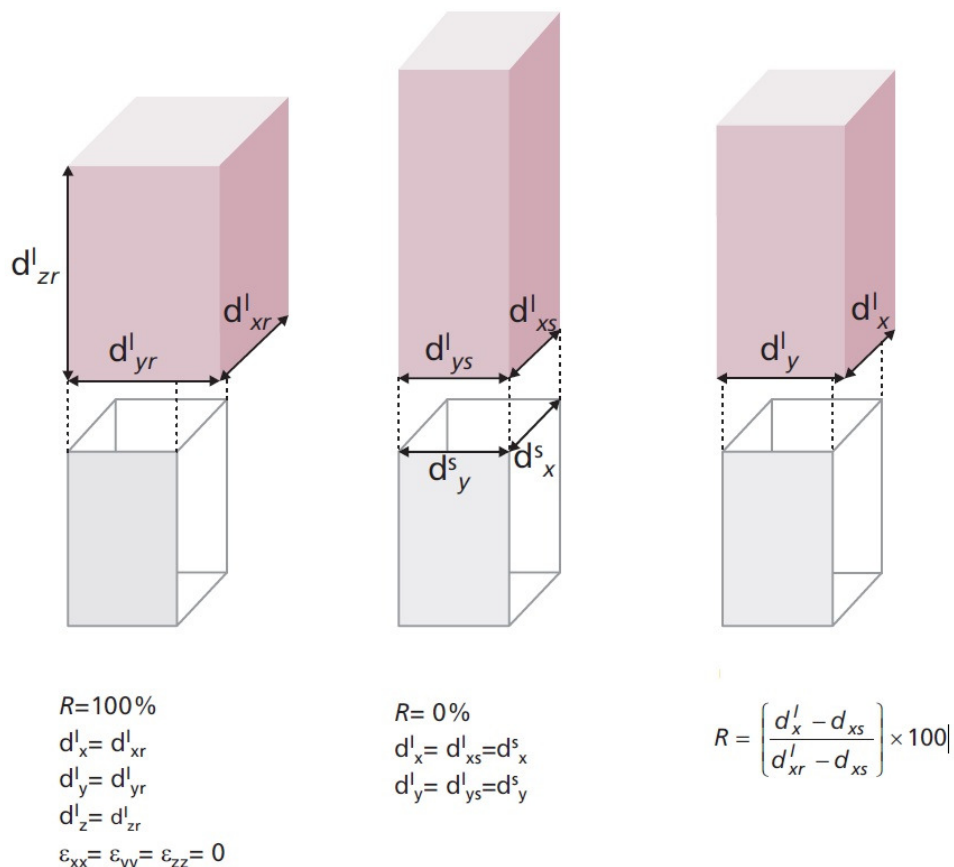


Рисунок 2.9 — Схематическое изображение релаксации в кристаллах [67].

Степень релаксации можно определить, используя формулу

$$R = \left(\frac{d_x^l - d_{xs}^l}{d_{xr}^l - d_{xs}^l} \right) \times 100, \quad (2.10)$$

где d_x - измеренная величина межплоскостного расстояния в слое в направлении параллельном интерфейсу, d_{xs} - объемное значение для подложки, d_{xr} - объемное значение для слоя.

Для определения экспериментальных значений решеточных несоответствий используют двумерные дифракционные карты, построенные в обратном пространстве. Для примера такой карты приведен рисунок 2.10.

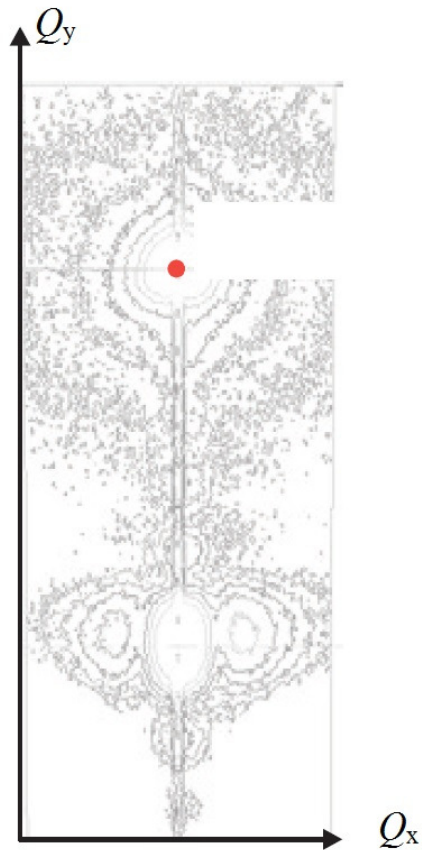


Рисунок 2.10 — двумерная карта рентгеновской дифракции высокого разрешения [67].

Единицы измерения Q_x и Q_y выражаются через

$$\begin{aligned} Q_x &= R(\cos \omega - \cos(2\theta - \omega)) \\ Q_y &= R(\sin \omega + \sin(2\theta - \omega)) \end{aligned} \quad (2.11)$$

$R = |\mathbf{K}_H| = |\mathbf{K}_0|$. ω и θ - угол падения и угол отражения. R может быть выражен как:

1. $2\pi/\lambda$
2. $1/\lambda$
3. 1
4. $1/2$

Вектор дифракции \mathbf{Q} может быть выражен как

$$|\mathbf{Q}| = \sqrt{Q_x^2 + Q_y^2} = 2R \sin(\theta), \quad (2.12)$$

тогда межплоскостное расстояние будет выражено через известное выражение $d_{hkl} = 1/|\mathbf{Q}|$. Взаимосвязь вектора отраженного и падающего излучения изображена на рисунке 2.11.

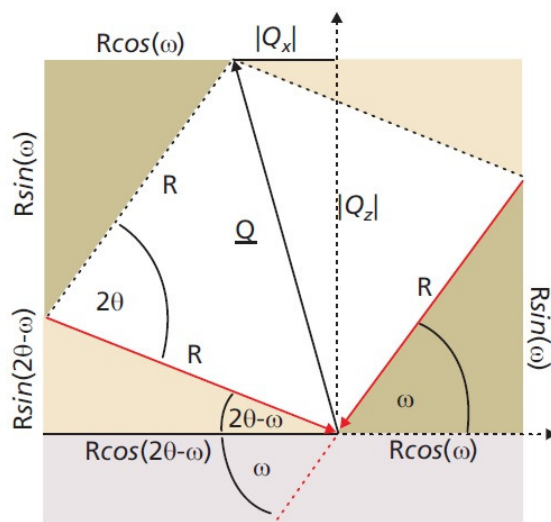


Рисунок 2.11 — Взаимосвязь волновых векторов падения и отражения [67].

Зная единицы измерения для карт обратного пространства запишем уравнения для нахождения параллельного и перпендикулярного решеточного несоответствия.

$$\begin{aligned} \text{Перпендикулярное несоответствие} &= (QY_L - QY_S)/QY_L \\ \text{Параллельное несоответствие} &= (QX_S - QX_L)/QX_L \end{aligned} \quad (2.13)$$

Используя полученную карту, построенную в обратном пространстве, зная координаты рефлексов от слоя и подложки, можно вычислить решеточные несоответствия параллельные и перпендикулярные интерфейсам. Схематическая обработка данных приведена на рисунке 2.12.

Пространственное разделение пиков на карте обратного пространства эквивалентно параллельному и перпендикулярному несоответствию решеточных констант, параллельных и перпендикулярных интерфейсам. Из обработки можно получить не только данные о решеточных несоответствиях, но и углы между атомными плоскостями, которые можно сравнить с теоретическими значениями.

Также из такого рода двумерных карт можно получить данные о степени мозаичности слоев и латеральной корреляционной длине. Вся информация содержится в форме и геометрических размерах, полученных рефлексов (рисунок 2.13). Степень мозаичности определяется из угла, который стягивает дифракционный пик на карте в обратном пространстве в начало координат. Корреляционная

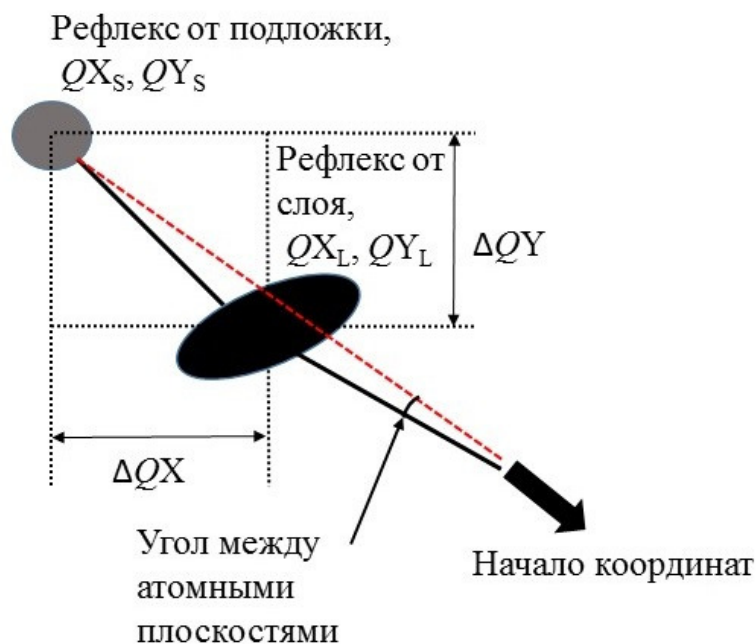


Рисунок 2.12 — Схема обработки данных, полученных в результате измерения карты рентгеновской дифракции, построенной в обратном пространстве.

длина определяется как полная ширина на полувысоте от пика, измеренного параллельно интерфейсу, как в первом случае.

2.2 Методы исследования магнитных свойств сверхрешеток и пленок

2.2.1 СКВИД магнитометрия

Магнитные исследования пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd требовали применения высокочувствительных магнитных измерений, которые выполнялись при низких температурах, так как большинство интересующих магнитных переходов в РЗМ, в частности в Dy и Gd, происходят ниже комнатной температуры. Магнитные измерения при низких температурах проводились на СКВИД магнитометре в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН.

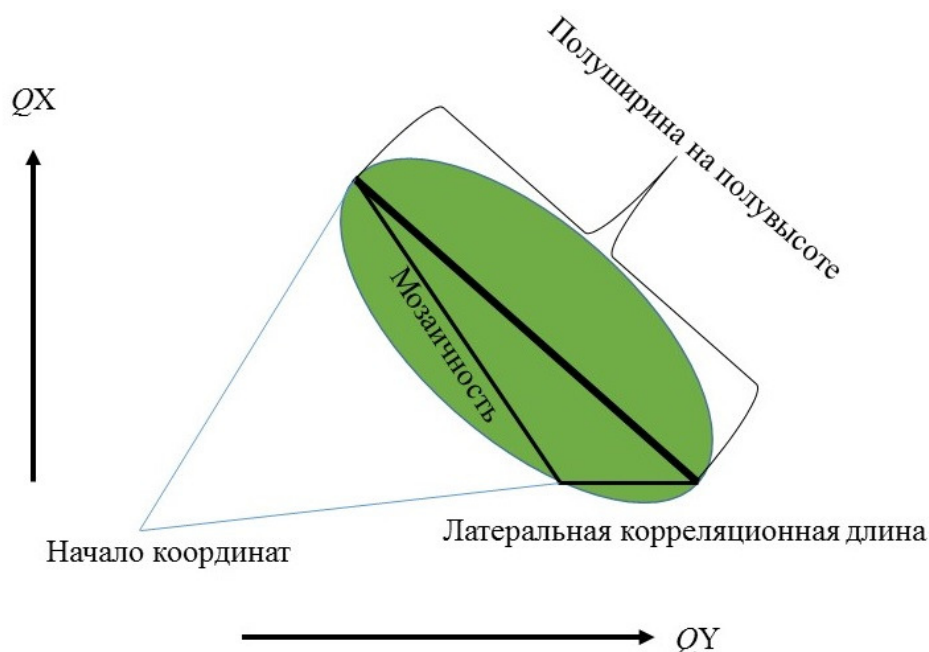


Рисунок 2.13 — Определение латеральной корреляционной длины и степени мозаичности.

2.2.2 Рефлектометрия поляризованных нейтронов

Рефлектометрия поляризованных нейтронов это инструмент в исследовании профилей намагниченности вблизи поверхностей кристаллов, тонких пленок и сверхрешеток. В методике используются малые углы падения нейтронного излучения вблизи угла полного отражения. РПН — метод крайне чувствительный к измерению намагниченности. Например для монослоя железа можно получить данные с точностью до 10^{-4} етл с 10% погрешностью [68]. Также особенностью данного метода является разрешение по глубине порядка нескольких Å для слоев толщиной в несколько сотен нм. РПН позволила исследовать такие эффекты, как влияние ”замороженной” намагниченности на возникновение обменного смещения [69], влияние обменного взаимодействия на доменную магнитную структуру [70; 71] и идентификация пространственно-неоднородного магнетизма в наноструктурах [72; 73]. Описание РПН приводится в следующих источниках [74—77].

На рисунке 2.14 изображена схема для типичной геометрии падающего, отраженного и прошедшего волновых векторов нейтронного излучения с длиной волны λ , представленного в виде плоской волны, распространяющейся в воздухе (среда-0) и отражающейся от образца (среда-1), либо проходящей во внутрь.

Отражение падающего вектора $|k_i| = k_0 = 2\pi/\lambda$ является упругим при сохранении энергии $E = \hbar^2 k_0^2 / 2m_n$. Таким образом величины $|K_i| = |K_f|$, а величина $|k_t| = k_1$ в среде-1 обычно отличается от величины в среде-0. Вероятность отражения или рефлектометрия выражается через отраженную интенсивность, которую необходимо разделить на интенсивность падающего пучка. Чтобы рассчитать рефлектометрию от интерфейса применим стационарное уравнение Шредингера и получим решения для волновой функции Ψ , которая представляет нейтронную волну внутри и снаружи образца. В рассмотрении останутся компоненты волнового вектора перпендикулярные поверхности образца. Волновые функции в среде-1 и 2 будут выражены как

$$\begin{aligned}\Psi_0(y) &= e^{+ik_0y} + re^{-ik_0y} \\ \Psi_1(y) &= te^{+ik_1y}\end{aligned}\tag{2.14}$$

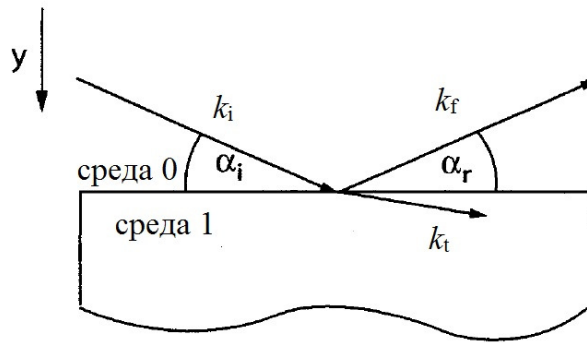


Рисунок 2.14 — Схема падающего k_i , отраженного k_f и прошедшего k_t волновых векторов, ”среда-1”-образец.

Нейтронная рефлектометрия от интерфейса R относится к амплитуде отраженной волны r , как $R = rr^*$. Ψ находится из уравнения Шредингера

$$\left[\frac{\hbar^2}{2m_n} \frac{\partial^2}{\partial y^2} + V(y) \right] \Psi(y) = E\Psi(y),\tag{2.15}$$

где $V(y)$ - потенциал рассеяния, зависящий от глубины, который может быть выражен как

$$V_n = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} \rho(y),\tag{2.16}$$

где $\rho(y)$ - плотность длины рассеяния в размерности \AA^{-2} . Рассеивающая среда обычно выражается как плотность длин рассеяния N числа рассеивающих

центров с когерентными длинами нейтронного рассеяния b . Для систем, состоящих из нескольких элементов плотность длины рассеяния будет записана как

$$\rho = \sum_i^J N_i b_i, \quad (2.17)$$

где J -число отдельных изотопов, N и b - число плотности и длина рассеяния для каждого i -ого элемента.

Используя условие упругого рассеяния уравнение (2.15) можно переписать как

$$\left[\frac{\partial^2}{\partial y^2} + k_0^2 - 4\pi\rho(y) \right] \Psi(y) = 0. \quad (2.18)$$

Перпендикулярная компонента волнового вектора k_1 в среде-1 соотносится с компонентой k_0 в виде выражения

$$k_1 = nk_0 = \sqrt{1 - \frac{4\pi\rho}{k_0^2}} k_0. \quad (2.19)$$

Во время эксперимента интенсивность отраженного излучения измеряется для нескольких величин k_0 , которые выбираются путем варьирования угла падения, либо или изменением длины волны падающего излучения λ .

Отражение от идеального интерфейса окруженного бесконечной средой.

Цель рефлектометрии состоит в определении распределения материала в образце как функции от Q_{\perp} . Чтобы достичь данную цель необходимо определить вероятности отражения и прохождения волновой функции внутри образца. Сохранение нейтронной интенсивности, т.е. $|\Psi|^2 = 1$, и сохранение момента накладывают условие непрерывности вблизи интерфейса на волновую функцию $\Psi(y)$ и ее производную $\partial\Psi/\partial y$. Таким образом решая уравнение

$$\begin{pmatrix} \Psi_0(0) \\ \frac{\partial\Psi_0}{\partial y} \Big|_{y=0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \Psi_1(0) \\ \frac{\partial\Psi_1}{\partial y} \Big|_{y=0} \end{pmatrix} \Rightarrow \begin{pmatrix} 1 + r \\ ik_0(1 - r) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t \\ ik_1 t \end{pmatrix}. \quad (2.20)$$

Найдем амплитуду отражения для одного интерфейса между двумя бесконечными средами r

$$r = \left(\frac{k_0 - k_1}{k_0 + k_1} \right) \quad (2.21)$$

Из которой далее получим величину R

$$R = rr^* = \left(\frac{k_0 - k_1}{k_0 + k_1} \right) \left(\frac{k_0 - k_1}{k_0 + k_1} \right)^* = \left(\frac{1 - n}{1 + n} \right) \left(\frac{1 - n}{1 + n} \right)^*. \quad (2.22)$$

Отражение от идеально гладкой слоистой среды.

Ситуация, более приближенная к реальности, возникает в случае отражения от множества слоев с идеально гладкими интерфейсами. В этом случае длина рассеяния уже не является постоянной величиной, зависящей от глубины. Это приводит к модуляции рефлектометрии. Рассмотрим пример слоистого образца, который представлен на рисунке 2.15

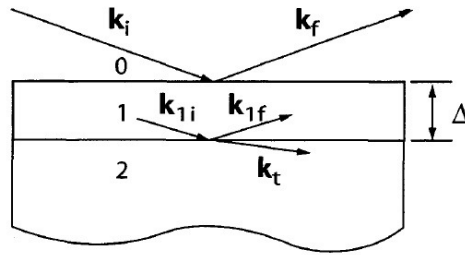


Рисунок 2.15 — Схематическая диаграмма, показывающая волновые векторы в слоистой среде. Толщина слоя обозначена как Δ .

Волновые функции в разных слоях представлены в виде уравнений

$$\begin{aligned} \Psi_0(y) &= e^{+ik_0y} + re^{-ik_0y}, \\ \Psi_1(y) &= Ge^{+ik_1y} + He^{-ik_1y}, \\ \Psi_2(y) &= te^{+ik_2y}. \end{aligned} \quad (2.23)$$

Снова получаем решение уравнения Шредингера в виде матричного уравнения, из которого амплитуды отражения и прохождения r и t могут быть выражены

$$\overline{\overline{M_1(\Delta)}} \begin{pmatrix} 1 + r \\ ik_0(1 - r) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t \\ ik_2t \end{pmatrix} e^{ik_2\Delta}. \quad (2.24)$$

$$\overline{\overline{M_1(\Delta)}} = \begin{pmatrix} \cos(k_1\Delta) & \frac{1}{k_1} \sin(k_1\Delta) \\ -k_1 \sin(k_1\Delta) & \cos(k_1\Delta) \end{pmatrix}. \quad (2.25)$$

Таким образом можно посчитать величину r :

$$r = \frac{r_{01} + r_{12}e^{ik_1 2\Delta}}{1 + r_{01}r_{12}e^{ik_1 2\Delta}},$$

$$r_{mn} = \frac{k_m - k_n}{k_m + k_n},$$

$$k_j = n_j k_0 = \sqrt{1 - \frac{4\pi\rho_j}{k_0^2}} k_0. \quad (2.26)$$

Теоретически рассчитанная рефлектометрическая кривая изображена на рисунке 2.16, где также показана зависимость плотности длины рассеяния, определенная для пленки Fe толщиной 200 Å, нанесенной на кремниевую подложку.

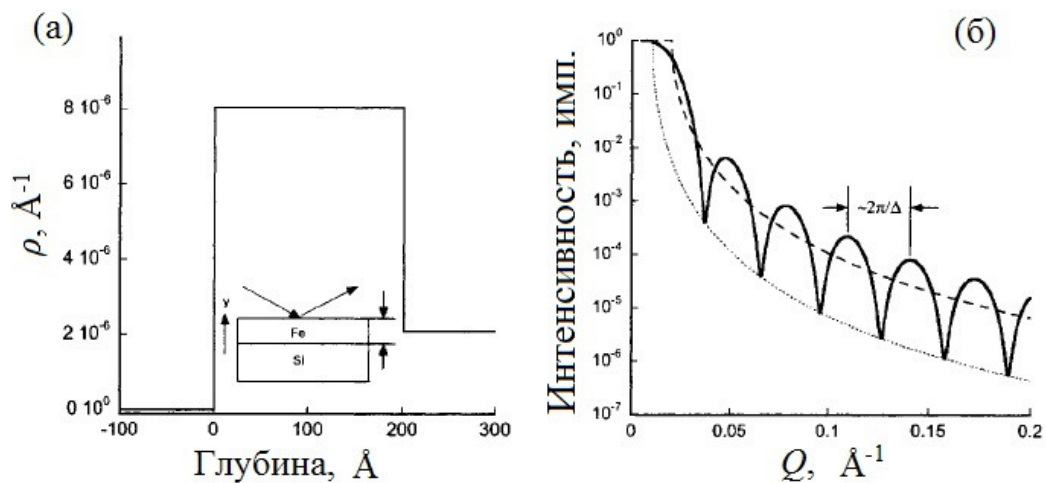


Рисунок 2.16 — (а) Ядерная плотность длины рассеяния для идеального слоя Fe на Si. (б) Рефлектометрия от образца показана сплошной линией.

Рефлектометрия от подложки показана линией с точками, пунктирная линия изображает отражение от слоя Fe [51].

Амплитуда осцилляций, показанных на рисунке 2.16 (б), зависит от контраста плотностей длин рассеяния Fe и Si. Период осцилляций равен примерно $2\pi/\Delta$. Стоит отметить тот факт, что нейтронная рефлектометрия отличается от рентгеновской тем, что для рентгена достаточно нескольких ангстрем материала, чтобы быть непрозрачными для излучения и создать четко выраженный критический угол. Для нейтронов критический угол будет определяться подложкой, так как излучение имеет очень сильную проникающую способность.

Отражение от "реальной" слоистой среды с наличием несовершенства поверхности.

В этом разделе разберем случай, когда интерфейсы в образце могут быть шероховатыми либо может присутствовать диффузия одного в другой. Учитывая

случай, когда диффузия Fe и Si между интерфейсом Fe/Si подчиняется второму закону Фика [78], предположим характерную длину диффузии σ Fe во внутрь матрицы Si, и наоборот. Таким образом могут быть получены концентрации Fe и Si, зависящие от глубины в единицах атом/ \AA^3

$$\begin{aligned} N_{Fe}(y) &= N_{Fe} \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{y - \Delta}{\sqrt{2}\sigma} \right) \right], \\ N_{Si}(y) &= N_{Si} \left[1 - \operatorname{erf} \left(\frac{y - \Delta}{\sqrt{2}\sigma} \right) \right], \end{aligned} \quad (2.27)$$

После вставки уравнения (2.27) в (2.17), используя необходимые значения нейтронных длин рассеяния и плотностей Fe и Si, плотность длины рассеяния может быть выражена

$$\rho(y) = b_{Fe}N_{Fe} + \frac{b_{Si}N_{Si} - b_{Fe}N_{Fe}}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{y - \Delta}{\sqrt{2}\sigma} \right) \right]. \quad (2.28)$$

Вариация нейтронной плотности длины рассеяния через интерфейс выражена функцией ошибки, которая связана с плотностью длины рассеяния Fe и Si. Расчет рефлектометрии от образца с шероховатыми интерфейсами включает в себя аппроксимирование непрерывного профиля плотности длины рассеяния дискретной последовательностью слоев с толщиной δ с дискретным изменением в плотности длины рассеяния. Такой подход к расчету рефлектометрии уже был описан ранее для рентгеновской рефлектометрии, и включает в себя рекурсивный Парртовский формализм [59]. Следующий подход состоит в обобщении уравнения (2.24) для произвольного числа тонких слоев, и в последствии нахождения амплитуды отражения для множества слоев (для всего образца). Такой подход может быть использован для расчета рефлектометрии от образца, который может быть представлен как скаляр или вектор потенциала, который может включать в себя вектор намагниченности образца. Матрица для обобщенного числа слоев выражается как

$$\prod_{j=n-1}^0 \overline{M_j(\delta_j)} \begin{pmatrix} 1+r \\ ik_0(1-r) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t \\ ik_n t \end{pmatrix} \prod_{j=n-1}^0 e^{ik_n \delta_j} = \begin{pmatrix} t \\ ik_n t \end{pmatrix} e^{ik_n \Delta},$$

$$\overline{M_j(\delta_j)} = \begin{pmatrix} \cos(k_j \delta_j) & \frac{1}{k_j} \sin(k_j \delta_j) \\ -k_j \sin(k_j \delta_j) & \cos(k_j \delta_j) \end{pmatrix}, \quad (2.29)$$

$$\Delta = \sum_{j=1}^{n-1} \delta_j.$$

Индекс j выражает j -ую среду или слой. Таким образом k_j это величина перпендикулярной компоненты волнового вектора в j -ом слое. δ_j - толщина слоя, в которой плотность длины рассеяния рассматривается как константа. Таким образом шероховатость или диффузия, которая проявляется на интерфейсах ведет к ограничению допустимого региона переноса волнового вектора. Уменьшение интенсивности рефлектометрии под влиянием несовершенств поверхности сильно зависит от величин σ и Q_{\perp} , таким образом больше информации может быть получено от образцов с резкими интерфейсами. Еще одним важным следствием шероховатых интерфейсов является перераспределение интенсивности от зеркального рассеяния к диффузному. Диффузное рассеяние несет информацию о корреляции шероховатости в латеральном измерении образца. Диффузное рассеяние также модулировано, как и зеркальное. Список возможной информации, которую можно получить, используя рефлектометрия нейтронного излучения представлен в таблице

Таблица 3 — Параметры Du и Gd

Свойства измерения	Информация, которую можно получить
Позиция критического угла, Q_c	Ядерное строение подложки образца
Интенсивность для $Q < Q_c$	Область используется для нормировки для приведения к абсолютной шкале
Периодичность осцилляций	Дает возможность определить толщину слоев.
Амплитуда осцилляций	Определяет контраст между интерфейсами
Затухание рефлектометрии	Шероховатости на интерфейсах, диффузия.

Рефлектометрия с использованием поляризованных нейтронов. В предыдущих разделах обсуждалась рефлектометрия в рамках нейтронного пучка, который отражался от рассеивающих потенциалов, имеющих полностью ядерное происхождение. В виду того, что нейтрон обладает внутренним магнитным моментом, потенциал рассеяния может быть зависим от спина нейтрона. Есть два случая, когда рассеяние нейтрона веществом может зависеть от спина нейтрона. В процессе рассеяния, когда ядерный спин атома взаимодействует со спином нейтрона. В другом случае ядро, с которым взаимодействует нейтрон, может быть поляризовано. Например спин-поляризованные ядра ^3He [79]. В случае рассеяния, зависящего от спина нейтрона, вводится две длины рассеяния b^+ , b^- , где знак обозначает соотношение направлений спина ядра, которое может быть параллельно или перпендикулярно направлению внешнего магнитного поля, как изображено на рисунке 2.17.

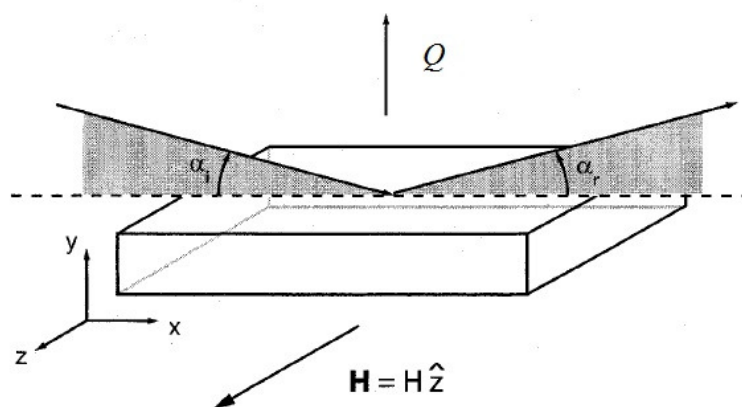


Рисунок 2.17 — Схема эксперимента, в котором образец помещен в магнитное поле.

Модификация рассеивающего потенциала в случае с приложением магнитного поля выражается следующим уравнением:

$$V = V_n + V_m = V_n \pm \underline{\mu} \cdot \mathbf{B}, \quad (2.30)$$

где \mathbf{B} - вектор магнитной индукции, $\underline{\mu}$ - магнитный момент нейтрона, $\underline{\mu} = \mu_n \underline{\sigma}$, $\mu_n = -1.913\mu_N$ (отрицательный знак показывает, что момент нейтрона и его спин - антипараллельны), $\underline{\sigma}$ - линейная комбинация (2x2) матриц Паули, направленных вдоль каждой из трех ортогональных осей, с магнитным полем, лежащим вдоль оси z . Знак \pm в уравнении (2.30) берется либо положительный, либо отрицательный, если нейтронный спин параллелен (антипараллелен) направлению \mathbf{H} .

Итак, нейтронный спин взаимодействует с \mathbf{B} , это непременно влияет на процесс рассеяния.

Выражая рассеивающий потенциал V в виде матрицы, получим

$$\overline{\overline{V}}(y) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} \begin{pmatrix} \rho_n & 0 \\ 0 & \rho_n \end{pmatrix} \pm \mu_n \begin{pmatrix} B_z & B_x - iB_y \\ B_x + iB_y & -B_z \end{pmatrix}. \quad (2.31)$$

Элементы матрицы зависят от позиции, или плотность длины рассеяния может быть выражена как $\rho_n = \rho_n(y)$. Зависимость от x, z можно наблюдать в не зеркальной геометрии. В то время как нейтронное рассеяние происходит на интерфейсах с различными плотностями рассеяния (магнитными или ядерными), одинаковое поле, приложенное к образцу, и поле внутри образца не дадут контраста на интерфейсах. Пере обозначая $\mathbf{B} = \mu_0\mathbf{H} + \mathbf{M}$, где \mathbf{M} - интенсивность намагниченности для магнитных полей, приложенных вдоль направления z , уравнение (2.31) может быть записано как

$$\overline{\overline{\delta V}}(y) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} \begin{pmatrix} \rho_n & 0 \\ 0 & \rho_n \end{pmatrix} \pm \mu_n \begin{pmatrix} M_z & B_x - iM_y \\ M_x + iM_y & -M_z \end{pmatrix}. \quad (2.32)$$

Уравнение (2.32) является отношением для разницы потенциала $\overline{\overline{\delta V}}(y)$, между образцом и окружающей его средой. Нейтронная магнитная плотность длины рассеяния может быть записана в виде

$$\rho_m = \sum_i^J N_i p_i = C \sum_i^J N_i \mu_i = C' m = -\frac{m_n}{2\pi\hbar^2} \mu_n \sum_i^J \mathbf{M}_i. \quad (2.33)$$

Единицы измерения длины рассеяния - Å. Магнитный момент μ выражен через μ_B , $C = 2.6545 \times 10^{-5} \mu_B^{-1}$. Подставляя выражение (2.33) в (2.32), получим

$$\overline{\overline{\delta V}}(y) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} \begin{pmatrix} \rho_n + \rho_{mz} & \rho_{mx} - i\rho_{my} \\ \rho_{mx} + i\rho_{my} & \rho_n - \rho_{mz} \end{pmatrix}. \quad (2.34)$$

В конце ассоциируем полученные величины с матричными элементами "не спин-флип" и "спин-флип" потенциалами рассеяния.

$$\begin{aligned}
\rho_{++} &= \rho_n + \rho_{mz}, \\
\rho_{--} &= \rho_n - \rho_{mz}, \\
\rho_{+-} &= \rho_{mx} - i\rho_{my}, \\
\rho_{-+} &= \rho_{mx} + i\rho_{my}, \\
\overline{\overline{\delta V(y)}} &= \frac{2\pi\hbar^2}{m_n} \begin{pmatrix} \rho_{++} & \rho_{+-} \\ \rho_{-+} & \rho_{--} \end{pmatrix},
\end{aligned} \tag{2.35}$$

Знаки ”+” и ”-” определяют направление нейтронного спина параллельного или антипараллельного магнитному полю. Таким образом положительный магнитный рассеивающий потенциал складывается с (обычно положительным) ядерным потенциалом. ρ_{++} рассеивающий потенциал элемента, относящийся к рассеянию падающего нейтрона с направлением спина ”вверх”, не меняет ориентацию нейтронного спина в отношении к магнитному полю. ρ_{+-} - меняет направление спина с направления ”вверх” на направление ”вниз”.

Итак, запишем решения уравнения Шредингера с учетом спин-зависящего рассеяния

$$\begin{aligned}
\Psi(y) &= U_+ \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \Psi_+(y) + U_- \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \Psi_-(y), \\
\Psi_+(y) &= e^{ik_+y}, \\
\Psi_-(y) &= e^{ik_-y}.
\end{aligned} \tag{2.36}$$

Величина волнового вектора k_{\pm} для \perp компоненты для различных поляризаций нейтрона принимает вид

$$k_{\pm} = n_{\pm}k_0 = \sqrt{1 - \frac{4\pi(\rho_n \pm |\rho_m|)}{k_0^2}} k_0. \tag{2.37}$$

Спин-зависящая функция волнового вектора, падающего на образец, выраженная как U_+ и U_- , определяется поляризацией нейтронного пучка.

Отражение поляризованных нейтронов от магнитного слоя.

Пример отражения поляризованных нейтронов от магнитного тонкого слоя, намагниченного равномерно, иллюстрирует то, как Парратовский формализм может быть применен в случае с намагниченным веществом. Будем считать, что направление магнитной индукции параллельно магнитному полю, таким образом диагональные элементы в матрице уравнения (2.35) равны нулю. Теперь

представим два рефлектометрических эксперимента с использованием нейтронов, имеющих спин \uparrow и \downarrow ($U_+ = 1, U_- = 0$ для спина \uparrow и $U_+ = 0, U_- = 1$ для спина \downarrow). Поляризация нейтронов задается прибором, который называется ”спин-флиппер” [51]. Уравнение (2.29) может быть обобщенно с учетом спин-зависящего потенциала рассеяния.

$$\prod_{j=n-1}^0 \overline{M_j^\pm(\delta_j)} \begin{pmatrix} 1 + r_\pm \\ ik_0(1 - r_\pm) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t_\pm \\ ik_{n\pm}t_\pm \end{pmatrix} \prod_{j=n-1}^0 e^{ik_{n\pm}\delta_j} = \begin{pmatrix} t_\pm \\ ik_{n\pm}t_\pm \end{pmatrix} e^{ik_{n\pm}\Delta},$$

$$\overline{M_j^\pm(\delta_j)} = \begin{pmatrix} \cos(k_{j\pm}\delta_j) & \frac{1}{k_{j\pm}} \sin(k_{j\pm}\delta_j) \\ -k_{j\pm} \sin(k_{j\pm}\delta_j) & \cos(k_{j\pm}\delta_j) \end{pmatrix},$$
(2.38)

Рассмотрим слой Fe, намагниченный до $2.219\mu_B$, тогда магнитная плотность длины рассеяния $\rho_m = N_{Fe}C\mu_{Fe} = 4.97 \times 10^{-6} \text{ \AA}^{-2}$. В зависимости от поляризации нейтронного пучка, который может быть направлен параллельно или антипараллельно вектору \mathbf{H} , величина ρ_m либо добавляется, либо вычитается из ρ_n . Пример распределения плотности длины рассеяния и сама рефлектометрическая кривая приведены на рисунке 2.18.

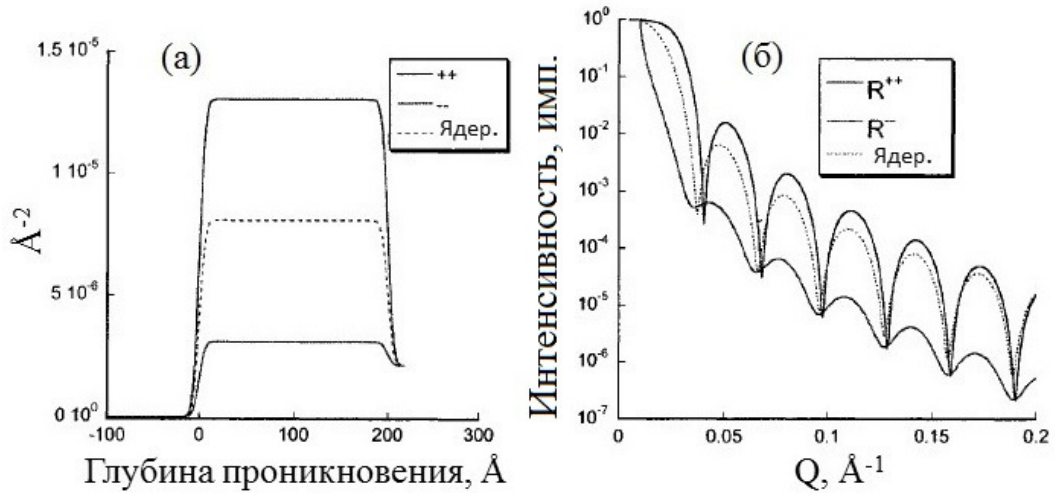


Рисунок 2.18 — (а) Раздвоение профилей магнитной плотности длины рассеяния в зависимости от спина нейтрона ($++$ или $--$), параллельного или антипараллельного направлению магнитного поля. (б) R^{++} и R^{--} рефлектометрические профили [51].

Влияние степени поляризации нейтронного пучка.

Обычно степень поляризации нейтронного пучка не равна 100%, и может быть выражена следующим уравнением

$$P = \frac{I_+ - I_-}{I_+ + I_-}. \quad (2.39)$$

I_+ , I_- — количество нейтронов, имеющие направление спина \uparrow и \downarrow . Обычно степень поляризации $\approx 90\%$. Для увеличения степени поляризации, необходимо поставить в пучок нейтронов специальное устройство-поглотитель, которое будет вырезать ненужные нейтроны с определенным направлением спина. Влияние различных степеней поляризации нейтронного пучка показано на рисунке 2.19.

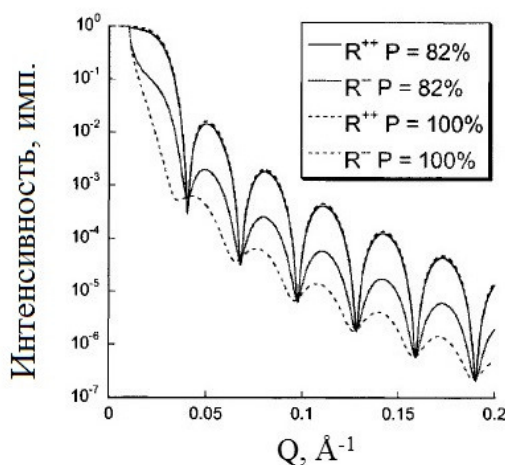


Рисунок 2.19 — Рефлектометрические кривые, рассчитанные для идеально поляризованного пучка, и для пучка, поляризованного на 82% [51].

Для точного определения величин намагниченности, которые рассчитываются из обработки магнитной рефлектометрии, необходимо учитывать степень поляризации нейтронов. Очевидно, что, если не учитывать тот факт, что пучок может быть неидеально поляризован, можно ошибочно посчитать намагниченность слоя, которая окажется меньше, чем она есть на самом деле.

Отражение от среды с произвольным направлением намагниченности в плоскости образца.

В предыдущих разделах нейтронный спин и намагниченность рассматривались параллельными или антипараллельными относительно друг друга. В этом разделе будет разобран пример, когда M может быть направлена под углом φ относительно \mathbf{H} , как изображено на рисунке 2.20.

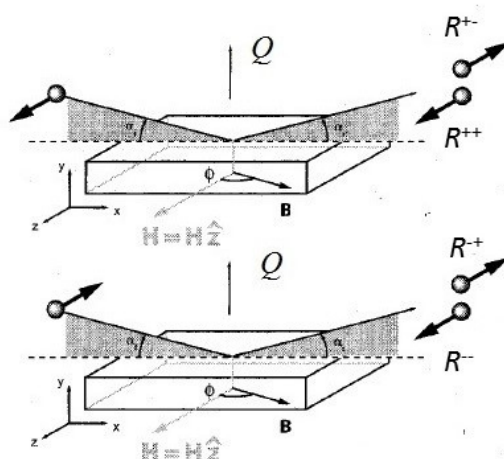


Рисунок 2.20 — Схематическое изображение двух нейтронных пучков с различной поляризацией. Образец имеет намагниченность, направленную неколлинеарно относительно вектора магнитного поля. Отраженный пучок имеет две компоненты (R^{++}) — ”не спин-флип” и (R^{+-}) — ”спин-флип”.

$$\mathbf{B} = B[\cos(\varphi)\hat{z} + \sin(\varphi)\hat{x}]$$

Когда нейтрон входит в область, где его спин не параллелен вектору магнитной индукции, спин нейтрона начинает прецессировать. В зависимости от времени, которое нейтрон пребывает в данной области и силы магнитной индукции, спин нейтрона может повернуться на 180° . Вращение спина нейтрона на 180° является основой в работе устройства, которое называется ”спин-флипер” Мезея [80]. Таким образом намагниченность образца может менять направление спина у нейтрона. Из этого следует, что недиагональные элементы матрицы в уравнении (2.35) не равны нулю.

Важным следствием дипольного взаимодействия между нейтроном и магнитными моментами является то, что магнитное рассеяние нейтрона обусловлено только компонентой намагниченности, перпендикулярной вектору Q . В случае зеркального рассеяния рефлектметрия, которая зависит от спинового состояния нейтронного пучка, будет зависеть только от намагниченности, спроецированной на плоскость отражения (плоскость образца).

Теперь рассчитаем рассеяние от слоя Fe в ситуации, когда намагниченность вращается на угол φ относительно внешнего магнитного поля. Для того, чтобы учесть вероятности того, что нейтрон может изменить свое спиновое состояние, уравнение (2.38) обобщается с учетом ”спин-флип” рассеяния [74].

$$\prod_{j=n-1}^0 \overline{\overline{A}}_j \begin{pmatrix} I_+ + r_+ \\ I_- + r_- \\ ik_0(i_+ - r_-) \\ ik_0(i_- - r_-) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} t_+ \\ t_- \\ ik_{n+}t_+ \\ ik_{n-}t_- \end{pmatrix}, \quad (2.40)$$

Где элементы $\overline{\overline{A}}_j$ можно найти в литературе [51].

Примеры рефлектометрии поляризованных нейтронов для ситуации, когда угол между магнитным полем и намагниченностью образца может изменяться, приведены на рисунке 2.21. Магнитная плотность длины рассеяния выражается как $\rho_m = C' m_{Fe}(\hat{z} \cos \varphi + \hat{x} \sin \varphi)$.

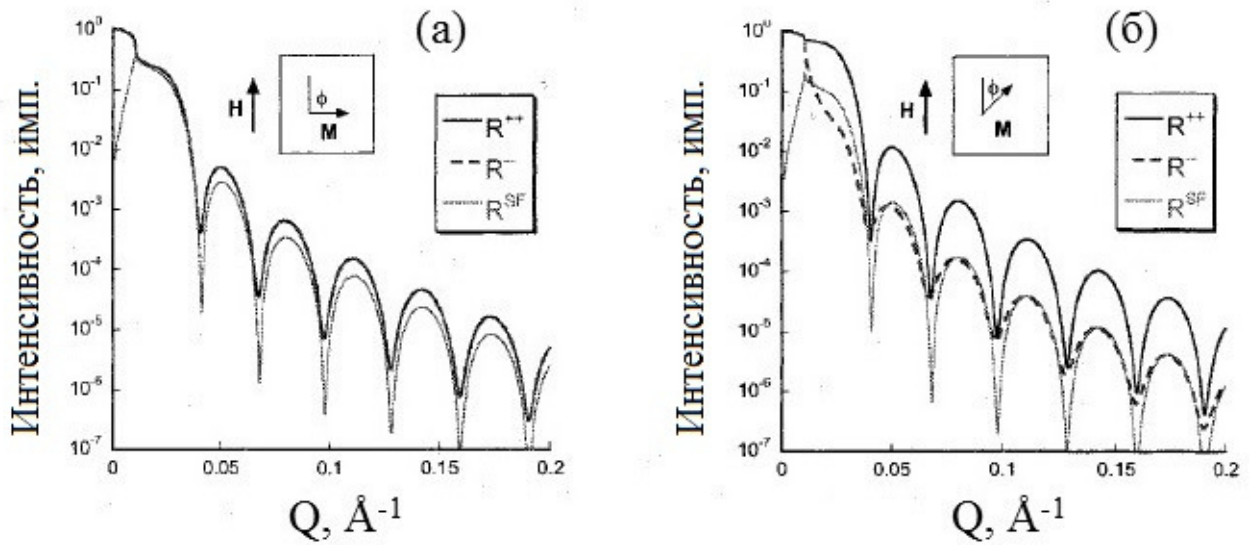


Рисунок 2.21 — РПН от Fe/Si, намагниченность Fe вращается на угол (а) $\varphi = 90^\circ$ и (б) $\varphi = 45^\circ$ относительно направления магнитного поля [51].

Качественное представление РПН.

Рассмотрим кинематические уравнения, которые описывают процесс отражения. В рамках аппроксимации Борна амплитуды спин-зависящего зеркального отражения будут записаны как

$$\begin{aligned} r_{BA}^{\pm\pm}(Q_\perp) &\propto \int_0^\Delta [\rho_n(y) \pm \rho_m(y) \cos \varphi(y)] e^{iQ_\perp y} dy, \\ r_{BA}^{\pm\mp}(Q_\perp) &\propto \int_0^\Delta \rho_m(y) \sin \varphi(y) e^{iQ_\perp y} dy. \end{aligned} \quad (2.41)$$

Рефлектометрия для компонент, не учитывающих ”спин-флип”, является суммой квадратов ядерного и магнитного структурных факторов с добавлением слагаемого, которое отвечает за интерференцию между ядерным и магнитным рассеянием. ”Спин-флип” компоненты имеют чисто-магнитную природу. В случае когда угол $\varphi = 90^\circ$ можно изолировать ядерный и магнитный рефлектометрические профили. РПН - метод измеряющий среднее значение намагниченности в плоскости образца с разрешением по глубине.

Вторая особенность заключается в том, что с помощью данной техники можно детектировать изолированный магнетизм слабомагнитных материалов. Например, можно вычислить индуцированный магнитный момент, вызванный эффектами близости, в таких материалах как Pd, который приобретает намагниченность на интерфейсах в контакте с Fe [81].

РПН очень полезна для изучения намагниченности в пленках и сверхрешетках, где намагниченность не изменяется с глубиной, но в тоже время различна в плоскости слоя. Например, когда образец состоит из магнитных доменов. **Важно заметить**, что размер магнитного домена может быть различным по отношению к степени когерентности нейтронного пучка. Это определяет какое рассеяние будет наблюдаться (диффузное, не зеркальное, зеркальное.) Диффузное рассеяние наблюдается, когда латеральная величина вариации намагниченности мала по отношению к длине когерентности нейтронного пучка. С другой стороны, если домены намного больше, чем размер пучка, информация может быть получена из зеркального рассеяния.

Рассматривая зеркальное рассеяние нейтронного пучка от слоя однородной толщины δ , который состоит из однодоменной однородной намагниченности и имеет латеральный размер намного больше, чем когерентный размер пучка, можно получить рефлектометрию домена, используя уравнение 2.41.

$$\begin{aligned} R_{BA}^{\pm\pm}(Q_\perp) &\propto (\rho_n^2 + \rho_m^2 \cos^2 \varphi \pm 2\rho_m \rho_n \cos \varphi)(1 - \cos Q_\perp \Delta), \\ R_{BA}^{SF}(Q_\perp) &= R_{BA}^{\pm\mp} \propto \rho_m^2 \sin^2 \varphi (1 - \cos Q_\perp \Delta). \end{aligned} \quad (2.42)$$

Используя отношение ρ_m и m , которое выражается как (2.33), мы получим перпендикулярные и параллельные компоненты m , такие как $m_\parallel \propto \rho_m \cos \varphi$ и $m_\perp \propto \rho_m \sin \varphi$. Используя (2.42), получим физическое значение разделения между ”не спин-флип” Δ_{NSF} и R^{SF} — ”спин флип”.

$$\begin{aligned}\Delta_{NSF}(Q_{\perp}) &= R_{BA}^{++}(Q_{\perp}) - R_{BA}^{--}(Q_{\perp}) \propto m_{\parallel}(1 - \cos Q_{\perp}\Delta), \\ R_{BA}^{SF}(Q_{\perp}) &\propto m_{\perp}^2(1 - Q_{\perp}\Delta).\end{aligned}\quad (2.43)$$

Разделение ”не спин-флип” Δ_{NSF} рефлектометрии пропорционально проекции намагниченности домена на направление магнитного поля, R^{SF} пропорционально квадрату намагниченности домена, перпендикулярно магнитному полю.

Примерные схемы доменного распределения изображены на рисунке 2.22. В первом случае амплитуды двух рефлектометрий от каждого домена будут наложены друг на друга: $\Delta_{NSF} = 0, R^{SF} = 0$. Во втором случае Δ_{NSF} будет иметь полностью ядерное происхождение, а величина $R^{SF} = 2\pi/\Delta$. В третьем случае рефлектометрия без ”спин-флипа” будет иметь период $4\pi/\Delta$, ”спин-флип” рефлектометрия будет равна нулю. Для последнего случая $\Delta_{NSF} = 0$, рефлектометрия имеет полностью ядерный характер, как и во втором случае, а величина $R^{SF} = 4\pi/\Delta$.

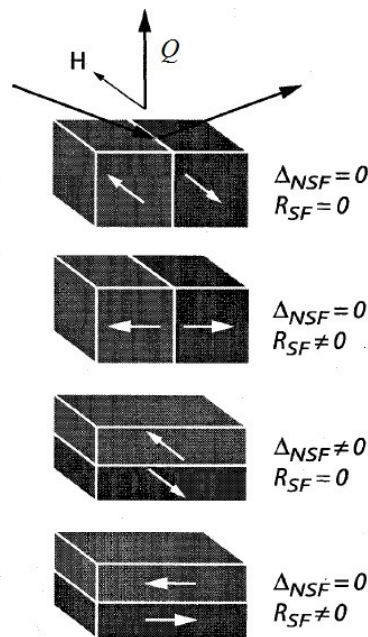


Рисунок 2.22 — Четыре примера магнитного материала, где средняя намагниченность вдоль направления внешнего магнитного поля равна нулю.

Приведенные в данном разделе теоретические принципы являются основой для программ обработки рефлектометрии поляризованных нейтронов, в частности, для программы ”GENX”, использованной автором. Программа находится в свободном доступе, ее можно загрузить по адресу: <http://genx.sourceforge.net/>.

2.2.3 Рентгеновский магнитный круговой дихроизм (XMCD)

XMCD — эффект, проявляющийся в намагниченных материалах (ферромагнитных металлах), выражающийся в разнице поглощения рентгеновского излучения с двумя степенями циркулярной поляризации. Впервые был обнаружен и описан для рентгеновского излучения в работах [82—85]. Разница в спектрах поглощения право и лево поляризованного рентгеновского излучения может использоваться для определения намагниченности в веществе. В отличие от других техник у XMCD есть ряд очень полезных особенностей. XMCD позволяет получить данные о спиновом и орбитальном моментах. Во-вторых, методика является элементарно-чувствительной, так как измерения производятся на краях поглощения различных элементов. XMCD — очень чувствительный метод, позволяющий детектировать слабые магнитные моменты с высокой точностью. Например, одним из важнейших применений данного метода является изучения нано-размерных структур, таких как сверхрешетки и тонкие пленки. Максимальная чувствительность XMCD может достигать $0.001\mu_B$ на атом. Отправной точкой, с которой стоит начать объяснение метода XMCD, является описание циркулярно поляризованной электромагнитной волны. В циркулярно поляризованном состоянии электрическое поле представлено спиралью, которая распространяется вокруг волнового вектора k . Вращение спирали возможно либо по часовой либо против часовой стрелки, как показано на рисунке 2.23.

Рассмотрим электронный переход из основного состояния атома на незанятые уровни с более высокими энергиями. Известно, что вероятность электронных переходов контролируется правилами отбора. Правила отбора накладывают ограничения на изменение квантовых чисел, описывающих основное и валентное состояние. Электронные переходы осуществляется путем взаимодействия электрического поля фотона с оператором электрического диполя. Этот оператор выражается произведением заряда на расстояние и является нечетной функцией. Правило отбора для дипольных переходов может быть выражено уравнением

$$\Delta l = \pm 1 \quad (2.44)$$

В процессе поглощения фотона его орбитальный момент J_z передается в образец, и для циркулярно поляризованного излучения можно записать следующие правила для переходов возбужденных электронов

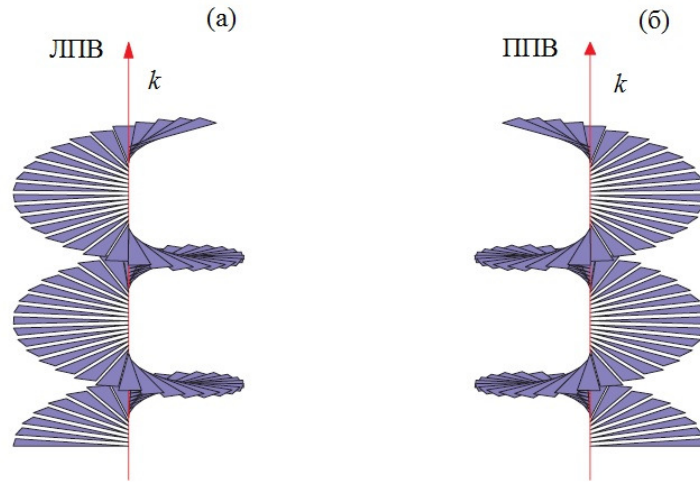


Рисунок 2.23 — Циркулярно поляризованное рентгеновское излучение, представленное геликоидальной лестницей, где ступень является вектором электрического поля. (а) Вектор k вращается по часовой стрелке — право поляризованная волна (ППВ), (б) Вектор k вращается против часовой стрелки — лево поляризованная волна (ЛПВ).

$$\Delta m = \begin{cases} +1, & \text{ППВ} \\ -1, & \text{ЛПВ} \end{cases} \quad (2.45)$$

Наглядное изображение правил отбора, приводящих к разнице в поглощении право и лево поляризованного показано на рисунке 2.24. На приведенной электронной схеме показан атом, состоящий из восьми электронов: два на $1s$ уровне, два на $2s$ уровне, четыре на $2p$ уровне, и два незанятых состояния на $2p$. Магнитное поле приложено вдоль направления вектора k . Из-за эффекта Зеемана, магнитное поле влияет на орбитальное вырождение $2p$ состояний $|\ell, m\rangle = |1, -1\rangle$, разделяя их на $|1, -1\rangle$, $|1, 0\rangle$ и $|1, 1\rangle$. Инициированный право поляризованной волной, переход с $1s$ $|0, 0\rangle$ на незанятое состояние $|1, 1\rangle$ удовлетворяет двум правилам отбора. В случае с лево поляризованной волной переход запрещен, так как разрешенное состояние $|1, -1\rangle$, на которое он может быть совершен, уже занято.

Для того, чтобы выполнить эксперимент, необходимо посчитать интенсивность рентгеновского пучка, который проходит через образец, толщиной d . Интенсивности поляризационных состояний обозначены знаками $+$ и $-$.

$$\begin{aligned} I_1^+ &= I_0^+ e^{-\mu^+ d} \\ I_1^- &= I_0^- e^{-\mu^- d} \end{aligned} \quad (2.46)$$

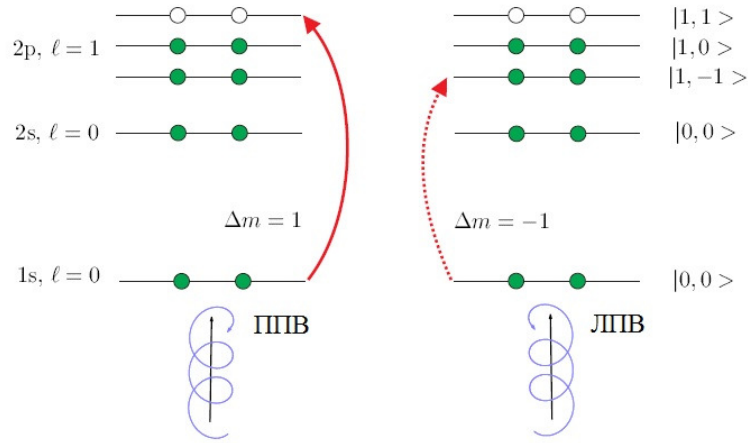


Рисунок 2.24 — Упрощённая энергетическая диаграмма для атома, состоящего из восьми электронов. Возможные переходы ограничены правилами для дипольных переходов $\Delta\ell = \pm 1$ и правилами для двух различных поляризаций излучения (2.45) [86].

μ^\pm - коэффициент поглощения. Коэффициент поглощения может быть выражен через измеряемую интенсивность как

$$\mu^+ = \frac{1}{d} \log_e \left(\frac{I_0^+}{I_1^+} \right). \quad (2.47)$$

Также для другой степени поляризации. Чувствительность XMCD увеличивается, когда энергия фотонов близка к краю поглощения, в то время как фотон образует возбуждение электронного перехода на уровень, который магнитно-поляризован. Для переходных металлов характерны переходы на $3d$ уровень, для редкоземельных металлов на $4f$. Стоит отметить, что существуют различные геометрии для XMCD эксперимента: нормальная (пучок проходит через образец), геометрия отражения рентгеновского пучка.

Одной из причин, по которой методика XMCD стала настолько популярной, является возможность определения орбитального m_o и спинового m_s моментов. Моменты можно определить с помощью правил сумм, которые выражены интегралами спектров поглощения на соответствующих краях [83; 84].

$$\frac{\int_{j_++j_-} dw(u^+ - u^-)}{\int_{j_++j_-} dw(u^+ - u^- + u^0)} = \frac{1}{2} \frac{l(l+1) + 2 - c(c+1)}{l(l+1)(4l+2-n)} \langle L_z \rangle. \quad (2.48)$$

$$\frac{\int_{j_+} dw(u^+ - u^-) - [(c+1)/c] \int_{j_-} dw(u^+ - u^-)}{\int_{j_++j_-} dw(u^+ - u^- + u^0)} = \frac{l(l+1) - 2 - c(c+1)}{3c(4l+2-n)} \langle S_z \rangle + \frac{l(l+1)[l(l+1) + 2c(c+1) + 4] - 3(c-1)^2(c+2)^2}{6lc(l+1)(4l+2-n)} \langle T_z \rangle \quad (2.49)$$

l - орбитальное квантовое число валентного состояния, c - орбитальное квантовое число основного состояния. $n_h = (4l + 2 - n)$ - число дырок, n - число электронов в валентной зоне (определяется из расчета зонной структуры). T_z - среднее значение оператора магнитного диполя, который является мерой анизотропии спиновой плотности. u^+, u^-, u^0 - коэффициенты поглощения для лево поляризованного, право поляризованного и линейно поляризованного света, соответственно. j - край поглощения.

Для переходных металлов величина T_z является пренебрежимо малой, в то время как для РЗМ этой величиной нельзя пренебрегать из-за сильной спиновой анизотропии спиновой плотности незаполненных электронных уровней.

Использование данного экспериментального метода позволило получить элементарно-чувствительные петли магнитного гистерезиса сверхрешеток Dy/Gd.

2.2.4 Ядерно-резонансная рефлектометрия

Ядерно-резонансная рефлектометрия - метод, позволяющий исследовать фазовый состав и определять изотопическую и магнитную структуру тонких пленок и сверхрешеток [87]. Как было описано ранее, интерференция отраженных рентгеновских лучей приводит к возникновению профилей рефлектометрии $R(Q)$, построенных в зависимости от волнового вектора. Спектры ядерно-резонансной рефлектометрии $I(\theta)$ являются чувствительными к магнитному упорядочению в слоях. Спектры можно измерить на станциях синхротронного излучения как интеграл по времени задержки t_d в виде

$$I^{\text{яд}}(\theta) = \int_{\Delta}^T I^{\text{яд}}(\theta, t_d) dt_d, \quad (2.50)$$

где Δ - мертвое время детектора (время, когда детектор не считает фотоны) после мгновенного импульса. T - интервал между импульсами синхротрон-

ного излучения. Временная зависимость интенсивности ядерно-резонансного отражения вычисляется через Фурье-преобразование амплитуд отражения в энергетическом представлении $R^{\sigma \rightarrow \sigma, \pi}(\theta, \omega)$:

$$I^{\text{яд}}(\theta, t) = \left| \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} R^{\sigma \rightarrow \sigma}(\theta, \omega) e^{-i\omega t} d\omega \right| + \left| \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} R^{\sigma \rightarrow \pi}(\theta, \omega) e^{-i\omega t} d\omega \right| \quad (2.51)$$

Алгоритм вычисления, которых представлен в работе [88].

Поскольку ядерно-резонансное рассеяние зависит от ориентации сверхтонкого магнитного поля B_{hf} , которое возникает в результате взаимодействия атомного ядра с магнитным полем, создаваемым электронами в свободных атомах, молекулах или твердых телах. Изменение магнитного периода в многослойных периодических структурах за счет антиферромагнитного или геликоидального межслойного упорядочения приводит, как и в случае рефлектометрии поляризованных нейтронов (РПН), к появлению дополнительных максимумов на угловых зависимостях ядерно-резонансного отражения, которые показаны на рисунке 2.25 [89].

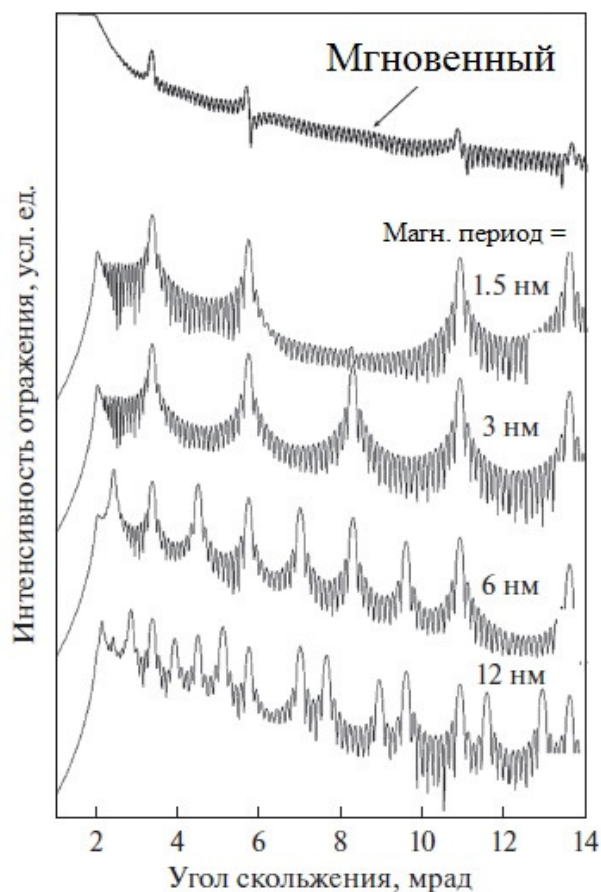


Рисунок 2.25 — Угловые зависимости мгновенно отраженного сигнала (prompt) от $Cr(10 \text{ нм})/[Dy(3 \text{ нм})/Gd(6 \text{ нм})] \times 20/Al_2O_3$ образца, соответствующие кривым рентгеновской рефлектометрии для излучения с энергией фотонов 25.6 кэВ (верхняя кривая), и кривые ядерно-резонансного отражения для разных моделей спирального магнитного упорядочения в структуре: на кривых указан период магнитной спирали. Кривые смещены по вертикали [88].

3 Структурные свойства

3.1 Синтез образцов

Основная трудность синтеза эпитаксиальных редкоземельных наноструктур заключается в том, что для этого необходимы монокристаллические подложки, обладающие ГПУ кристаллической структурой с близкими к заданным постоянными решетки. Таких подложек в нашем распоряжении нет, а рост на доступных монокристаллических подложках из полупроводников или диэлектриков невозможен из-за химических реакций между подложкой и редкими землями, приводящими к образованию переходных слоев переменной концентрации. Эта трудность была разрешена в 1985 г. [90], когда было экспериментально обнаружено, что можно вырастить монокристаллические слои (0001) Y эпитаксиально на монокристаллических слоях (110) Nb, которые, в свою очередь, могут быть выращены на подложках (1120) Al₂O₃ [91]. Трудности, возникающие из-за химической реакции между РЗМ и подложкой, была решена использованием буферного слоя, который не реагировал ни с РЗМ, ни с сапфировой подложкой. Выбор Nb в качестве буферного слоя - идеальное решение для поставленной задачи по нескольким причинам: Nb очень слабо реагирует с РЗМ; существует ряд работ, которые изучали рост Nb на поверхности сапфира, по результатам которых просто получить данные о режимах синтеза [92]. Синтез буферного слоя является крайне непростой задачей, для его обеспечения необходимо точно оптимизировать температуру роста, правильно подготовить подложку, а также толщина самого слоя Nb сильно влияет на кристаллическую структуру. Все эти вопросы необходимо было решить в процессе настоящей работы. Рост сверхрешеток обычно производится в последовательности, которая изображена на рисунке 3.1.

Авторы вышеприведенных работ исследовали рост сверхрешеток методом дифракции быстрых электронов. Было выявлено, что (0001) Y, который был необходим для перехода непосредственно к самой редкоземельной структуре, вступает в плоскостное соотношение с слоем (110) Nb, которое называется соотношением Нишиямы-Вассермана [93]. Соотношение выражается в соответствии расстояний между атомами ГПУ Y и ОЦК Nb в направлениях $[\bar{1}2\bar{1}0]$ - Y и $[002]$ - Nb и соот-

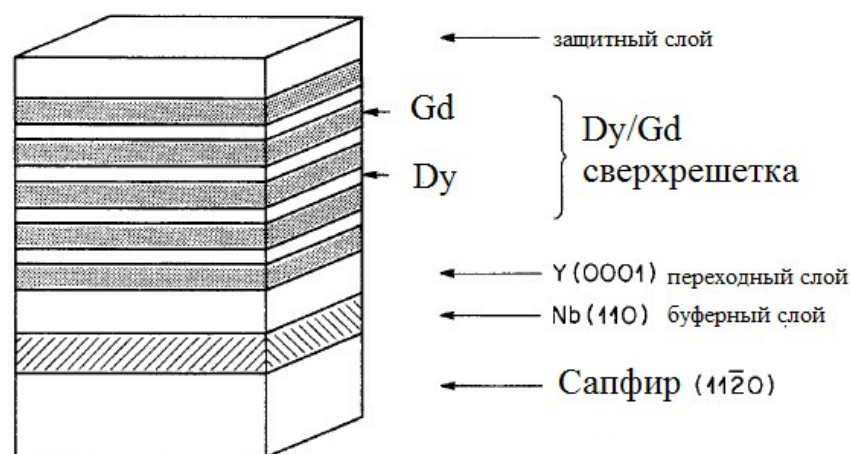


Рисунок 3.1 — Схема сверхрешетки [34].

ветственно в ортогональном направлении $[10\bar{1}0]$ - Y, $[1\bar{1}0]$ - Nb, как показано на рисунке 3.2 [91].

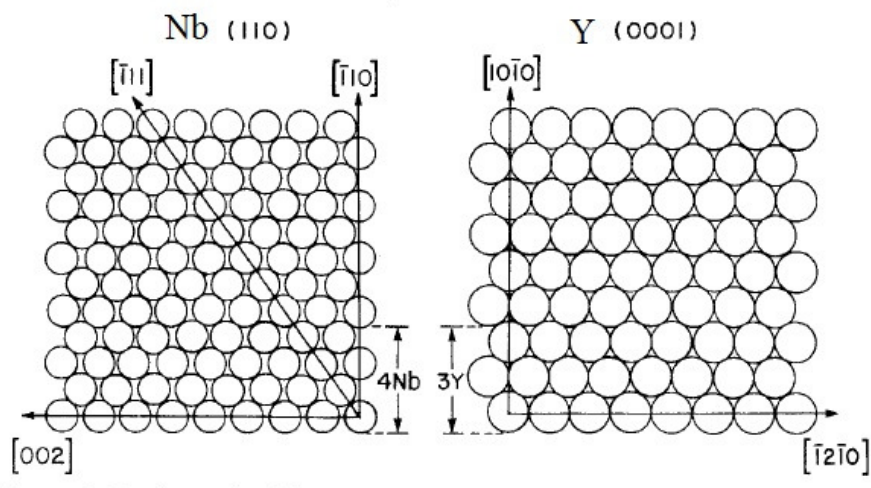


Рисунок 3.2 — Эпитаксиальная структура в плоскости между Y (0001) и Nb (110) [34].

Необходимо обратить внимание на то, что в плоскости расстояния между атомами становятся соизмеримыми и находятся в отношении 3 : 4. Режимы роста, оптимизированные для РЗМ, в частности для Dy и Gd, описанные в работах [34; 91; 94; 95], подходят только для использования установки Молекулярно-лучевой эпитаксии, и нуждались в их доработке для магнетронного распыления, которое использовалось в диссертационной работе.

Серия тонких пленок Dy и сверхрешеток Dy/Gd с различными толщинами Dy и Gd была синтезирована методом высоковакуумного магнетронного распыления на постоянном токе на установке ULVAC - MPS4000C6 в лаборатории электрических явлений (ИФМ УрО РАН) совместно с Проглядом В. В. Общий

вид магнетронной установки приведен на рисунке 3.3. В состав установки входят: 1) загрузочная камера, оборудованная радиочастотным магнетроном, для подготовки подложек для напыления; 2) камера для напыления диэлектриков; 3) камера напыления металлов, которая содержит шесть магнетронных источников на постоянном токе. Перед напылением вакуум в камере достигает значения 5×10^{-7} Па. Напыление же производится с использованием аргона. Для обеспечения однородности толщины подложка вращается в процессе напыления. Мишени, используемые в камере напыления металлов, представляют собой диски диаметром 50 мм.

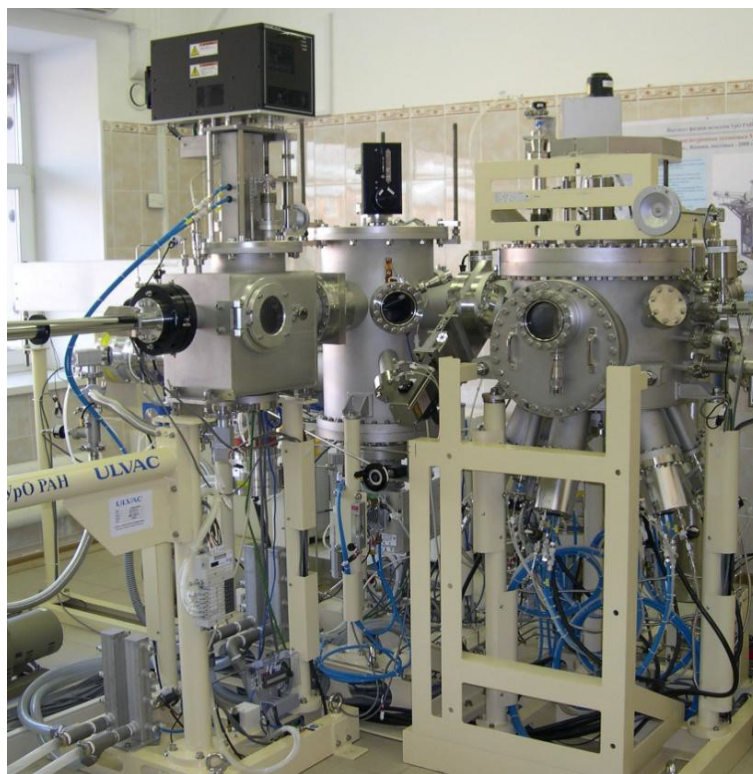


Рисунок 3.3 — Трехкамерная высоковакуумная магнетронная напылительная система MPS4000C6.

На верхнюю часть магнетрона в камере напыления металлов устанавливается держатель с прикрепленной к нему мишенью, как показано на рисунке 3.4. Перед напылением создается вакуум в камере. Между катодом, которым является мишень, и анодом (большим и малым колпаками над мишенью) прикладывается напряжение для эмиссии электронов с катода. После этого в камеру подается аргон, образующиеся ионы аргона под действием напряжения ускоряются, бомбардируя мишень, выбивая атомы с поверхности. Процесс напыления контролируется программой, которая регулирует открывание и закрывание мишеней. Ниже приведены технологические параметры напыления:

1. Мощность магнетронов - 100 Вт
2. Давление аргона - 0.1 Па
3. Чистота аргона - 99,9998 %
4. Температура подложки во время напыления - (300 ± 2) К
5. Скорость осаждения Dy/Gd $1.02 \text{ \AA}/\text{сек}$
6. Напряженность магнитного поля приложенного в плоскости подложки - 110 Э
7. Остаточное давление газов в камере напыления перед запуском аргона 5×10^{-7} Па.

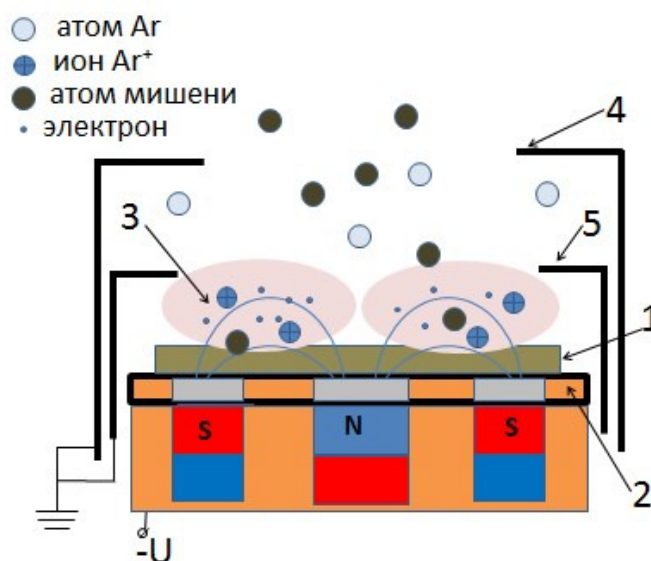


Рисунок 3.4 — Схематическое изображение распыления атомов мишени при магнетронном разряде. 1 – мишень (катод), 2 – держатель мишени (чередующиеся кольцевые полосы из меди и магнитного металла), 3 – плазма магнетронного разряда, 4, 5 – большой и малый колпаки из нержавеющей стали (аноды)

Параметры роста (скорости и температуры), известные из литературы для обеспечения успешного роста редкоземельных наноструктур методом молекулярно-лучевой эпитаксии были существенно оптимизированы нами для случая высоковакуумного магнетронного распыления. Формула образца может быть выражена как: $(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}/(0001)[Dy(t)/Gd(t)] \times 20/Al(100\text{\AA})$ или $Cr(100\text{\AA})$, где t - толщина, которая варьировалась от 15 до 180 \AA . Также была выращена пленка Dy с таким же буфером и переходным слоем. Монокристаллические подложки $(11\bar{2}0)Al_2O_3$

отжигались при температуре 435 °С в течение одного часа, после чего на них наносился буферный слой Nb толщиной 1000 Å, далее проводился отжиг один час при этой же температуре. Далее температура подложки была снижена до 350°С и был выращен слой толщиной 500 Å, на который затем при температуре 150°С росли многослойные структуры Dy/Gd, начиная со слоя Dy. Для защиты от окисления, после охлаждения структуры в ростовой камере до комнатной температуры, на верхний слой Gd был нанесен защитный слой Al или Cr толщиной 100 Å.

Температуры были подобраны нами методом ”проб и ошибок” с тем, чтобы обеспечить наилучший баланс между качеством межслойных границ (контролируется с помощью рентгеновской рефлектометрии) и внутрислойной кристаллической структурой (контролируется с помощью рентгеновской дифракции высокого разрешения). Использование рекомендуемых параметров, которые были указаны в ранее опубликованных работах, (рост Y при температуре 550°С и редкоземельных металлов при температуре 250°С в нашем случае приводит в существенной деградации слоистой структуры Dy/Gd из-за усиленной взаимной интердиффузии при незначительном улучшении качества внутрислойной кристаллической структуры. Список исследованных различными методами образцов приведен в таблице 4.

3.2 Характеризация образцов методом рентгеновской рефлектометрии

Рентгеноструктурный анализ проводился с использованием лабораторного дифрактометра Panalytical Empyrean Series 2. Для исследования использовались рентгеновские трубки с CrK_{α} и CoK_{α} излучением. Для обеспечения высокой степени разрешения на первичном пучке использовался монохроматор, состоящий из параболического зеркала на основе сверхрешетки W/Si и двухкристального монохроматора (220) Ge, одновременно предоставляющий высокую скорость измерения и интенсивность. Высота пучка, ограниченного щелью, составляла 0.05 мм. На вторичном пучке устанавливался плоскопараллельный коллиматор с плоским графитовым монохроматором, который настраивался на нужную длину волны, а также устанавливалась коллимирующая щель с экваториальной апертурой 0.1 мм. Анализ рентгеновской рефлектометрии дал информацию о толщинах

Таблица 4 — Исследованные образцы

Образец	Формула
1	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/Y500\text{\AA}$ $/(0001)Dy(1000\text{\AA})/Cr(100\text{\AA})$
2	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(15\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
3	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(60\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
4	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(90\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
5	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(30\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
6	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(60\text{\AA})/Gd(30\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
7	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(180\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
8	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(120\text{\AA})/Gd(60\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$
9	$(11\bar{2}0)Al_2O_3/(110)Nb1000\text{\AA}/(0001)Y500\text{\AA}$ $/(0001)[Dy(90\text{\AA})/Gd(30\text{\AA})] \times 20/Al(100\text{\AA})$

отдельных слоев. Обработка (фитирование) рефлектограмм проводилась с помощью коммерческой программы PANalytical X'Pert Reflectivity.

На рисунке 3.5 представлен рефлектометрический от пленки Dy толщиной 1000 Å, измеренная на излучении CrK_α . Анализ показал, что толщины металлов, щих в состав образца близки к номинальным.

На рисунках 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 3.10 представлены типичные рефлектограммы вместе с кривой фитирования, измеренные для сверхрешеток, представленных в таблице 4. На графиках видны резкие брегговские пики, которые отражают наличие периодической многослойной структуры вдоль нормали к поверхности образца. Из обработки рефлектограмм были определены толщины отдельных слоев, образующих сверхрешетки, а также среднеквадратичные шероховатости межслойных границ, которые составляют 2–3 атомных монослоя. Толщина слоев отличается от номинальной на 1-2 Å. Никакой систематической зависимости

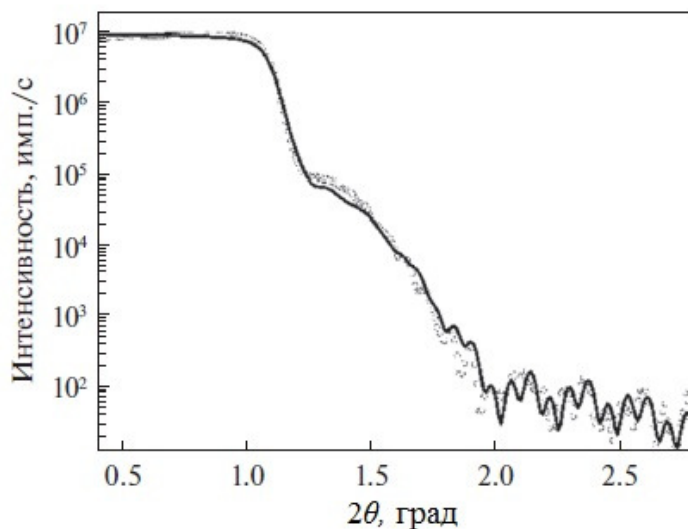


Рисунок 3.5 — Рефлектометрия от образца с толщиной слоя Dy 1000 Å, измеренная на CrK_{α} излучении.

свойств межслойных границ от толщины слоев диспрозия в образцах серии обнаружено не было.

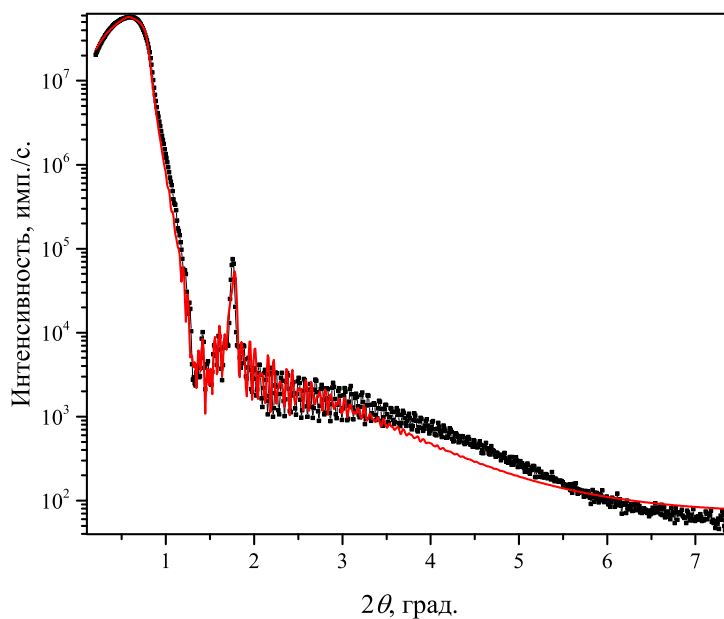


Рисунок 3.6 — Рефлектометрия (символы) и результат фитирования (сплошная линия) для сверхрешетки с толщинами РЗМ Dy(15Å)/Gd(60Å), измеренный на CoK_{α} излучении.

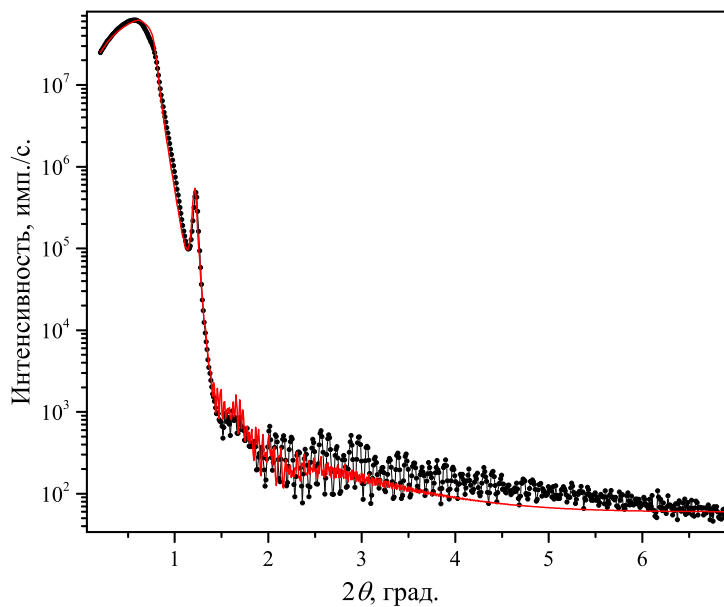


Рисунок 3.7 — Рефлектометрия (символы) и результат фитирования (сплошная линия) для сверхрешетки с толщинами РЗМ Dy(60Å)/Gd(60Å), измеренный на CoK_{α} излучении.

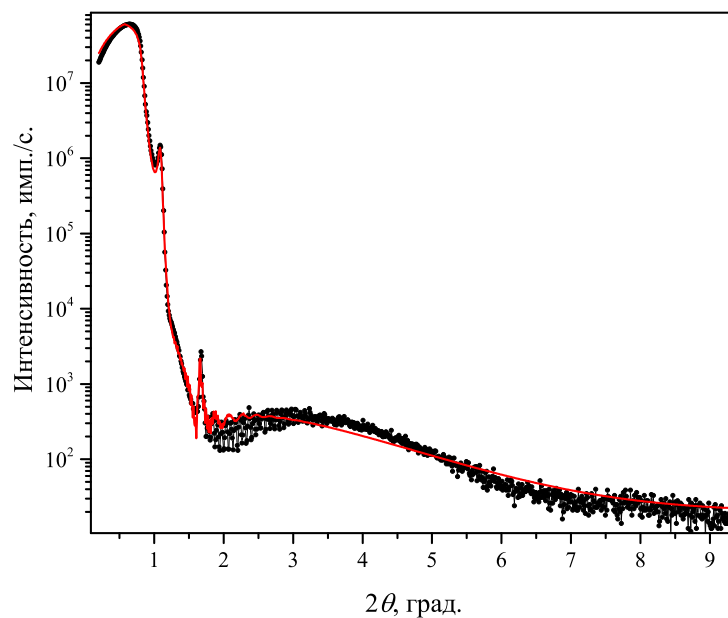


Рисунок 3.8 — Рефлектометрия (символы) и результат фитирования (сплошная линия) для сверхрешетки с толщинами РЗМ Dy(90Å)/Gd(60Å), измеренный на CoK_{α} излучении.

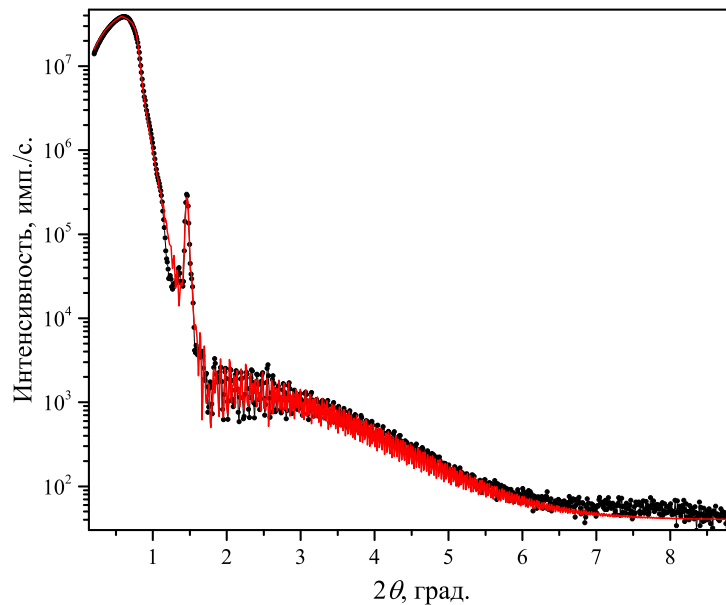


Рисунок 3.9 — Рефлектометрия (символы) и результат фитирования (сплошная линия) для сверхрешетки с толщинами РЗМ Dy(30Å)/Gd(60Å), измеренный на CoK_{α} излучении.

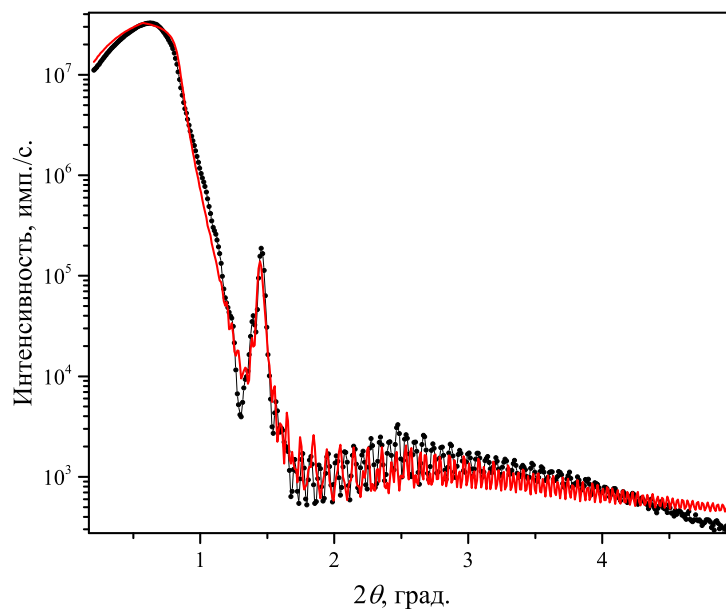


Рисунок 3.10 — Рефлектометрия (символы) и результат фитирования (сплошная линия) для сверхрешетки с толщинами РЗМ Dy(60Å)/Gd(30Å), измеренный на CoK_{α} излучении.

3.3 Характеризация образцов методом рентгеновской дифракции высокого разрешения и картирования обратного пространства

Измерения проводились на лабораторном дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2, с использованием CuK_{α} рентгеновского излучения. В измерениях на падающий пучек был установлен монохроматор, на отраженный пучек устанавливался позиционно-чувствительный детектор PIXcel^{3D}, обеспечивающий разрешение по шкале 2θ не менее 0.0016° . Обработка полученных дифрактограмм и карт обратного пространства была выполнена с помощью коммерческой программы PANalytical X'Pert Eritaxu. На рисунке 3.11 представлена кривая рентгеновской дифракции от пленки Dy толщиной 1000 \AA измеренная вдоль направления роста образца, совпадающего с направлением подложки $[11\bar{2}0]Al_2O_3$. Из анализа рентгенограммы на рисунке 3.11 можно сделать вывод, что в направлении роста образца выполняются эпитаксиальные соотношения $[11\bar{2}0]Al_2O_3 || [011]Nb || [0002]Dy || [011]Cr$, известные для эпитаксиального роста многослойных наноструктур редкоземельных металлов [34]. На дифрактограммах, полученных от пленки Dy и от сверхрешеток Dy/Gd невозможно увидеть пик от Y. Это объясняется тем, что Y имеет схожие с Dy и Gd значения констант кристаллической решетки. Слой Y наблюдался в данной серии образцов методом электронной микроскопии, данные представлены в работе [96].

Для определения эпитаксиальных соотношений и структурных параметров в плоскости образца было проведено **картирование обратного пространства** вблизи асимметричных брегговских рефлексов $(105)Dy$ и $(21\bar{3}1)Al_2O_3$. На рисунке 3.12 представлена карта рентгеновского рассеяния, включающая два вышеуказанных брегговских рефлекса, для пленки диспрозия толщиной 1000 \AA . На графике виден интенсивный рефлекс от подложки при $2\theta = 84.3^{\circ}$ и широкий размытый пик от пленки Dy при $2\theta = 92.5^{\circ}$. Наблюдаемая на графике прямая линия, проходящая через рефлекс от подложки — инструментальный эффект, возникающий из-за расходимости и недостаточной степени монохроматизации рентгеновского пучка. Угол между атомными плоскостями $(105)Dy$ и $(21\bar{3}1)Al_2O_3$ составляет 3.77° . В пленке формируется аксиальная текстура с направлением (0001) вдоль нормали к поверхности образца, в то время как латеральная корреляционная длина в базисной плоскости равна 1 нм , а мозаичность составляет 6° .

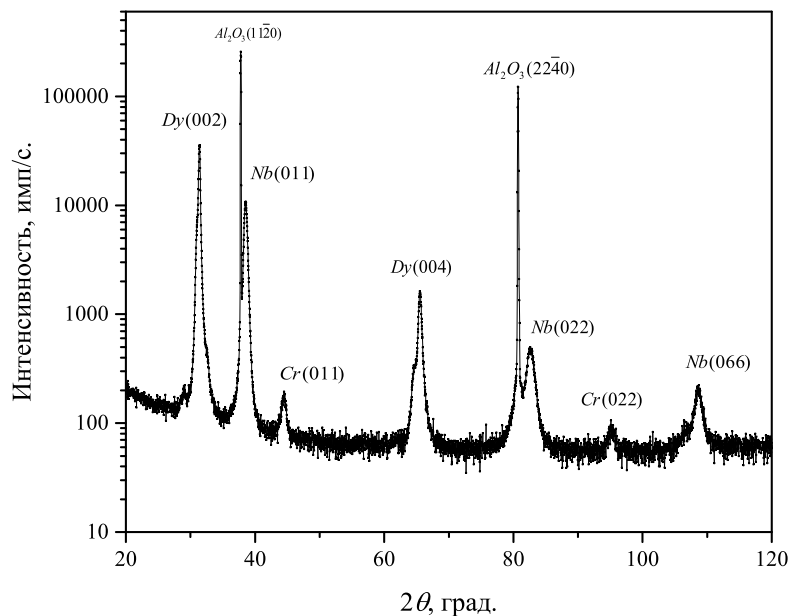


Рисунок 3.11 — Кривая рентгеновской дифракции от образца с толщиной слоя Dy 1000 Å, измеренная на излучении CuK_{α} вдоль направления роста образца, задаваемого ориентацией подложки $[11\bar{2}0]Al_2O_3$.

Для сверхрешеток Dy/Gd с различными толщинами Dy и Gd также была проведена серия экспериментов. На рис представлена кривая рентгеновской дифракции от сверхрешетки Dy(60Å)/Gd(60Å), измеренная вдоль направления роста образца, совпадающего с направлением подложки $[11\bar{2}0]Al_2O_3$, на которой проиндексированы наблюдаемые рефлексы. В измерениях использовалось CoK_{α} излучение. На рисунке 3.13 наблюдаются рефлексы двух порядков от подложки и ОЦК-Nb, а также рефлексы трех порядков от периодической структуры Dy/Gd. Наблюдающаяся тонкая структура рефлексов Dy/Gd обусловлена наличием сверхрешеточной периодичности, расстояние между сверхрешеточными пиками в определяется исключительно периодом сверхрешетки. Отметим, что для всех образцов серии период сверхрешетки, определенный из расстояния между сателлитами на дифрактограммах, совпадает с периодом, определенных из анализа данных рентгеновской рефлектометрии.

На рисунке 3.14 приведена типичная дифрактограмма, построенная в Q -пространстве для основного образца серии, который измерялся на нейтронных и синхротронных источниках. Анализ данных подтверждает высокое кристаллическое качество, полученных образцов.

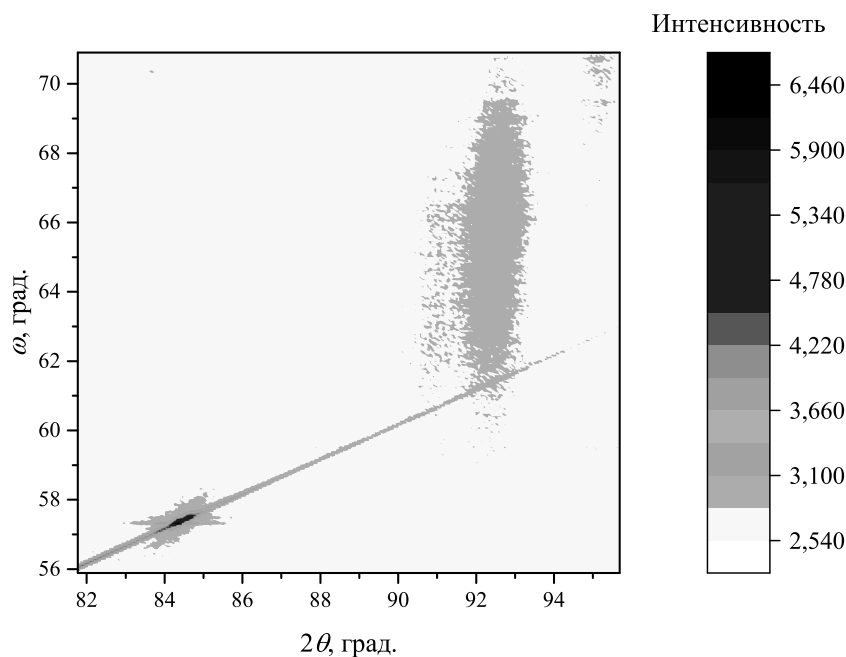


Рисунок 3.12 — Карта рентгеновского рассеяния от образца с толщиной слоя Dy 1000 Å через брегговские рефлексы (105) Dy и $(21\bar{3}1)$ Al₂O₃.

Высокое качество кристаллической структуры полученных систем подтверждается измерениями рентгеновской дифракции вблизи асимметричных брегговских рефлексов. На рисунке 3.15 приведено значение интенсивности асимметричного брегговского рефлекса Dy/Gd $(\bar{1}05)$ для образца Dy(60Å)/Gd(60Å) при вращении образца вокруг нормали к поверхности. Наличие оси шестого порядка структуры ГПУ свидетельствует о высоком качестве “псевдомонокристаллической сверхрешетки”.

На рисунке 3.16 представлена рентгеновская дифрактограмма для трех образцов с разной толщиной диспрозия, измеренная вблизи рефлекса (0002) Dy/Gd. Характерно, что не наблюдается отдельных брегговских пиков (0002) Dy и (0002) Gd, для обоих металлов постоянные решетки одинаковы.

На графике наблюдается систематический сдвиг системы сателлитов в сторону больших углов 2θ по мере увеличения толщины слоев диспрозия в сверхрешетке, что отражает уменьшение параметра кристаллической решетки с ростом концентрации диспрозия в периоде сверхрешетки. На рисунке 3.17 приведена зависимость параметра кристаллической решетки от соотношения толщины диспрозия к суммарной толщине РЗМ в периоде сверхрешетки, определенная из анализа дифрактограмм. Ошибка определения параметра c не превышает 0.1%.

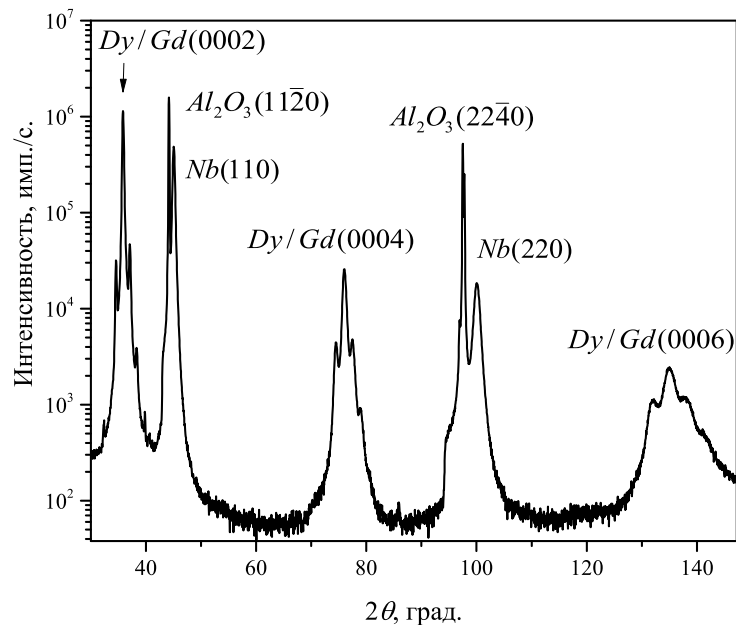


Рисунок 3.13 — Дифрактограмма от образца $\text{Dy}(30\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$, измеренная вдоль направления роста образца, задаваемого ориентацией подложки $[11\bar{2}0]\text{Al}_2\text{O}_3$.

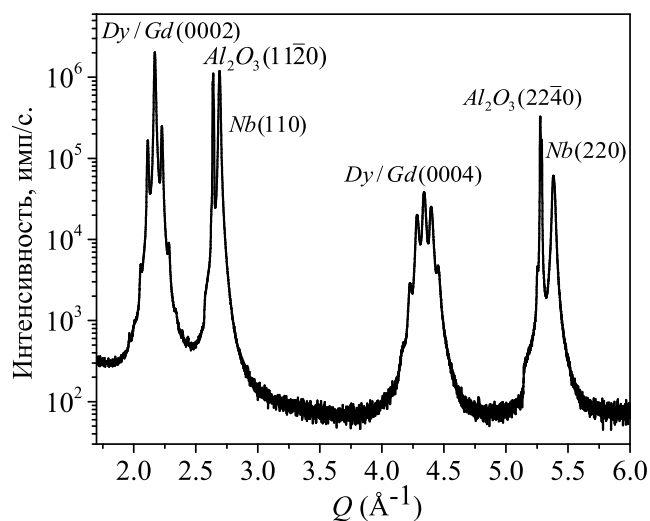


Рисунок 3.14 — Дифрактограмма от образца $\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$, измеренная вдоль направления роста образца, задаваемого ориентацией подложки $[11\bar{2}0]\text{Al}_2\text{O}_3$.

Для определения эпитаксиальных соотношений и структурных параметров в плоскости образца было проведено **картирование обратного пространства** вблизи асимметричных брегговских рефлексов $(\bar{1}015)\text{Dy/Gd}$, $(31\bar{4}4)\text{Al}_2\text{O}_3$ и $(103)\text{Nb}$. На рисунке 3.18 представлена двумерная карта, построенная в обратном пространстве, для образца $\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$. 2θ - угол дифракции, ω - угол падения.

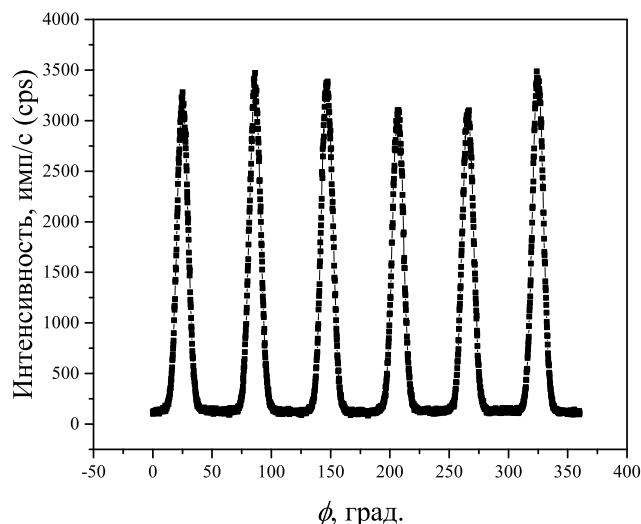


Рисунок 3.15 — Диаграмма интенсивности асимметричного брегговского рефлекса Dy/Gd ($\bar{1}05$) при вращении образца вокруг нормали к поверхности.

Интенсивный рефлекс - отражение от подложки при угле $2\theta = 112.1^\circ$. Два широких рефлекса - один из которых, является пиком от сврхрешетки Dy/Gd ($2\theta = 112.8^\circ$), второй ($2\theta = 118^\circ$) - отражение от буферного слоя Nb. Из анализа двумерной карты и одномерной симметричной дифрактограммы, было выявлено, что для образца Dy(60\AA)/Gd(60\AA) происходит взаимное согласование кристаллических решеток, таким образом, что решетка Dy подстраивается под Gd, сжимаясь в плоскости образца на 1.2%. Точность определения решеточных констант имеет ошибку не превышающую 0.1%. Параметры кристаллической решетки буферного слоя Nb не изменяются по сравнению с объемными значениями. Угол между атомными плоскостями ($\bar{1}05$) Dy и (103) Nb составляет 6.18° (6.5° - значение для объемных Nb и Dy). Оценки латеральной корреляционной длины составляют 7100 пм для Nb и 700 пм для Dy/Gd. Степень мозаичности Nb составляет 0.5° ; а для Dy/Gd – 5.8° .

3.4 Выводы по главе 3

Таким образом, анализ данных рентгеновских исследований показал, что синтезированные сврхрешетки представляют собой псевдо-монокристаллы, в которых реализуется искусственная периодичность в направлении роста и со-

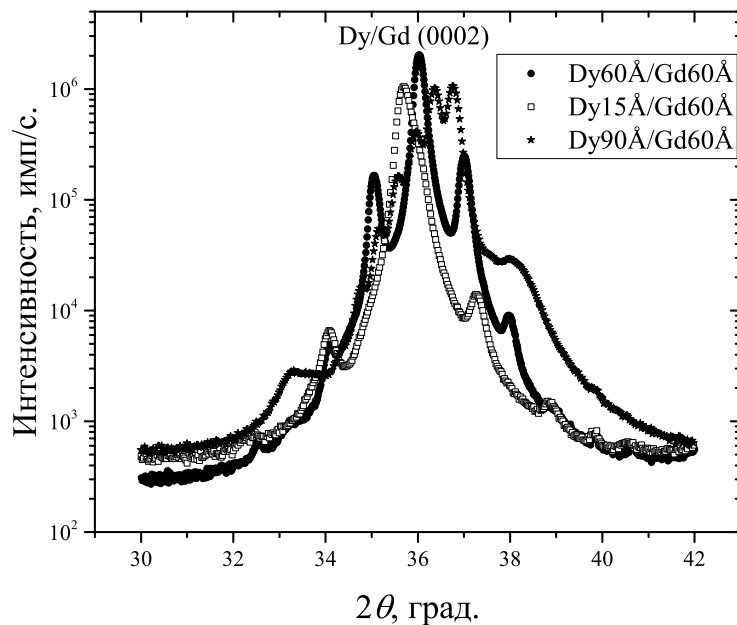
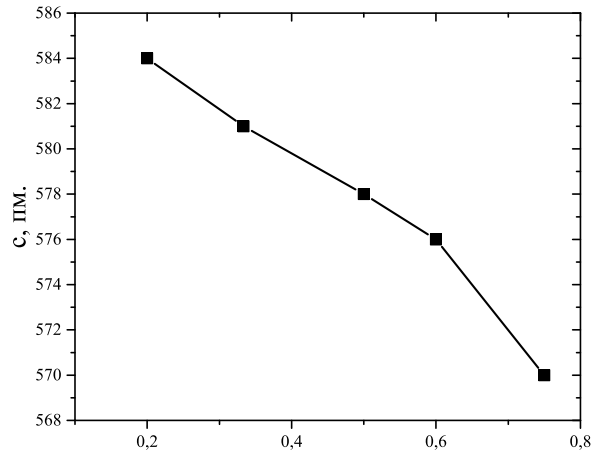


Рисунок 3.16 — Кривая дифрактограммы для рефлекса (0002) Dy/Gd, измеренная для образцов с разным соотношением толщин диспрозия и гадолиния в сверхрешетке.

гласование кристаллических решеток Dy и Gd. Наличие определенной текстуры в образцах является одним из критически важных условий для реализации сложных магнитных эффектов, которые могут проявляться в вышеописанных системах.

Результаты, изложенные в данной главе опубликованы в работах [89; 97; 98].



Отношение толщины Dy к суммарной толщине Dy и Gd в периоде.

Рисунок 3.17 — Зависимость среднего значения параметра кристаллической решетки от отношения толщины Dy к суммарной толщине Dy и Gd в периоде сверхрешетки.

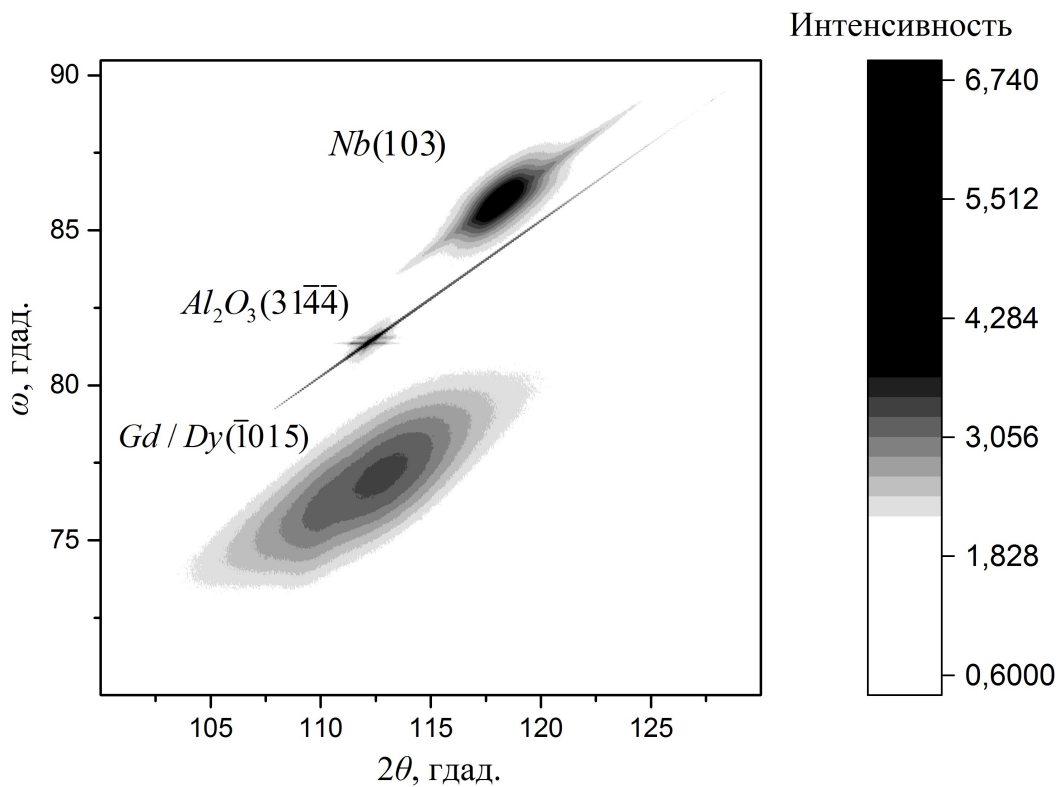


Рисунок 3.18 — Карта обратного пространства для образца Dy(60Å)/Gd(60Å), захватывающая асимметричные брегговские рефлексы $(\bar{1}015)$ Dy/Gd, $(31\bar{4}4)Al_2O_3$ и (103) Nb. Интенсивность на графике приведена в логарифмическом масштабе.

4 Магнитные свойства сверхрешеток Dy/Gd

4.1 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом СКВИД магнетометрии

В 4 главе описаны магнитные исследования свойств сверхрешёток Dy/Gd. Важно отметить, что из всей серии сверхрешеток, исследованных методом СКВИД-магнетометрии, был выбран один, наиболее перспективный образец - сверхрешетка с одинаковыми толщинами Dy и Gd — Dy(60Å)/Gd(60Å). Данная сверхрешетка была выбрана для исследований методом ХМСД-магнетометрии, а также методом РПН. Магнитные измерения при низких температурах проводились на СКВИД-магнитометре в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН. Для анализа магнитных свойств была использована пленка Dy (11 $\bar{2}$ 0)Al₂O₃/(110)Nb1000Å/(0001)Y500Å / (0001)Dy(1000Å)/Cr(100Å). В данной главе приведены данные по намагниченности образцов, полученные при нормировке измеренного магнитного сигнала на объем, занимаемый магнитным материалом. На рисунке 4.1 приведена зависимость намагниченности пленки от температуры $M(T)$, измеренная в поле 100 Э, приложенном в плоскости образца. Образец был сначала охлажден в нулевом магнитном поле, и далее было приложено магнитное поле и проведены измерения при нагревании и охлаждении образца в приложенном поле. По данным из рисунка можно оценить, что температура Нееля образца $T_N = 183$ К, что близко к значению температуры Нееля объемного диспрозия. Особенности на температурной зависимости на рисунке 4.1 наблюдаемые при температурах 140–150 К, а именно – пик при нагревании и излом на кривой охлаждения, не характерны для объемного диспрозия. Они могут быть связаны с изменениями магнитного упорядочения в антиферромагнитной фазе аналогично тому, как это наблюдается в сверхрешетках Dy/Y и Dy/Gd [34; 39].

При температурах $T \approx 10$ К образец переходит в ферромагнитное состояние. На рисунке 4.2 представлена петля гистерезиса для ферромагнитной фазы данного образца, измеренная при температуре 10 К. Значение намагниченности насыщения пленки близко к значению для объемного диспрозия, что подтверждает высокое совершенство структуры исследованного образца.

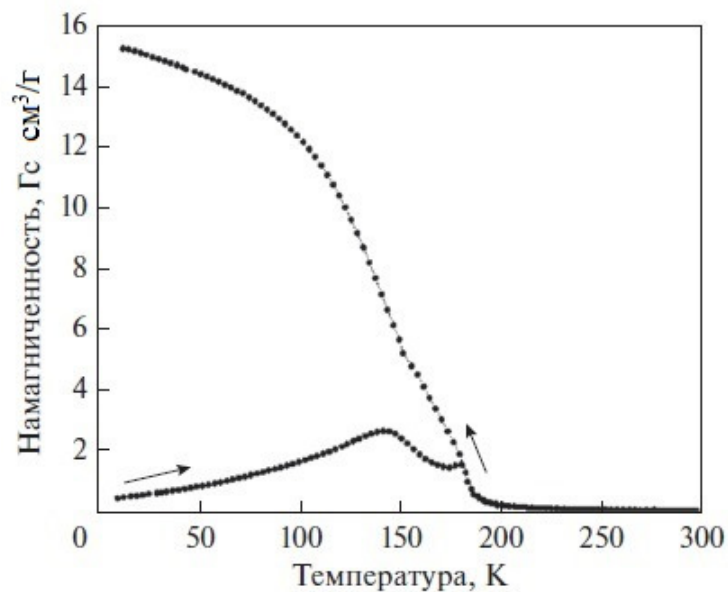


Рисунок 4.1 — Температурная зависимость намагниченности для образца с толщиной слоя Dy 1000 Å, измеренная в магнитном поле 100 Э после охлаждения образца в нулевом поле.

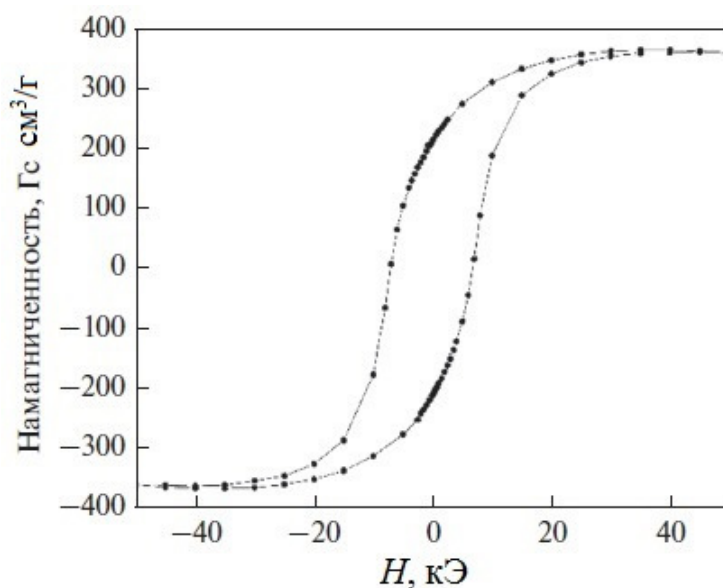


Рисунок 4.2 — Петля гистерезиса для образца с толщиной слоя Dy 1000 Å, измеренная при температуре 10 К.

Далее была исследована серия сверхрешеток Dy/Gd. На рисунке 4.3 представлена петля гистерезиса, измеренная при температуре 10 К от сверхрешетки Dy(60Å)/Gd(60Å), в магнитном поле, приложенном в плоскости образца. Образец был сначала охлажден в нулевом магнитном поле, и далее было приложено магнитное поле в базисной плоскости и проведены измерения.

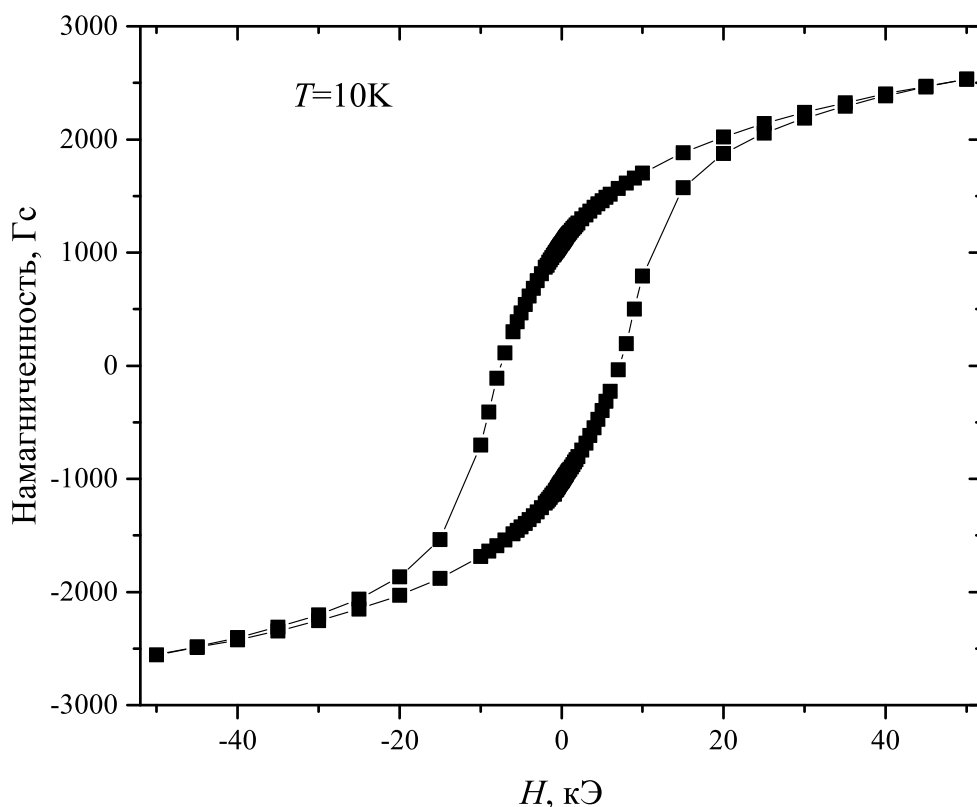


Рисунок 4.3 — Петля гистерезиса для образца $\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$, измеренная при температуре 10 К после охлаждения образца в нулевом поле.

Согласно литературным данным, намагниченность насыщения объемных образцов монокристаллов диспрозия и гадолиния при низких температурах в пределе $T = 0$ К составляет 2900 Гс и 2100 Гс, соответственно. Намагниченность насыщения сверхрешетки $\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$ в поле 50 кЭ составляет 2530 Гс, что соответствует среднему значению приведенных выше величин для объемных монокристаллов. Косвенным образом это еще раз свидетельствует о высоком структурном качестве сверхрешеток, поскольку структурные несовершенства, как правило, почти всегда приводят к уменьшению намагниченности насыщения образцов.

Особенное внимание необходимо уделить теме магнитных фазовых переходов. На рисунке 4.4 приведена температурная зависимость намагниченности сверхрешетки $\text{Dy}(60\text{\AA})/\text{Gd}(60\text{\AA})$, измеренная при охлаждении образца (FC) в магнитном поле $H = 40$ кЭ и при нагревании (FW) его в поле $H = 100$ Э. Наблюдаемая на графике особенность вблизи $T = 170$ К, скорее всего, связана с магнитным фазовым переходом в Dy из парамагнитного в антиферромагнитное состояние.

Никаких особенностей, свидетельствующих о переходе Dy в ферромагнитное состояние не наблюдается.

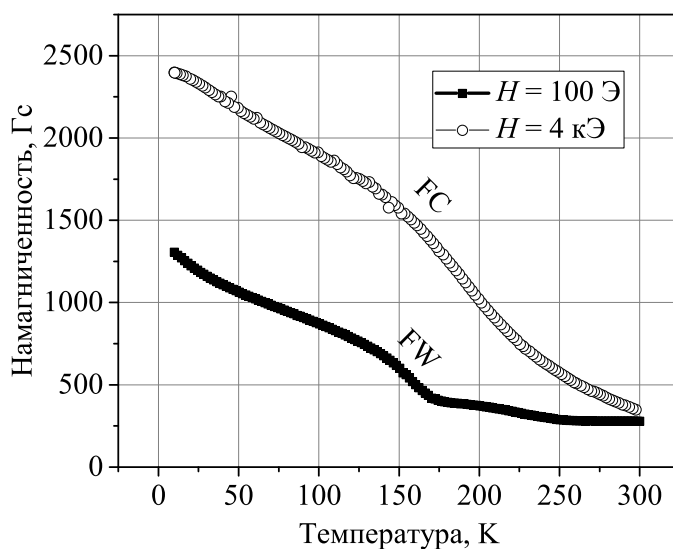


Рисунок 4.4 — Температурная зависимость намагниченности для сверхрешетки Dy(60Å)/Gd(60Å), измеренная при охлаждении в поле 40 кЭ (FC) и при нагревании в поле 100 Э (FW), магнитное поле было приложено в базисной плоскости образца.

Геометрия прикладываемого поля очень важна, так как данную серию планировалось исследовать на нейтронных источниках. Нейтроны чувствительны только к проекции намагниченности, находящейся в плоскости образца. Ниже на рисунках показаны кривые температурной зависимости намагниченности для 4 типичных образцов серии, измеренные при охлаждении и нагревании образца в магнитном поле 100 Э, и иллюстрирующие изменение характера температурного поведения намагниченности сверхрешеток по мере увеличения толщины слоев Dy. 4.5, 4.6, 4.7, 4.8 Образцы были охлаждены в нулевом магнитном поле, после чего было включено поле и образец отогревался в магнитном поле до комнатной температуры. Второе измерение проводилось при охлаждении образца в приложенном поле. Два указанных типа измерения иллюстрируются стрелками на температурных зависимостях.

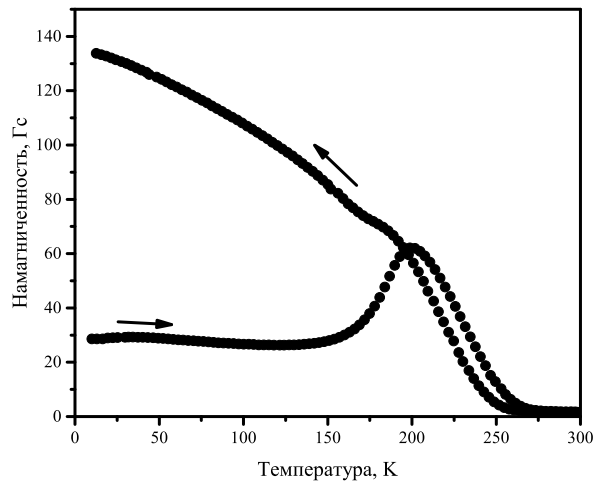


Рисунок 4.5 — Температурная зависимость намагниченности для сверхрешетки Dy(30Å)/Gd(60Å), измеренная при охлаждении в поле 100Э. приложенном в базисной плоскости образца. Образец был охлажден в нулевом магнитном поле, после чего было включено поле и образец отогревался в магнитном поле до комнатной температуры.

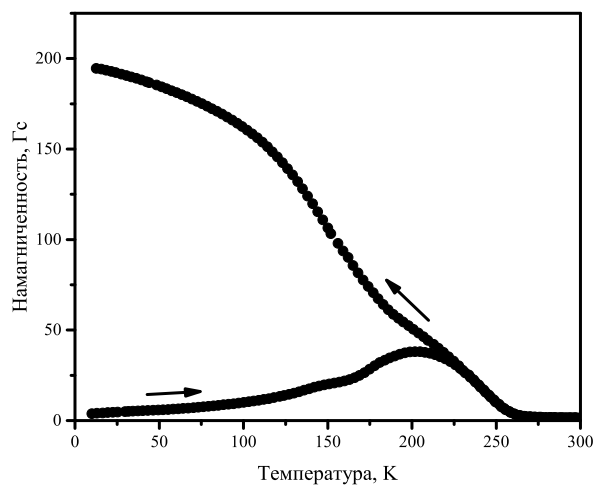


Рисунок 4.6 — Температурная зависимость намагниченности для сверхрешетки Dy(90Å)/Gd(60Å), измеренная при охлаждении в поле 100Э. приложенном в базисной плоскости образца. Образец был охлажден в нулевом магнитном поле, после чего было включено поле и образец отогревался в магнитном поле до комнатной температуры.

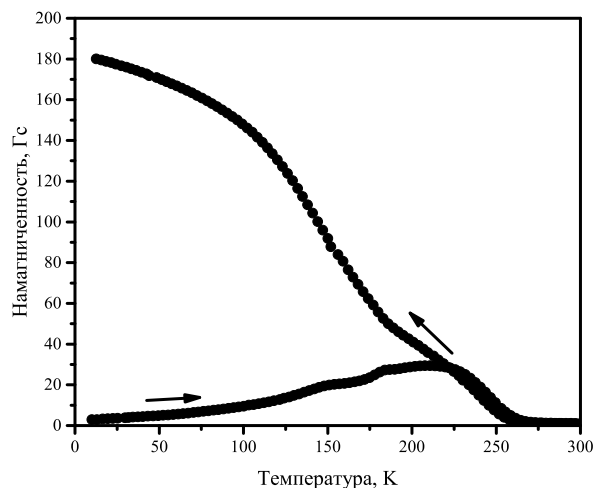


Рисунок 4.7 — Температурная зависимость намагниченности для сверхрешетки Dy(120Å)/Gd(60Å), измеренная при охлаждении в поле 100Э. приложенном в базисной плоскости образца. Образец был охлажден в нулевом магнитном поле, после чего было включено поле и образец отогревался в магнитном поле до комнатной температуры.

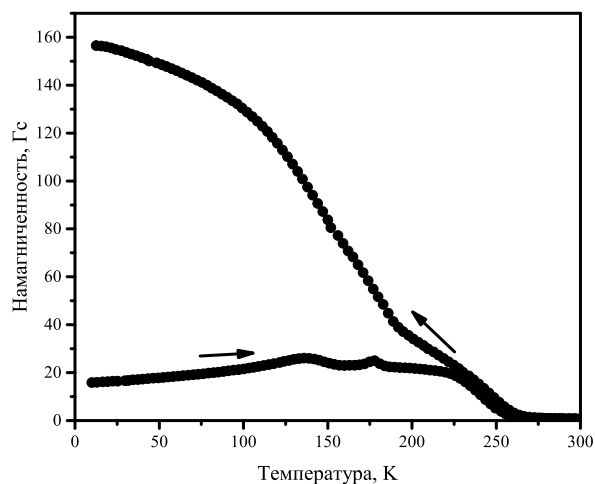


Рисунок 4.8 — Температурная зависимость намагниченности для сверхрешетки Dy(180Å)/Gd(60Å), измеренная при охлаждении в поле 100Э. приложенном в базисной плоскости образца. Образец был охлажден в нулевом магнитном поле, после чего было включено поле и образец отогревался в магнитном поле до комнатной температуры.

На основе полученных данных проведем анализ и сравнение важных особенностей, характерных для приведенных температурных зависимостей сверх-

решеток Dy/Gd с известными результатами для сверхрешеток, содержащими 5 и 10 монослоев Dy и Gd [3]. Из сравнения видно, что для всех сверхрешеток T_C составляет 270 К, что близко к значению температуры Кюри объемного гадолиния 293 К. Стоит учитывать влияние размерных эффектов, которое ведет к небольшому уменьшению T_C . Важной особенностью является то, что сверхрешетки при $T = 10$ К, охлаждаясь в магнитном поле, показывают монотонную возрастающую зависимость намагниченности от температуры $M(T)$, намагниченность возрастает при уменьшении температуры. Величина намагниченности, достигаемая при охлаждении в поле до 10 К, немонотонным образом зависит от толщины слоев Dy: она сначала возрастает, а затем начинает убывать. Учитывая тот факт, что намагниченность Dy в ферромагнитной фазе значительно превышает намагниченность Gd, такая особенность магнитного поведения может быть объяснена тем, что Dy даже при 10 К остается в антиферромагнитной фазе. Малое значение намагниченности по сравнению с табличными значениями косвенно подтверждает неколлинеарное магнитное упорядочение, которое возникает в сверхрешетках при определенных значениях T . Отсутствие каких-либо особенностей в поведении кривых $M(T)$ в области температур ниже значения $T_C = 80$ К для объемного Dy подтверждает факт подавления перехода из антиферромагнитного в ферромагнитное состояние. Экспериментальные данные и их обработка были опубликованы в статьях [89; 97].

4.2 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом рентгеновского магнитного кругового дихроизма

Для оценки вкладов Dy и Gd в суммарную намагниченность был проведен эксперимент элементно-чувствительной рентгеновской магнитометрии, основанной на использовании кругового рентгеновского дихроизма (XMCD). Элементно-чувствительные петли магнитного гистерезиса были измерены автором на синхротроне BESSY II станция UE46PGM-1 в Берлине. Для построения кривых $M(H)$ была измерена зависимость сигнала XMCD от энергии вблизи M_5 краев поглощения Dy и Gd в магнитном поле $H = 30$ кЭ на образце Dy(60Å)/Gd(60Å) и определены значения энергии, при которых наблюдается

максимальный сигнал (зависимости и выбранные значения энергии фотонов приведены на рисунке 4.9).

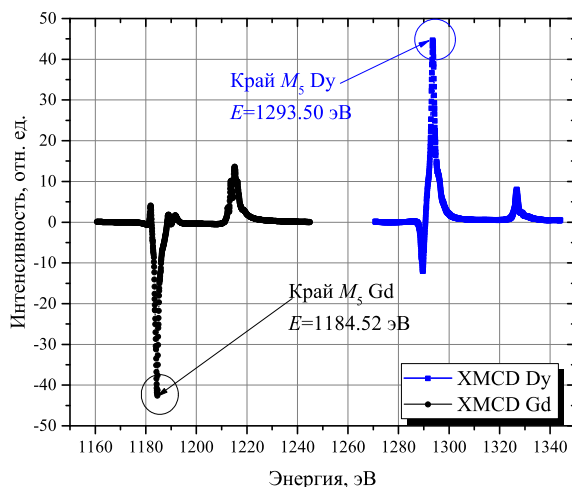


Рисунок 4.9 — Зависимость XMCD сигнала от энергии вблизи M_5 края поглощения Dy и Gd.

Далее для этого же образца были измерены зависимости сигнала XMCD от магнитного поля при фиксированных значениях энергии (в относительных единицах они приведены на правой шкале рисунке 4.10).

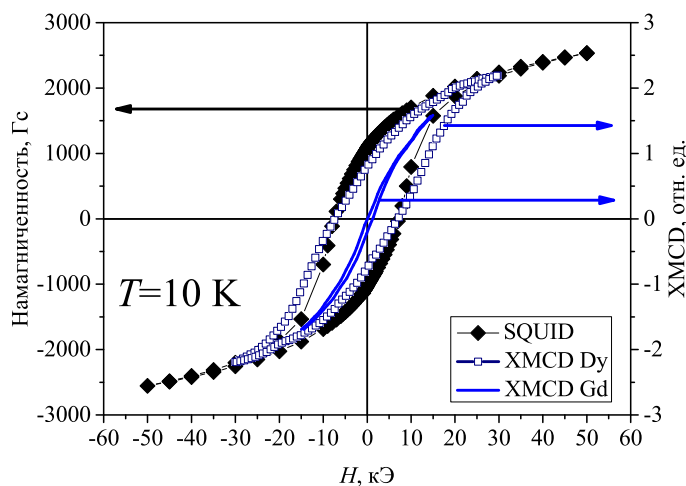


Рисунок 4.10 — Петля гистерезиса, измеренная при температуре 10 К (левая шкала) и полевые зависимости сигнала XMCD Dy и Gd на соответствующих M_5 краях поглощения данных элементов (правая шкала). На вставке приведены спектры XMCD, измеренные в магнитном поле 30 кЭ, и выбранные значения энергии фотонов для измерения полевых зависимостей (1293.5 эВ для Dy и 1184.52 эВ для Gd).

Как следует из приведенных данных, значение намагниченности насыщения сверхрешетки Dy/Gd близко к ожидаемому значению для смеси объемных материалов Dy и Gd (2900 Гс для Dy и 2100 Гс для Gd). В реманентном состоянии основной вклад в намагниченность дает Dy, а Gd, скорее всего, намагничен вдоль оси z , перпендикулярно поверхности образца. Большая коэрцитивность сверхрешетки обусловлена, главным образом, также вкладом от Dy.

4.3 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом ядерно-резонансной рефлектометрии

Измерение спектров ядерно-резонансной рефлектометрии были выполнены автором диссертационной работы совместно с коллегами из Московского государственного университета им. В. Ломоносова: Андреевой М. А. и Баулиным Р. А. Измерения проводились на синхротроне в Гренобле (ESRF), станция ID18. Образцы были охлаждены до 4 К в поле величиной 40 кЭ, которое было приложено перпендикулярно плоскости образца. Последующая обработка измерений была проведена Андреевой М. А. и Баулиным Р. А. В качестве исследуемого образца выступила сверхрешетка Dy(60Å)/Gd(60Å) [88]. Обработка данных осуществлялась пакетом программ, адаптированный для E1 ядерного перехода 25.651 кэВ в ^{161}Dy , который также был разработан Андреевой М. А. и Баулиным Р. А. На рисунке 4.11 изображена ядерно-резонансная рефлектометрия, измеренная на образце Dy(60Å)/Gd(60Å).

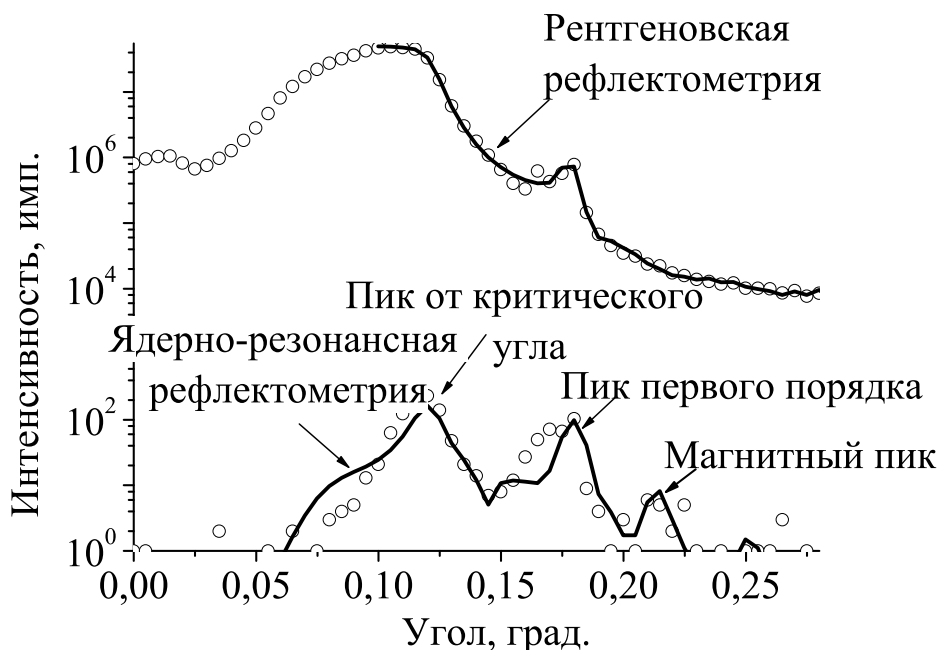


Рисунок 4.11 — Угловые зависимости рентгеновской рефлектометрии и ядерно-резонансного отражения для образца Dy(60Å)/Gd(60Å), измеренные при 4К. Символы – экспериментальные точки, сплошные кривые – результат обработки.

Присутствие дополнительного максимума при $\Theta \approx 0.21^\circ$ можно объяснить наличием магнитной структуры с периодом $D^{\text{магн}} \approx 87\text{Å}$. Следовательно, наблюдается магнитное упорядочение несоизмеримое с химическим периодом сверхрешетки. Данный период превосходит период магнитной геликоиды в объемном диспрозии при $T_N > T > T_C$ в два раза. Метод ядерно-резонансной рефлектометрии выявил наличие магнитного периода в сверхрешетке Dy(60Å)/Gd(60Å). Чтобы более точно определить магнитный период и характер неколлинеарного магнитного упорядочения был применен метод РПН.

4.4 Исследование сверхрешеток Dy/Gd методом рефлектометрии поляризованных нейтронов

Эксперимент был проведен на установке N-REX (FRM-II) в Гархинге в кооперации с Хайдуковым Ю. Н. Измерения были проведены с целью определения магнитных свойств сверхрешеток Dy/Gd с разрешением по глубине. Длина волны

нейтронного излучения составляла 4.3 \AA . Длина волны излучения крайне важна, так как плотность длины рассеяния Dy и Gd меняется в зависимости от длины волны нейтронного излучения [99]. На рисунках 4.12, 4.13, 4.14, 4.15, 4.16, 4.17 приведены графики рефлектометрии поляризованных нейтронов для образцов с различными толщинами Dy и Gd, измеренные при разных значениях температуры и магнитного поля.

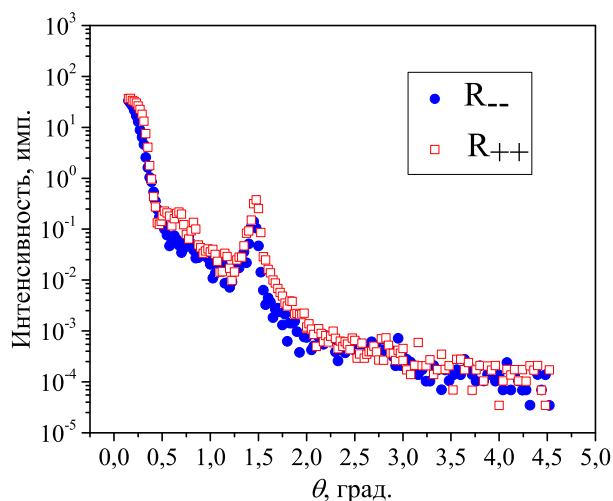


Рисунок 4.12 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 100 К в внешнем магнитном поле $H = 10 \text{ Т}$, снятые на образце Dy(60Å)/Gd(30Å).

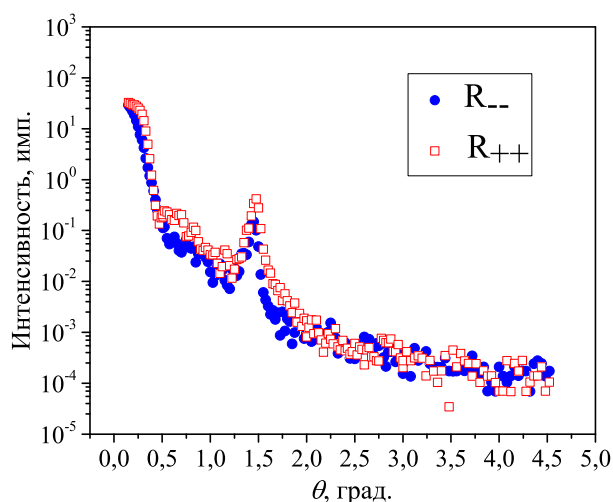


Рисунок 4.13 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 55 К в внешнем магнитном поле $H = 10 \text{ Т}$, снятые на образце Dy(60Å)/Gd(30Å).

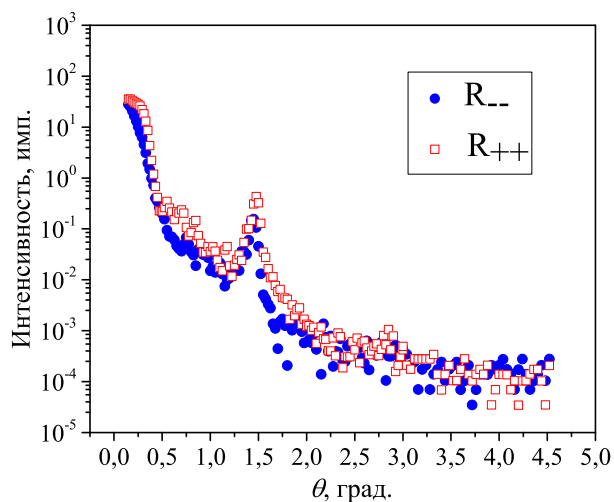


Рисунок 4.14 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 100 К в внешнем магнитном поле $H = 4600$ Э, снятые на образце Dy(60Å)/Gd(30Å).

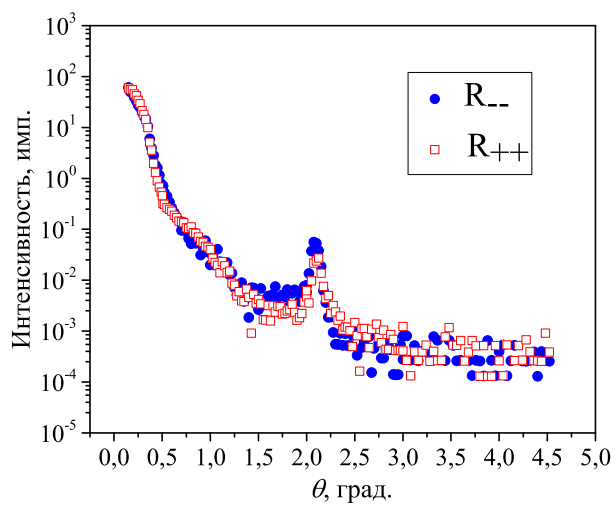


Рисунок 4.15 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 10 К в внешнем магнитном поле $H = 500$ Э, снятые на образце Dy(15Å)/Gd(60Å).

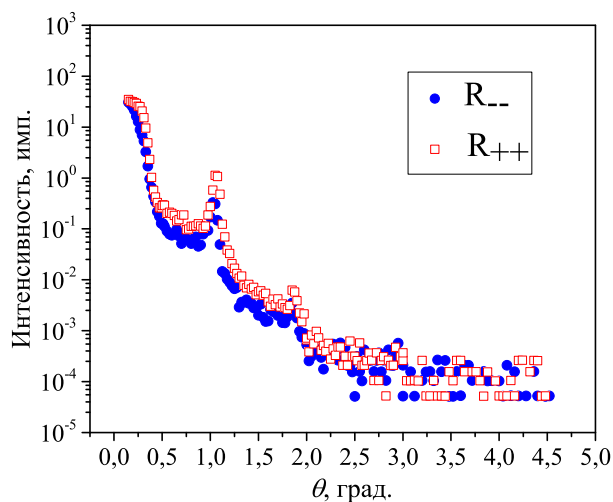


Рисунок 4.16 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 100 К в внешнем магнитном поле $H = 10$ Э, снятые на образце Dy(90Å)/Gd(30Å).

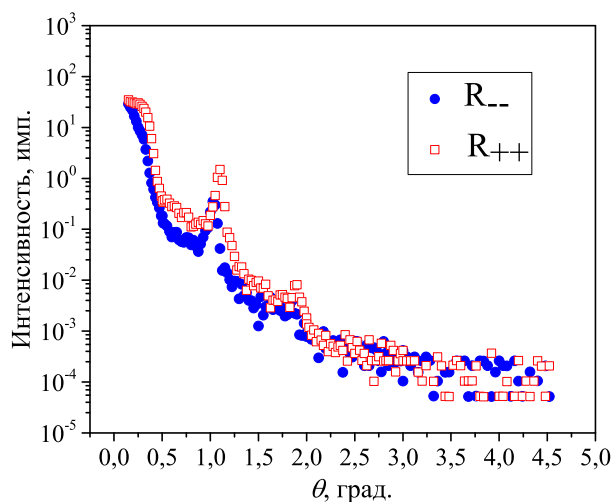


Рисунок 4.17 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температуре 10 К в внешнем магнитном поле $H = 10$ Э, снятые на образце Dy(90Å)/Gd(30Å).

Варьирование температур, магнитных полей, а также образцов с различными толщинами РЗМ в периоде осуществлялось с целью нахождения условий, где может наблюдаться неколлинеарное магнитное упорядочение в слоях Dy. Такого рода упорядочения (в частности магнитные спирали или веерные магнитные

фазы) привели бы к появлению особенностей на кривых РПН. Для вышеперечисленных образцов не было обнаружено появления магнитных максимумов, также как и заметной разницы R_{++} и R_{--} компонент.

Образец серии сверхрешеток Dy/Gd с одинаковыми толщинами Dy и Gd - Dy(60Å)/Gd(60Å), который был выбран из всей серии сверхрешеток, как наиболее перспективный, показывает ряд уникальных магнитных свойств. На рисунке 4.18 приведены нейтронные рефлектограммы для сверхрешетки Dy(60Å)/Gd(60Å), которые измерялись при температурах от 10 до 170 К в внешнем магнитном поле 100 Э. Измерения выполнялись с использованием полного поляризационного анализа, который захватывал все компоненты, включая "спин-флип". Но в настоящей работе будут приведены данные для рассеяния нейтронов без переворота спина R_{++} и R_{--} , по той причине, что рассеяние R_{-+} и R_{+-} было незначительно. В результате анализа нейтронных данных были получены результаты, которые приведены на рисунке 4.19.

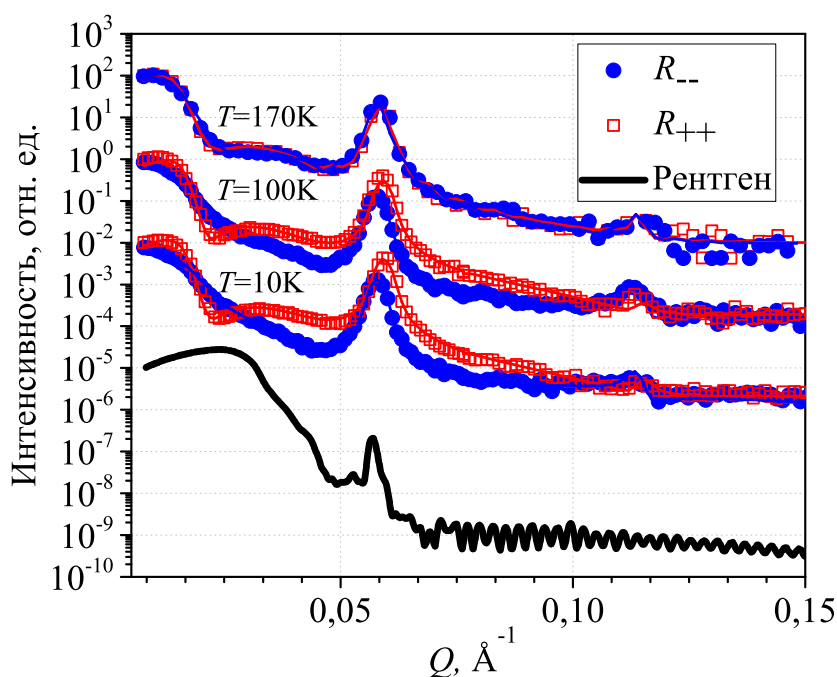


Рисунок 4.18 — Нейтронные рефлектометрические кривые, измеренные при температурах 10, 100, 170 К в внешнем магнитном поле $H = 100$ Э, (символы - экспериментальные графики) и результат их моделирования (сплошные линии). Нижняя кривая – график рентгеновской рефлектометрии. Кривые сдвинуты по оси ординат и построены в относительных единицах для удобства представления.

Полученные в результате обработки рефлектометрических кривых профили намагниченности схематически представлены на рисунке 4.19.

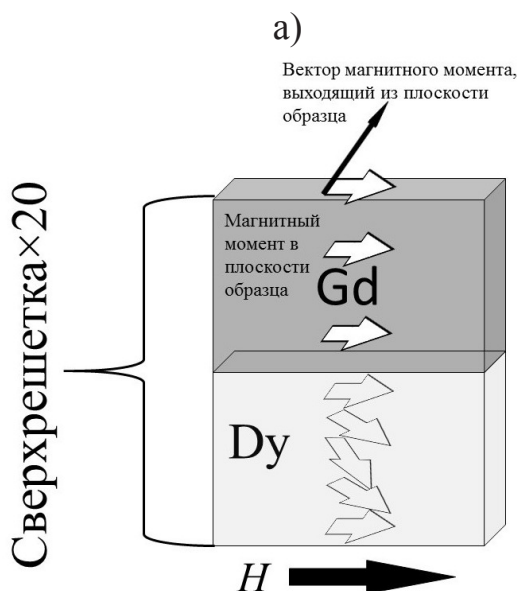
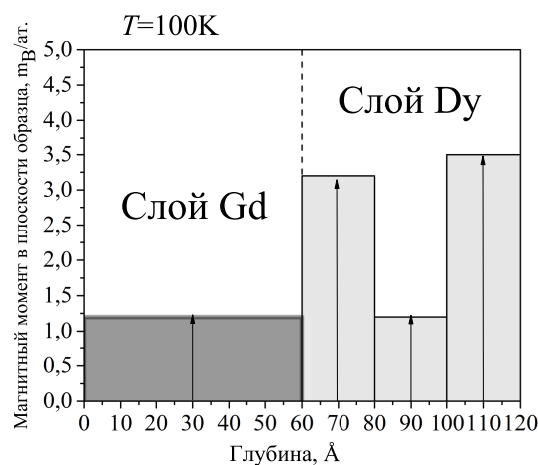


Рисунок 4.19 — Распределение проекций магнитных моментов плоскости образца с глубиной в сверхрешетке $\text{Dy}(60\text{Å})/\text{Gd}(60\text{Å})$ при температуре 100К, в магнитном поле 100 Э и схематическое изображение магнитного домена с "верной" фазой внутри слоев Dy

Известно, что в сверхрешетках с чередующимися слоями равной толщины, на рентгенографических рефлектограммах будут подавлены пики четных порядков. Этот эффект хорошо виден в случае с образцом $\text{Dy}(60\text{Å})/\text{Gd}(60\text{Å})$. На рисунке 4.18 на кривой рентгеновской рефлектометрии пик второго порядка отсутствует. На графике присутствует только сверхрешеточный брегговский пик первого порядка. В случае нейтронных рефлектограмм сверхрешеточные рефлексы четных порядков будут отсутствовать, если, помимо отмеченного выше

равенства толщин слоев, будут совпадать периоды ядерной и магнитной структуры. Это и наблюдается на рефлектограмме, измеренной при температуре 170 К. Отсутствие разницы между кривыми R_{++} и R_{--} показывает отсутствие магнитного контраста в плоскости образца (нейтроны, как известно, не чувствительны к компоненте намагниченности, перпендикулярной к поверхности образца): Dy парамагнитен, а магнитные моменты в слоях Gd ориентированы нормально к поверхности образца. Если понизить температуру до 100, К это приведет к кардинальным изменениям, так как понижение температуры ведет к входу в область фазового перехода между парамагнитным состоянием диспрозия и антиферромагнитным геликоидальным состоянием.

Первое, что можно отметить - это появление сильной разницы между R_{++} и R_{--} компонентами, что говорит о появлении компоненты намагниченности Dy в плоскости образца. Моделирование показывает, что магнитные моменты в слоях Dy лежат в плоскости слоев. Следует также обратить внимание на появление характерных особенностей на нейтронных рефлектограммах, которые невозможно описать моделью однородно намагниченных слоев: позиция сверхрешеточного брегговского пика первого порядка отличается для R_{++} и R_{--} . Также появляется слабый максимум в районе пика второго порядка, который, как было описано ранее, должен быть подавлен. В результате эти особенности можно интерпретировать только моделью неоднородного распределения намагниченности в образце, причем магнитный период отличается от химического. Моделирование РПН при температурах 10, 100 и 170 К сверхрешетки Dy(60Å)/Gd(60Å) проводилось в общедоступной некоммерческой программе "GENX", в которой использован алгоритм дифференциальной эволюции [100]. Намагниченность слоев Gd задавалась однородной, в то время как слои Dy разбивались на три подслоя, чтобы ввести изменение в распределении намагниченности внутри слоев Dy. Как видно из нижней части рисунка 4.19, магнитный момент в центре слоев Dy меньше, чем на интерфейсах. Сравнительно малое значение проекции магнитных моментов слоев Gd в поле 100 Э, в плоскости образца относительно объемного значения, говорит о том, что вектор магнитного момента Gd выходит из плоскости образца. Таким образом существует проекция магнитного момента, направленная параллельно кристаллической оси c ГПУ решетки, как показано на нижней части рисунка 4.19. На рисунке 4.20 приведено распределение проекций магнитных моментов плоскости образца с глубиной в сверхрешетке Dy(60Å)/Gd(60Å) при температуре 10К. При данной температуре также наблюдается веерное магнитное

упорядочение в слоях Dy, когерентно распространяющаяся по всей сверхрешетке. Параметр, определяющий качество обработки (r соотношение), составил ≈ 0.1 для профилей РПН, измеренных при 10, 100 и 170 К, что говорит о ее высоком качестве. Погрешность определения намагниченности отдельных слоев составляет не более 10%. Как видно из рисунка 4.18 теоретические кривые хорошо согласуются с экспериментальными. Таким образом можно доказать существование веерного магнитного упорядочения в слоях Dy в данной сверхрешетке. При дальнейшем понижении температуры до $T = 10$ К переход Dy к ферромагнитному упорядочению не наблюдается и веерный магнитный порядок в сверхрешетке сохраняется.

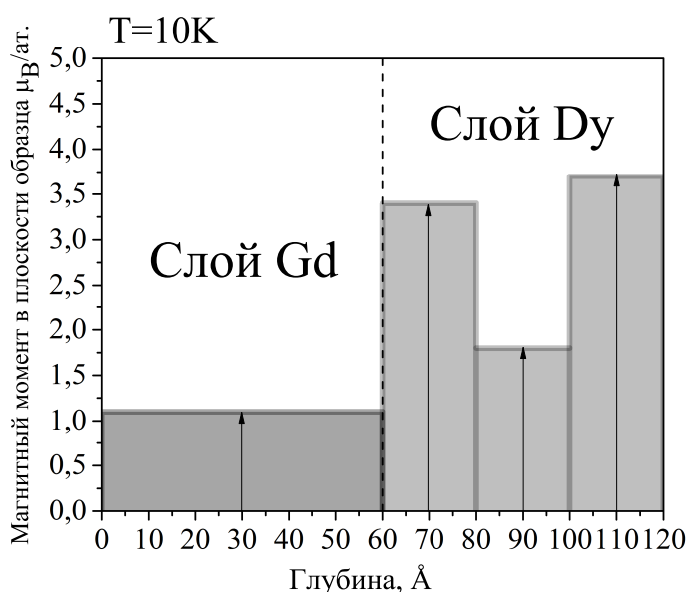


Рисунок 4.20 — Распределение проекций магнитных моментов плоскости образца с глубиной в сверхрешетке Dy(60Å)/Gd(60Å) при температуре 10К, в магнитном поле 100Э.

4.5 Выводы по главе 4

Методами СКВИД-магнитометрии и РПН показано подавление в сверхрешетках Dy/Gd перехода Dy в ферромагнитную фазу, что, по аналогии с системами Dy/Y [34], можно объяснить сжатием кристаллической решетки Dy в базисной плоскости на 1.2%. Величина деформации кристаллической решетки была опре-

делена из комплексного анализа методами рентгеновской дифракции высокого разрешения и картирования обратного пространства.

Отсутствие спин-зависящего рассеяния нейтронного излучения в сверхрешетке Dy(60Å)/Gd(60Å) ("спин-флип" рассеяния с переворотом спина) показывает, что магнитные моменты Dy либо лежат в плоскости рассеяния, либо образец разбит на домены, размеры которых существенно меньше корреляционной длины нейтронного пучка, и усреднение которых приводит к компенсации перпендикулярной компоненты намагниченности.

Неоднородное изменение намагниченности внутри слоев Dy в образце Dy(60Å)/Gd(60Å), а именно ее увеличение вблизи межслойных границ и уменьшение в центре слоя, характерно для так называемой "веерной" фазы, которая наблюдается в объемном Dy вблизи температуры магнитного фазового перехода при приложении сравнительно больших магнитных полей. При $T=100\text{K}$ магнитное поле, при котором объемный Dy переходит в FAN фазу составляет ≈ 2500 Э [101]. Отметим, что в нашем случае, такая фаза возникает в сравнительно малых полях $H = 100$ Э и сохраняется во всем интервале температур от 10 К до температуры Нееля диспрозия. Похожее неоднородное распределение магнитных моментов в ферромагнитных оксидах было описано в работе [102].

При $T < T_N$ диспрозия на графиках РПН в образце Dy(60Å)/Gd(60Å) наблюдается запрещенный магнитный брегговский рефлекс второго порядка. Интенсивность данного пика зависит от температуры. Возникновение данного пика обусловлено исключительно неоднородным распределением магнитных моментов внутри слоев Dy, которое когерентно распространяется по всей сверхрешетке.

Магнитные моменты в слоях Gd в сверхрешетке Dy(60Å)/Gd(60Å) имеют компоненту, направленную вдоль оси c ГПУ решетки Gd.

Результаты, изложенные в данной главе опубликованы в работах [89; 97; 98].

Заключение

В представленной работе были проведены систематические исследования структурных и магнитных свойств сверхрешёток Dy/Gd.

В ходе работы были поставлены и выполнены следующие задачи:

1. Впервые методом высоковакуумного магнетронного распыления были успешно синтезированы эпитаксиальные сверхрешетки Dy/Gd. Определены оптимальные параметры синтеза образцов, включающие выбор подложек, буферных слоев, температур и скоростей осаждения отдельных слоев, позволяющие получить высококачественные структуры. Полученные режимы роста могут многократно ускорить процесс синтеза редкоземельных сверхрешеток.
2. Методами рентгеновской дифрактометрии высокого разрешения и картирования обратного пространства в сверхрешетках Dy/Gd доказано согласование кристаллических решеток Dy и Gd.
3. С помощью низкотемпературной СКВИД-магнитометрии были определены магнитные свойства полученных сверхрешеток. Установлено, что в сверхрешетках Dy/Gd с толщинами монослоев Dy от 15 до 180 Å, в температурном интервале 10 — 170 К, в внешнем магнитном поле 100 Э наблюдается подавление перехода Dy в ферромагнитную фазу, которое связано с сжатием Dy в базисной плоскости на 1.2%.
4. Впервые установлено, что в температурном интервале 10 — 170 К, в внешнем магнитном поле 100 Э формируется веерное упорядочение магнитных моментов Dy, которое когерентно распространяется по всей сверхрешетке. Магнитные моменты в слоях Dy при этом лежат в базисной плоскости, а магнитные моменты Gd ориентированы преимущественно вдоль направления оси c .

Список сокращений и условных обозначений

- РПН** — рефлектометрия поляризованных нейтронов
- XMCD** — (X-ray Magnetic Circular Dichroism) рентгеновский магнитный круговой дихроизм
- СКВИД** — (Superconducting Quantum Interference Device) – сверхпроводящее квантовое интерференционное устройство
- РЗМ** — редкоземельные металлы
- РЗ** — редкоземельный
- ГПУ** — гексагонально плотноупакованная
- LSW** — продольная волна спиновой плотности
- TSW** — поперечная волна спиновой плотности
- SS** — простая спираль
- \widetilde{SS}** — скошенная спираль
- FS** — ферромагнитная спираль
- FAN** — веерная структура
- ОЦК** — объемноцентрированная кубическая
- SF** — спин-флип компонента рассеяния поляризованных нейтронов
- XAS** — (X-ray absorption spectroscopy) — рентгеновская спектроскопия поглощения
- FC** — (Field cooling) – охлаждение в поле
- FW** — (Field warming) – нагревание в поле

Благодарности

Автор благодарит и глубоко признателен научному руководителю, доктору физико-математических наук Кравцову Евгению Алексеевичу за помощь в выполнении настоящей работы. Особую благодарность автор выражает доктору физико-математических наук академику Устинову Владимиру Васильевичу. Автор также выражает благодарность В. В. Проглядо за помощь в изготовлении исследованных образцов. Также хотелось бы поблагодарить Ю. Хайдукова (N-REX, FRM-II), за его большую помощь в освоении методики рефлектометрии поляризованных нейтронов и проведении эксперимента. Автор благодарит О. Вешке (BESSY-II) за обучение и проведение эксперимента на рентгеновских рефлектометрах. Автор выражает благодарность доктору физико-математических наук Н. Г. Бебенину за консультации по вопросам написания диссертации. Большое спасибо всем сотрудникам лаборатории квантовой наноспинтроники и лаборатории электрических явлений за предоставленную научную базу и оказанную помощь в проведении экспериментов и поддержку.

Список литературы

1. The emergence of spin electronics in data storage / C. Chappert, A. Fert, F. Nguyen Van Dau // *Nature Materials*. — 2007. — Vol. 6. — P. 813—823.
2. Field induced chirality in the helix structure of Dy/Y multilayer films and experimental evidence for Dzyaloshinskii-Moriya interaction on the interfaces / S. V. Grigoriev, Y. O. Chetverikov, D. Lott, A. Schreyer // *Phys. Rev. Lett.* — 2008. — Vol. 100. — P. 197—203.
3. Magnetic properties of Gd/Dy superlattices: Experiment and theory / R. E. Camley, J. Kwo, M. Hong, C. L. Chien // *Phys. Rev. Lett.* — 1990. — Vol. 64. — P. 2703.
4. Савицкий, Е. М. Сплавы редкоземельных металлов / Е. М. Савицкий, В. Ф. Терехова, И. В. Буров, И. А. Маркова, О. П. Наумкин. — М : Академия наук СССР, 1962. — 268 с.
5. Гшнейдер, К. А. Сплавы редкоземельных металлов / К. А. Гшнейдер. — М : Мир, 1965.
6. Золотухин, И. В. Физические свойства аморфных металлических Материалов / И. В. Золотухин. — М : Metallurgia, 1986. — 176 с.
7. Тейлор, К. Интерметаллические соединения редкоземельных металлов / К. Тейлор. — М : Мир, 1974. — 220 с.
8. Тейлор, К. Физика редкоземельных соединений / К. Тейлор, М. Дарби. — М : Мир, 1974. — 373 с.
9. Andrianov, A. V. Low temperature magnetic phase diagrams of dysprosium and gadolinium / A. V. Andrianov, A. N. Vasil'ev, Y. P. Gaidukov // *Physica B*. — 1991. — Vol. 169. — P. 469—470.
10. Chernyshov, A. Magnetic and magnetocaloric properties and the magnetic phase diagram of single-crystal dysprosium / A. Chernyshov, A. O. Tsokol, A. M. Tishin, K. A. Gschneidner, V. K. Pecharsky // *Phys. Rev. B*. — 2005. — Vol. 71.

11. Magnetic superlattices / J. Kwo, M. Hong, D. B. McWhan, Y. Yafet, R. M. Fleming, F. J. DiSalvo, J. V. Waszczak, C. F. Majkrzak, D. Gibbs, A. I. Goldman, P. Boni, J. Bohr, H. Grimm, C. L. Chien, J. W. Cable // *J. Appl. Phys.* — 1988. — Vol. 8. — P. 1651.
12. Никитин, С. А. Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов / С. А. Никитин, К. А. Звездин, В. И. Николаев. — Москва : МГУ, 1989. — 248 с.
13. Вонсовский, С. В. Магнетизм / С. В. Вонсовский. — М : Наука, 1971. — 208 с.
14. Финкель, В. А. Структура редкоземельных металлов / В. А. Финкель. — М : Metallurgy, 1978. — 128 с.
15. Носкова, Л. М. О связи кристаллической и магнитной структур в тяжелых редкоземельных металлах / Л. М. Носкова // *Физика металлов и металлосодение.* — 1968. — Т. 74, № 3. — С. 385—389.
16. Freeman, A. J. Theoretical Investigation of Some Magnetic and Spectroscopic Properties of Rare-Earth Ions / A. J. Freeman, R. E. Watson // *Phys. Rev.* — 1962. — Vol. 127. — P. 2058.
17. Киттель, Ч. Введение в физику твердого тела / Ч. Киттель. — М : Наука, 1978. — 791 с.
18. Изюмов, Ю. А. Дифракция нейтронов на длиннопериодических структурах / Ю. А. Изюмов. — М. : Энергоатомиздат, 1987. — 200 с.
19. Herpin, P. A. Étude de l'antiferromagnétisme helicoidal de $MnAu_2$ par diffraction de neutrons / P. A. Herpin, P. Meriel // *J. Phys. Radium.* — 1961. — Vol. 22. — P. 337.
20. Elliott, R. J. Magnetic Properties of Rare Earth Metal / R. J. Elliott. — New York : Plenum, 1972.
21. Corner, W. D. The Magnetocrystalline Anisotropy of Gadolinium / W. D. Corner, W. C. Roe, K. N. R. Taylor // *Proc. Phys. Soc.* — 1962. — Vol. 80. — P. 927.
22. Graham, C. D. Magnetocrystalline Anisotropy of Gadolinium / C. D. Graham // *J. Phys. Soc. Japan.* — 1962. — Vol. 17. — P. 1310.

23. Neutron diffraction investigation of single crystal Gd160 / V. M. Kuchin, V. A. Semenov, S. S. Shilshtein, Y. B. Patrikeev // *Zh. Eksp. Teor. Fiz.* — 1968. — Vol. 55. — P. 1241.
24. Stöhr, J. *Magnetism* / J. Stöhr, H. C. Siegmann. — New York : Springer, 2006.
25. Rado, G. T. *Magnetism IIB* / G. T. Rado, H. Suhl. — New York : Academic Press, 1966.
26. Nigh, H. E. Magnetization and Electrical Resistivity of Gadolinium Single Crystals / H. E. Nigh, S. Legvold, F. H. Spedding // *Phys. Rev.* — 1963. — Vol. 132. — P. 1092.
27. Kitano, Y. Magnetization Process of a Screw Spin System. II / Y. Kitano, T. Nagamiya // *Prog. Theoret. Phys.* — 1964. — Vol. 31. — P. 1—43.
28. Koehler, W. C. *Magnetic Properties of RareEarth Metals and Alloys* / W. C. Koehler // *J. Appl. Phys.* — 1965. — Vol. 36. — P. 1078.
29. Behrendt, D. R. *Magnetic Properties of Dysprosium Single Crystals* / D. R. Behrendt, S. Legvold, S. F. H. // *Phys. Rev.* — 1958. — Vol. 109. — P. 1544.
30. Flippen, R. B. *Magnetic Anisotropy in Dysprosium* / R. B. Flippen // *J. Appl. Phys.* — 1969. — Vol. 40. — P. 4787.
31. Enz, U. Spin configuration and magnetization process in dysprosium / U. Enz // *J. Appl. Phys.* — 1960. — Vol. 26. — P. 698—699.
32. Nagamiya, T. Magnetization Process of a Screw Spin System / T. Nagamiya, K. Nagata, Y. Kitano // *Prog. Theoret. Phys.* — 1962. — Vol. 27. — P. 1253.
33. Bly, P. H. *Magnetic Anisotropy in Dysprosium* / P. H. Bly, W. D. Corner, K. N. R. Taylor // *Prog. Theoret. Phys.* — 1962. — Vol. 27. — P. 1253.
34. *Magnetic rare earth superlattices* / C. F. Majkrzak, J. Kwo, M. Hong, Y. Yafet, D. Gibbs, C. L. Chien, J. Bohr // *J. Adv. in Phys.* — 1991. — Vol. 40. — P. 99—189.
35. *Modulated magnetic properties in synthetic rare-earth Gd-Y superlattices* / J. Kwo, M. Hong, F. J. DiSalvo, J. W. Waszczak, C. F. Majkrzak // *Phys. Rev. B.* — 1987. — Vol. 35. — P. 7925.

36. Observation of a Magnetic Antiphase Domain Structure with Long-Range Order in a Synthetic Gd-Y Superlattice / C. F. Majkrzak, J. W. Cable, J. Kwo, M. Hong, D. B. McWhan, Y. Yaffet, J. V. Waszczak, C. Vettier // *Phys. Rev. Lett.* — 1986. — Vol. 56. — P. 2700.
37. Magnetic and Structural Properties of Single-Crystal Rare-Earth Gd-Y Superlattices / J. Kwo, E. M. Gyorgy, D. B. McWhan, M. Hong, F. J. DiSalvo, C. Vettier, B. J. E. // *Phys. Rev. Lett.* — 1985. — Vol. 55. — P. 1402.
38. Long-range incommensurate magnetic order in a Dy-Y multilayer / M. B. Salamon, S. Sinha, J. J. Rhyne, J. E. Cunningham, W. Erwin, J. Borchers, C. P. Flynn // *Phys. Rev. Lett.* — 1986. — Vol. 56. — P. 259.
39. Occurrence of longrange helical spin ordering in DyY multilayers / J. J. Rhyne, R. W. Erwin, J. Borchers, S. Sinha, M. B. Salamon, R. Du, C. P. Flynn // *J. Appl. Phys.* — 1987. — Vol. 61. — P. 4043.
40. Magnetic structure of Dy-Y superlattices / R. W. Erwin, J. J. Rhyne, J. M. Salamon M. B. Borchers, S. Sinha, R. Du, J. E. Cunningham, C. P. Flynn // *Phys. Rev. B.* — 1987. — Vol. 35. — P. 6808.
41. Magnetic-field-induced spin reorientations in magnetic superlattice structures - Explicit examples / L. L. Hinchey, D. L. Mills // *J. Appl. Phys.* — 1985. — Vol. 57. — P. 3687.
42. Camley, R. E. Phase transitions in magnetic superlattices / R. E. Camley, D. R. Tilley // *Phys. Rev. B.* — 1988. — Vol. 37. — P. 3413.
43. Magnetic rare-earth superlattices / C. F. Majkrzak, D. Gibbs, P. Boni, A. I. Goldman, J. Kwo, M. Hong, T. C. Hsieh, R. M. Fleming, D. B. McWhan, Y. Yafet, J. W. Cable, J. Bohr, H. Grimm, C. L. Chien // *J. Appl. Phys.* — 1988. — Vol. 63. — P. 3447.
44. Elliott, R. J. In magnetism / R. J. Elliott. — New York : Academic, 1966.
45. Coherent magnetic structures in terbium/holmium superlattices / C. Bryn-Jacobsen, R. A. Cowley, D. F. McMorrow, J. P. Goff, R. C. Ward, M. R. Wells // *Phys. Rev. B.* — 1997. — Vol. 55. — P. 14360—14369.
46. The magnetic properties of gadolinium/holmium superlattices / C. Bryn-Jacobsen, D. F. McMorrow, R. C. Ward, M. R. Wells // *J. Phys. Condens. Matter.* — 1997. — Vol. 9. — P. 8727—8735.

47. Persistence of helical magnetic order in dysprosium-holmium superlattices / J. A. Simpson, R. A. Cowley, D. F. McMorrow, R. C. Ward, M. R. Wells, C. J. Carlie, M. A. Adams // *J. Phys. Condens. Matter.* — 1996. — Vol. 8. — P. 187—194.
48. Cowley, R. A. The coherence of the magnetic structures of rare-earth superlattices / R. A. Cowley // *J. of Magn. and Magn. Mat.* — 1998. — Vol. 177. — P. 1156—1161.
49. Cowley, R. A. The magnetic interactions in rare-earth metals and superlattices / R. A. Cowley // *J. of Magn. and Magn. Mat.* — 1999. — Vol. 196. — P. 680—683.
50. Cowley, R. A. Magnetic structures and coherence of rare earth superlattices / R. A. Cowley // *Physica B.* — 2004. — Vol. 350. — P. 1—10.
51. Zhu, Y. *Modern Techniques for Characterizing Magnetic Materials* / Y. Zhu. — US : Springer, 2005.
52. Hinchey, L. L. Magnetic properties of superlattices formed from ferromagnetic and antiferromagnetic materials / L. L. Hinchey, D. L. Mills // *Phys. Rev. B.* — 1986. — Vol. 33. — P. 3329.
53. Fewster, P. *X-ray scattering from semiconductors* / P. Fewster. — London : Imperial College Press, 2003.
54. Waseda, Y. *X-Ray Diffraction Crystallography* / Y. Waseda, E. Matsubara, K. Shinoda. — New York : Springer, 2011.
55. Macke, S. Magnetic reflectometry of heterostructures / S. Macke, E. Goering // *J. Phys. Condens. Matter.* — 2014. — Vol. 26. — P. 29.
56. Born, M. *Principles of Optics: Electromagnetic Theory of Propagation, Interference and Diffraction of Light* / M. Born, E. Wolf. — Cambridge : Cambridge University Press, 1999.
57. Hecht, E. *Optics* / E. Hecht, A. Zajac. — San Francisco : Addison-Wesley, 2001.
58. *Magnetism and Synchrotron Radiation New Trends* / E. Beaurepaire, H. Bulou, F. Scheurer, J. P. Kappler. — New York : Springer, 2010.
59. Parratt, L. G. Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays / L. G. Parratt // *Phys. Rev.* — 1954. — Vol. 95. — P. 359—69.
60. Thompson, A. *X-Ray Data Booklet* / A. Thompson, D. Vaughan. — California : University of California, 2009.

61. Nakajima, R. Electron-yield saturation effects in L-edge x-ray magnetic circular dichroism spectra of Fe, Co, and Ni / R. Nakajima, J. Stöhr, Y. U. Idzerda // *Phys. Rev. B.* — 1999. — Vol. 63. — P. 6421.
62. Wilson, S. J. The Optical Properties of 'Moth Eye' Antireflection Surfaces / S. J. Wilson, M. C. Hutley // *Opt. Acta.* — 1982. — Vol. 29. — P. 993—1009.
63. Clapham, P. B. Reduction of Lens Reflexion by the Moth Eye Principle / P. B. Clapham, M. C. Hutley // *Nature.* — 1973. — Vol. 244. — P. 281.
64. Reflection properties of nanostructure-arrayed silicon surfaces / K. Hadobas, S. Kirsch, A. Carl, M. Acet, E. Wassermann // *Nanotechnology.* — 2000. — Vol. 11. — P. 161.
65. Improved broadband and quasi-omnidirectional anti-reflection properties with biomimetic silicon nanostructures / Y. F. Huang, S. Chattopadhyay, Y. J. Jen, C. Y. Peng, T. A. Liu, Y. K. Hsu, C. L. Pan, H. C. Lo, C. H. Hsu, Y. H. Chang, C. S. Lee, K. H. Chen, L. C. Chen // *Nature Nanotechnol.* — 2007. — Vol. 2. — P. 770.
66. Nevot, L. Characterization of X-UV multilayers by grazing incidence X-ray reflectometry / L. Nevot, P. Croce // *Rev. Phys. Appl.* — 1980. — Vol. 15. — P. 761—779.
67. Kidd, P. XRD of Gallium Nitride and Related Compounds: Strain, Composition and Layer Thickness / P. Kidd. — Almelo, 2009. — Panalytical.
68. Huang, Y. Y. Magnetization of ultrathin bcc Fe films on MgO / Y. Y. Huang, C. Liu, F. G. P. // *Phys. Rev. B.* — 1993. — Vol. 47. — P. 183.
69. Induced magnetic moments at a ferromagnet-antiferromagnet interface / A. Hoffmann, J. W. Seo, M. R. Fitzsimmons, H. Siegart, J. Fompeyrine, J. Locquet, J. A. Dura, C. F. Majkrzak // *Phys. Rev. B.* — 2002. — Vol. 66. — P. 220406.
70. Asymmetric Magnetization Reversal in Exchange-Biased Hysteresis Loops / M. R. Fitzsimmons, P. Yashar, I. Leighton C. Schuller, J. Nogues, C. F. Majkrzak, J. . Dura // *Phys. Rev. Lett.* — 2000. — Vol. 84. — P. 3986.
71. Asymmetric Magnetization Reversal in Exchange-Biased Hysteresis Loops / M. Gierlings, M. J. Prandolini, H. Fritzsche, M. Gruyters, D. Riegel // *Appl. Phys. A.* — 2002. — Vol. 74. — P. 1523—1525.

72. Fritzsche, H. Off-Specular Polarized Neutron Reflectometry from Periodic Arrays of Lithographically Structured Co Dots / H. Fritzsche, V. J. Van Bael, K. Temst // *Langmuir*. — 2003. — Vol. 19. — P. 7789—7793.
73. Magnetic Superlattices with Variable Interlayer Exchange Coupling: A New Approach for the Investigation of Low-Dimensional Magnetism / V. Leiner, K. Westerholt, A. M. Blixt, H. Zabel, B. Hjorvarsson // *Phys. Rev. Lett.* — 2003. — Vol. 91. — P. 037202.
74. Majkrzak, C. F. Neutron scattering studies of magnetic thin films and multilayers / C. F. Majkrzak // *Physica B*. — 1996. — Vol. 221. — P. 342—356.
75. Dosch, H. Surface-sensitive magnetic neutron Bragg scattering: Perspective and limits / H. Dosch // *Physica B*. — 1993. — Vol. 192. — P. 163.
76. Bland, J. Ultrathin Magnetic Structures / J. Bland, B. Heinrich. — Berlin : Springer, 1994.
77. Williams, W. J. Polarized Neutrons / W. J. Williams. — Oxford : Clarendon Press, 1998.
78. Shewmon, P. G. Diffusion in Solids / P. G. Shewmon. — New York : McGraw-Hill Book Company, 1963.
79. Spin-resolved off-specular neutron scattering from magnetic domain walls using the polarized ^3He gas spin filter / F. Radu, A. Vorobiev, J. Major, H. Humblot, K. Westerholt, H. Zabel // *Physica B*. — 2003. — Vol. 335. — P. 63.
80. Mezei, F. Neutron spin echo: A new concept in polarized thermal neutron techniques / F. Mezei // *Z. Physik*. — 1972. — Vol. 255. — P. 146.
81. Roughness and giant magnetoresistance in Fe/Cr superlattices. / E. E. Fullerton, D. M. Kelly, J. Guimpel, I. K. Schuller, Y. Bruynseraede // *Phys. Rev. Lett.* — 1992. — Vol. 68. — P. 859.
82. Absorption of circularly polarized x rays in iron / G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, R. Zeller, R. Frahm, G. Materlik // *Phys. Rev. Lett.* — 1987. — Vol. 58. — P. 737.
83. X-Ray Circular Dichroism as a Probe of Orbital Magnetization / B. T. Thole, P. P. Carra, F. F. Sette, G. van der Laan // *Phys. Rev. Lett.* — 1992. — Vol. 68. — P. 1943.

84. X-Ray Circular Dichroism and Local Magnetic Fields / P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli, X. Wang // *Phys. Rev. Lett.* — 1993. — Vol. 70. — P. 694.
85. Erskine, J. L. Calculation of the M_{23} magneto-optical absorption spectrum of ferromagnetic nickel / J. L. Erskine, E. A. Stern // *Phys. Rev. B.* — 1975. — Vol. 12. — P. 5016.
86. Als-Nielsen, J. Elements of modern X-ray physics / J. Als-Nielsen, D. McMorrow. — Singapore : Markono Print Media, 2011.
87. Synchrotron Mössbauer reflectometry / D. L. Nagy, L. Bottyan, L. Deak, E. Szilagyí, H. Spiering, J. Dekoster, G. Langouche // *Hyperfine Interactions.* — 2000. — Vol. 126. — P. 353—361.
88. Ядерно-резонансная рефлектометрия сверхрешеток Dy/Gd / М. А. Андреева, Р. А. Баулин, Н. О. Антропов, Е. А. Кравцов, М. В. Рябухина, В. В. Попов, В. В. Устинов, Ч. А. И., Р. Рюффер // *Письма в ЖЭТФ.* — 2018. — № 107. — С. 198—202. — (0,33 п. л. / 0,28 п. л.)
89. Ядерно-резонансное отражение синхротронного излучения от тонких пленок Dy с различными типами магнитного упорядочения / М. А. Андреева, Н. О. Антропов, Р. А. Баулин, Е. А. Кравцов, М. В. Рябухина, Е. М. Якунина, В. В. Устинов // *Физика металлов и металловедение.* — 2016. — № 117. — С. 1247—1255.
90. Kwo, J. / J. Kwo, D. B. McWhan, M. Hong, E. M. Gyorgy, L. C. Feldman, J. E. Cunningham // *Layered Structures Epitaxy and Interfaces. Vol. 37* / ed. by J. H. Gibson, L. R. Dawson. — MRS. Pittsburg, 1985. — P. 509.
91. Kwo, J. Growth of rareearth single crystals by molecular beam epitaxy: The epitaxial relationship between hcp rare earth and bcc niobium / J. Kwo, M. Hong, S. Nakahara // *Appl. Phys. Lett.* — 1986. — Vol. 49. — P. 319.
92. Wildes, A. R. The growth and structure of epitaxial niobium on sapphire / A. R. Wildes, J. Mayer, K. Theis-Bröhl // *Thin Solid Films.* — 2001. — Vol. 401. — P. 7—34.
93. Bruce, L. A. Geometric factors in f.c.c. and b.c.c. metal-on-metal epitaxy III. The alignments of (111) f.c.c.-(110) b.c.c. epitaxed metal pairs / L. A. Bruce, H. Jaeger // *Phil. Mag. A.* — 1978. — Vol. 38. — P. 223—240.

94. Effect of growth temperature on dysprosium films deposited by molecular beam epitaxy on different substrate materials / M. K. Gupta, G. P. Kothiyal, V. C. Sahni, J. C. Vyas, D. P. Gandhi, K. P. Muthe, S. C. Sabharwal // *J. Appl. Phys.* — 1995. — Vol. 78. — P. 926.
95. Yang, K. Epitaxial film growth and metastable phases of single crystal Dy by molecular beam epitaxy / K. Yang, H. Homma // *J. Appl. Phys.* — 1988. — Vol. 63. — P. 4066.
96. Исследование магнитных металлических периодических структур методами рентгеновской диагностики и электронной микроскопии / Г. В. Пруцков, Ю. М. Чесноков, А. Л. Васильев, И. А. Лихачев, Э. М. Пашаев, И. А. Субботин // *Кристаллография.* — 2017. — № 6. — С. 965—969.
97. Кристаллическая структура и магнитные свойства сверхрешеток Dy/Gd / Н. О. Антропов, Е. А. Кравцов, В. В. Проглядо, М. В. Рябухина, В. В. Устинов // *Физика металлов и металловедение.* — 2017. — № 118. — С. 1283—1290.
98. Когерентная веерная магнитная структура в сверхрешетках Dy/Gd / Н. О. Антропов, Е. А. Кравцов, Ю. Н. Хайдуков, М. В. Рябухина, В. В. Проглядо, О. Вешке, В. В. Устинов // *Письма в ЖЭТФ.* — 2018. — № 108. — С. 361.
99. Lynn, J. F. Resonance effects in neutron scattering lengths of rare-earth nuclides / J. F. Lynn, P. A. Seeger // *At. Data and Nuc. Data tab.* — 1990. — Vol. 44. — P. 191—207.
100. Bjöeck, M. Fitting with differential evolution: an introduction and evaluation / M. Bjöeck // *J. Appl. Cryst.* — 2011. — Vol. 44. — P. 1198—1204.
101. The Parasusceptibility of Dysprosium / R. R. Herz, K. H. // *Phys. Status Solidi.* — 1978. — Vol. 47. — P. 451.
102. Competing interactions at the interface between ferromagnetic oxides revealed by spin-polarized neutron reflectometry / J. H. Kim, I. Vrejoiu, Y. Khaydukov, T. Keller, A. Stahn, D. K. Ruhm, V. Satapathy, V. Hinkov // *Phys. Rev. B.* — 2012. — Vol. 86. — P. 180402.