

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования

«Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»
Институт естественных наук и математики
Кафедра магнетизма и магнитных наноматериалов

На правах рукописи

Москалев Михаил Евгеньевич

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ И МЕХАНИЗМЫ ОБМЕННОГО
СМЕЩЕНИЯ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЁНКАХ Ni-Mn/Fe-Ni

1.3.12. Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук
Васьковский Владимир Олегович

Екатеринбург – 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	12
1.1 Механизмы обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках.....	12
1.1.1 Макроспиновая модель обменного смещения.....	13
1.1.2 Модель антиферромагнитной доменной стенки	15
1.1.3 Модель случайного поля	16
1.1.4 Модель состояния домена.....	17
1.1.5 Модель спин-флопа.....	18
1.1.6 Модель дефектов	20
1.1.7 Аналитические модели обменного смещения.....	22
1.1.8 Поликристаллическая модель обменного смещения	23
1.1.9 Образование спинового стекла в интерфейсном объёме плёнок ФМ/АФМ.....	28
1.1.10 Соотношение одноосной и однонаправленной анизотропий.....	32
1.2 Сплавы и соединения бинарной системы Ni-Mn	33
1.3 Обменное смещение в поликристаллических плёнках со слоем Ni-Mn.....	42
Заключение к главе 1.....	48
2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА	49
2.1. Получение и первичная аттестация образцов	49
2.1.1 Многослойные тонкие плёнки и методика их получения.....	49
2.1.2 Контроль химического состава плёнок Ni-Mn с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра Rigaku NanoHunter	51
2.1.3 Контроль толщины образцов и определение скорости роста слоёв с помощью стилусного профилометра Veeco DekTak 150.....	53
2.2 Исследование магнитных свойств образцов.....	54
2.2.1 Магнитооптический Керр-микроскоп.....	54

2.2.2 Температурные измерения петель гистерезиса при помощи вибрационного магнитометра LakeShore Cryotronics Inc. VSM-7407.....	55
2.2.3 Температурные измерения петель гистерезиса при помощи измерительного комплекса Quantum Design Inc. PPMS DynaCool 9T.....	56
2.3 Исследование структурных свойств образцов	57
2.3.1 Просвечивающая электронная микроскопия	57
2.3.2 Рентгеноструктурный анализ образцов	58
2.4. Получение распределения температур блокировок и оценка величины эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя K_{AFM}^{eff}	58
3 ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ОБМЕННОГО СМЕЩЕНИЯ В ПЛЁНКАХ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Ni-Mn	61
3.1 Кристаллическая структура и обменное смещение в плёнках на основе системы Ni-Mn	61
3.1.1 Свойства плёнок Fe-Ni/Ni _x Mn _{100-x} /Fe-Ni в исходном состоянии	61
3.1.2. Свойства плёнок Fe-Ni/Ni _x Mn _{100-x} /Fe-Ni, подвергнутых отжигу.....	64
3.1.3 Температурные свойства плёнок Fe-Ni/Ni _x Mn _{100-x} /Fe-Ni.....	67
3.1.4 Влияние отжига на свойства плёнок Ni _x Mn _{100-x} /Fe-Ni	70
3.1.5 Температурные свойства плёнок Ni _x Mn _{100-x} /Fe-Ni	74
3.2 Влияние буферного слоя пермаллоя на структурное состояние и гистерезисные свойства многослойных плёнок Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni	75
3.3 Влияние толщины слоя Ni-Mn и наличия прослоек на обменное смещение в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni.....	78
3.3.1 Варьирование толщины слоя Ni-Mn на обменное смещение в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni. 78	
3.3.2 Влияние прослойки тантала на обменное смещение в плёнках Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni	82
3.3.3 Влияние других ультратонких магнитных и немагнитных прослоек на обменное смещение в плёнках Fe-Ni /Ni-Mn/Fe-Ni.....	84
Заключение к главе 3.....	86
4 СТРУКТУРНЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЁНКАХ Ni-Mn/Fe-Ni.....	89

4.1 Влияние отжига на структурные свойства однослойных плёнок Ni-Mn.....	89
4.2 Исследование структурных преобразований в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C.....	93
4.2.1 Магнитные свойства плёнок Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C.....	93
4.2.2 Температурное поведение обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C.....	94
4.2.3 Структурные свойства плёнок Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C.....	96
4.3 Роль структурных преобразований в формировании и исчезновении обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni.....	98
Заключение к главе 4.....	108
5 АНАЛИЗ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОВЕДЕНИЯ ОБМЕННОГО СМЕЩЕНИЯ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЁНКАХ Ni-Mn/Fe-Ni	110
5.1 Разделение вкладов низкотемпературной фазы спинового стекла и антиферромагнитной фазы в температурное поведение обменного смещения	111
5.2 Распределения температур блокировок в поликристаллических плёнках Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной слоя Ni-Mn.....	114
5.3 Определение константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn по медианным температурам блокировок плёнок Ni-Mn/Fe-Ni.....	117
Заключение к главе 5.....	122
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	123
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	125
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	127
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ	138
БЛАГОДАРНОСТИ.....	141

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Многослойные плёночные среды, в составе которых присутствуют обменно-связанные ферро- и антиферромагнитные слои, находят широкое применение в сферах записи информации и магнитной сенсорики [1,2]. Это возможно благодаря наблюдаемому в таких средах эффекту обменного смещения, заключающемуся в сдвиге по оси магнитного поля петли гистерезиса ферромагнитного слоя, на который действует эффективное «закрепляющее» поле со стороны антиферромагнитного слоя [3,4]. Величину этого сдвига принято называть полем обменного смещения H_{ex} . По мере увеличения температуры эта характеристика имеет выраженную тенденцию к снижению и становится равной нулю при достижении температуры блокировки T_b .

Практическое применение такого рода сред в технических устройствах требует от них повышенной температурной стабильности, непосредственно связанной с температурной стабильностью магнитных свойств антиферромагнетика. В связи с этим высокий интерес представляет химически упорядоченное антиферромагнитное соединение θ -NiMn (структура $L1_0$, CuAu-I), в массивных образцах обладающее температурой Нееля T_N до 1070 К. Как следствие, в пленках на основе Ni-Mn температура блокировки способна достигать 650 К, и что, вероятно, еще более важно, сохранять стабильное значение поля обменного смещения до 425 К [5-8]. Другим преимуществом данного соединения является его намного большая доступность в сравнении с другими широко используемыми антиферромагнетиками – Ir-Mn, Pt-Mn – так как в его составе не содержатся драгоценные металлы. Практически безальтернативно используемый в промышленных применениях антиферромагнитный сплав Ir-Mn содержит в своём составе по меньшей мере 20 ат.% иридия – одного из самых редких металлов на планете [9]. Уход от использования металлов группы платины в целом и иридия в частности как критического материала является одной из приоритетных задач, поставленной советом Евросоюза в 2011 году [9]. В это же время разработка функциональных сред с обменным смещением является одной из приоритетных задач, выделяемых научным сообществом в наши дни [1,10].

Выбор $Fe_{20}Ni_{80}$ (твёрдый раствор со структурой $A1$, гранецентрированная кубическая) в качестве ферромагнитного слоя в системах с обменным смещением в первую очередь продиктован практически нулевым значением констант магнитной анизотропии и магнитострикции, что особенно важно в тонкоплёночных средах. Низкое значение коэрцитивной силы (как правило, не превышающее 1 Э), присущее однослойным плёнкам $Fe_{20}Ni_{80}$, делает такой слой превосходным индикатором как присутствия антиферромагнетизма в смежном слое Ni-Mn, так и структурных неоднородностей в нем. Так обменная связь с антиферромагнитным слоем

может привести к сдвигу петли гистерезиса и/или увеличению коэрцитивной силы ферромагнетика даже в отсутствие сдвига петли. Кроме того, осаждение пермаллоя на аморфный или слой с существенно отличающейся структурой также приведет к увеличению коэрцитивной силы.

Степень разработанности темы

Несмотря на определенный интерес к обменно-связанным структурам на основе Ni-Mn в научной среде в прошедшие десятилетия, в литературе нет консенсуса о способах получения плёнок, их последующей обработки, сопровождающих этот процесс фазовых преобразованиях, и в конечном счете реализации обменного смещения [5-8]. Выводы некоторых исследований во многом противоречат другим работам. В значительной степени это связано с использованием различных методов получения пленок, выбором буферных слоев и параметров отжига. К примеру, в работе [7] по данным рентгеноструктурного анализа образцов, отожженных в течение 30 с при различных температурах, делается вывод о том, что в пленках $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$ (20 нм)/ $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{50}$ (50 нм)/ $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$ (5 нм), имеет место мартенситоподобный фазовый переход, происходящий менее чем за 30 с при температурах свыше 300 °С. В тоже время существуют работы, в которых делается вывод о том, что для формирования θ -NiMn плёночные образцы необходимо отжигать в течение десятков часов [5,8]. Данные противоречия служат одним из аргументов в пользу необходимости исследования подобных структур. Другим обоснованием в пользу выбора данной тематики служит необычное температурное поведение поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c , заключающееся в том, что с ростом температуры до 420 К для первой наблюдается существенный рост, сопровождающийся заметным снижением второй [5]. Такое поведение является крайне нетипичным и не получило удовлетворительного объяснения. Помимо этого, неисследованным остаётся проблема заметного расхождения наблюдаемого значения температуры блокировки ($T_b \approx 600 \div 700$ К) и температур Нееля антиферромагнитных фаз Ni-Mn – $T_N \approx 400 \div 450$ К для γ -Ni-Mn и $T_N \approx 1070$ К для θ -NiMn. Для большинства же сред величина T_b оказывается близкой к T_N антиферромагнитного слоя.

Цели и задачи

Целью данной работы является установление закономерностей и механизмов формирования обменного смещения с высокой температурой блокировки, а также его необратимого исчезновения при её достижении в плёнках типа Ni-Mn/Fe-Ni, полученных методом магнетронного распыления.

Для достижения данной цели были поставлены следующие задачи:

1. Получить объекты исследования – однослойные и многослойные поликристаллические тонкие плёнки, включающие слой Ni-Mn, в том числе плёнки Ni-Mn/Fe-Ni, проявляющие термически устойчивый эффект обменного смещения.
2. Установить закономерности формирования магнитных и структурных свойств плёнок Ni-Mn/Fe-Ni, в том числе с буферным слоем Fe-Ni, с различным составом и толщиной слоя Ni-Mn.
3. Определить фазовый состав и кристаллическую структуру однослойных плёнок Ni-Mn различного состава в исходном состоянии и после отжига.
4. Выявить влияние буферного слоя Fe-Ni и ультратонких прослоек на магнитные и структурные свойства плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с различным составом и толщиной слоя Ni-Mn.
5. С использованием специализированных измерительных протоколов установить механизмы, ответственные за температурное поведение магнитных свойств отожжённых плёнок типа Ni-Mn/Fe-Ni.
6. Выявить роль структурных преобразований в формировании и необратимом исчезновении эффекта обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni с буферным слоем и без него.
7. Обобщить полученные экспериментальные данные и сформулировать физическую модель, раскрывающую связь между составом, структурным состоянием и эффектом обменного смещения в плёнках с закрепляющим слоем Ni-Mn.

Научная новизна

В работе впервые установлены закономерности структурных преобразований, приводящие к формированию равновесной антиферромагнитной фазы θ -NiMn как из первоначально аморфного состояния, так и из неравновесной неупорядоченной антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn.

На основе анализа распределения температур блокировок впервые получена зависимость эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn от его толщины и от температуры. Возрастающий характер последней позволил объяснить наблюдаемый в ряде образцов аномальный рост поля обменного смещения с увеличением температуры.

Впервые установлено, что причиной необратимых изменений и исчезновения эффекта обменного смещения в плёнках типа Ni-Mn/Fe-Ni при нагреве их до температур, достигающих температуры блокировки, является декомпозиция фазы θ -NiMn.

Теоретическая и практическая значимость работы

Исследуемые в работе среды являются перспективными для использования в сфере записи информации и магнитной сенсорики. Величина температуры блокировки (~ 650 К), достигнутая в плёнках на основе Ni-Mn, находится на уровне свойств лучших сред с обменным смещением. Стабильность обменного смещения в температурном интервале от 300 К до 425 К является лучшей для соответствующих функциональных сред на основе антиферромагнетиков.

Проведённая в работе оценка величины константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn разной толщины позволила получить температурную зависимость данной характеристики материала. Эта методика может быть использована для изучения температурного поведения константы анизотропии поликристаллических антиферромагнетиков в других системах с обменным смещением.

Полученные в работе данные о структурных преобразованиях, происходящих в исследованных объектах во время отжига, могут быть полезными в целом для понимания механизмов протекания данных процессов в многослойных поликристаллических тонких плёнках на основе сплавов 3d-металлов, роли в них первоначального состояния образцов и их слоистой конфигурации.

Объекты исследования

Объектами исследования являлись многослойные поликристаллические тонкие плёнки, включающие слой Ni-Mn, как единственный функциональный элемент, так и входящий в состав обменносвязанных структур с ферромагнитным слоем Fe-Ni.

Предмет исследования

Предметом исследования являлось установление условий образования, количественное описание и модельная интерпретация эффекта обменного смещения в многослойных поликристаллических плёнках Ni-Mn/Fe-Ni, в связи с их структурными свойствами и температурой.

Методология и методы исследования

Исследуемые в работе однослойные и многослойные плёнки были получены методом магнетронного напыления на установке AJA ATC Orion-8. Аттестация образцов по толщине

производилась с помощью стилусного профилометра DekTak-150, контроль химического состава осуществлялся с использованием рентгеновского флуоресцентного спектрометра Rigaku NanoHunter. Структурные свойства образцов исследовались методом просвечивающей электронной микроскопии с использованием аппарата JEM-2100 и методом рентгеновской дифракции на дифрактометрах Philips X'Pert PRO, Дрон-3М и Panalytical Empyrean. Изучение магнитных свойств образцов осуществлялось с помощью магнитооптического Керр-микроскопа evico magnetics, вибрационного магнитометра LakeShore Cryotronics 7407, измерительного комплекса PPMS DynaCool производства компании Quantum Design.

Положения, выносимые на защиту

1. Наблюдаемый в плёнках на основе слоя Ni-Mn эффект обменного смещения является следствием реализации в нём одной из двух структурных модификаций, обладающих антиферромагнитным упорядочением: неравновесной химически неупорядоченной фазы γ -Ni-Mn или равновесной химически упорядоченной фазы θ -NiMn. Температура блокировки в первом случае составляет до 450 К и зависит от состава слоя, во втором – достигает 650 К.
2. Неравновесная антиферромагнитная фаза γ -Ni-Mn может быть стабилизирована в плёночном состоянии при использовании буферного слоя $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$.
3. Химически упорядоченная антиферромагнитная фаза θ -NiMn может быть получена при вакуумном отжиге, либо путём возникновения из рентгеноаморфного состояния, либо в результате декомпозиции неравновесной фазы γ -Ni-Mn. В первом случае этот процесс также проходит через стадию образования промежуточной фазы γ -Ni-Mn.
4. Причиной необратимого исчезновения обменного смещения в плёнках, содержащих фазу θ -NiMn, после высокотемпературного воздействия является декомпозиция указанной фазы, происходящая с участием прилегающих ферромагнитных слоёв Fe-Ni.
5. Наблюдаемый в интервале температур от 125 К до 400 К рост поля обменного смещения предположительно является следствием возрастания эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn.

Степень достоверности результатов

Исследуемые в диссертации плёночные образцы были получены с использованием современных технологий напыления. Эксперименты, выполненные в рамках диссертации, были проведены на высокоточном измерительном оборудовании. Полученные результаты проанализированы с использованием актуальных мировых методик в рамках современных

моделей и не противоречат ранее опубликованным данным в выбранной предметной области. Результаты диссертации были опубликованы в рецензируемых научных изданиях и представлены на научных конференциях высокого уровня.

Апробация результатов

Основные результаты были представлены на 19 российских и зарубежных международных научных конференциях: Международная молодёжная научная конференция «Физика. Технологии. Инновации» – 2016, 2018, 2019, 2020 (Екатеринбург, Россия); 54-ая Международная научная студенческая конференция – 2016 (Новосибирск, Россия); Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых учёных – 2016 (Ростов-на-Дону, Россия), 2017 (Екатеринбург, Россия); VII Euro-Asian Symposium «Trends in Magnetism» – 2016 (Красноярск, Россия); 2019 (Екатеринбург, Россия); Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества – 2016, 2017 (Екатеринбург, Россия); Moscow International Symposium on Magnetism – 2017 (Москва, Россия); XXIII Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» – 2018 (Москва, Россия); 8th Baikal International Conference «Magnetic materials. New technologies» – 2018 (Иркутск, Россия); 9th Joint European Magnetic Symposia – 2018 (Майнц, Германия); Magnetic Frontiers. Magnetic Sensors – 2019 (Лиссабон, Португалия); Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials MMM-2020 Virtual Conference – 2020 (Палм Бич, США); IEEE International Magnetism Virtual Conference Intermag – 2021 (Лион, Франция), Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред РНИКС – 2021 (Екатеринбург, Россия).

Связь работы с научными программами и темами

Приведённые в работе результаты были получены, в том числе, в рамках выполнения следующих проектов. Проекта РНФ № 18-72-10044 «Физико-технологические основы формирования функциональных свойств плёночных нанокомпозитов для магнитоэлектроники», проекта РНФ № 19-72-00141 «Применение методов машинного обучения для прогнозирования свойств и поиска новых магнитных плёночных структур с однонаправленной магнитной анизотропией», государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации FEUZ-2020-051 «Исследование магнитных явлений в атомных системах на основе 4f и 3d- переходных металлов в состояниях с различной пространственной размерностью и магнитопольевых эффектов в механически твердых и мягких

магнитных композитах как материалах для перспективных инженерных и медико-биологических технологий».

Публикации

По теме диссертации опубликованы 4 статьи в рецензируемых российских и зарубежных научных изданиях, входящих в перечень ВАК и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus. Опубликовано 19 тезисов российских и зарубежных международных конференций. Список работ приведён в конце диссертации.

Личный вклад автора

Автором диссертации совместно с научным руководителем д.ф.-м.н., профессором В.О. Васьковским выбрана тема диссертации, направление исследования, сформулированы цель диссертации и задачи, требующие решения для её достижения. Автором совместно с к.ф.-м.н. В. Н. Лепаловским методом магнетронного распыления получены серии однослойных и многослойных плёночных структур, представляющих собой объект исследования, произведён отжиг образцов различной длительности при различных температурах. Автором диссертации были проведены измерения магнитооптических петель гистерезиса. С участием автора осуществлялись большинство исследований структурных свойств плёнок методом просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии. Автором диссертации выполнена обработка всех экспериментальных данных. Автор принимал непосредственное участие в анализе полученных результатов и подготовке всех научных публикаций по теме диссертации.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из оглавления, введения, пяти глав, заключения, списка использованных обозначений и сокращений, списков литературы и публикаций по теме диссертации, и содержит 141 страницу, 81 рисунок и 1 таблицу. Список литературы насчитывает 138 наименований.

1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

Эффект обменного смещения был открыт 65 лет назад при исследовании охлаждённых в поле частиц кобальта, покрытых естественным оксидом CoO [11]. Авторами открытия впервые была предложена первоначальная модель, описывающая это явление [11-13]. Обменное смещение проявляется как сдвиг петли гистерезиса ферромагнитной части системы ФМ/АФМ, которая может иметь форму тонкой плёнки, наночастиц или даже массивного образца. Изначально окрещённый авторами «обменной анизотропией», в наши дни эффект больше известен как обменное смещение либо как однонаправленная анизотропия. Удобной количественной характеристикой эффекта является поле смещения H_{ex} , как правило, определяемое как модуль среднего между двумя коэрцитивными силами, в случае присутствия сдвига петли несовпадающими по величине: $H_{\text{ex}} = |H_{c1} + H_{c2}|/2$. Коэрцитивная сила H_c , которая в таких системах чаще всего оказывается выше, чем присуща ферромагнитной части системы самой по себе, как следствие, переопределяется следующим образом: $H_c = |H_{c1} - H_{c2}|/2$.

1.1 Механизмы обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках

За годы практического применения в устройствах со спиновыми клапанами было разработано множество материалов для создания обменного смещения, а с целью объяснения механизмов данного эффекта был предложен ряд теоретических моделей, к которым относятся модель доменной стенки [14], модель случайного поля [15], модель спин-флопа [16] и поликристаллические модели [17, 18]. Несмотря на существенный прогресс как в практическом, так и в теоретическом аспектах, до сих пор нет единой модели, способной адекватно описать все проявления однонаправленной анизотропии. Подробный обзор эффекта обменного смещения дан в работах авторов [3,4,19-25].

Наличие сложных взаимодействий между микроструктурой антиферромагнитного слоя, зачастую фрустрированного интерфейса, а также магнитными структурами в ферромагнитном слое, существенно затрудняют изучение микроскопических механизмов, ответственных за эффект обменного смещения. В этом параграфе даётся исчерпывающий обзор моделей обменного смещения.

1.1.1 Макроспиновая модель обменного смещения

В настоящее время среды с обменным смещением используются для достижения высокой производительности магнитных устройств, таких как считывающие головки на основе спиновых клапанов, жёсткие диски с перпендикулярной записью информации и другие магнитные запоминающие устройства. Явление обменного смещения в частицах кобальта, покрытых естественным оксидом CoO , как показано на Рисунке 1.1, было первоначально обнаружено Мейкледжоном и Бином в 1956-м году.

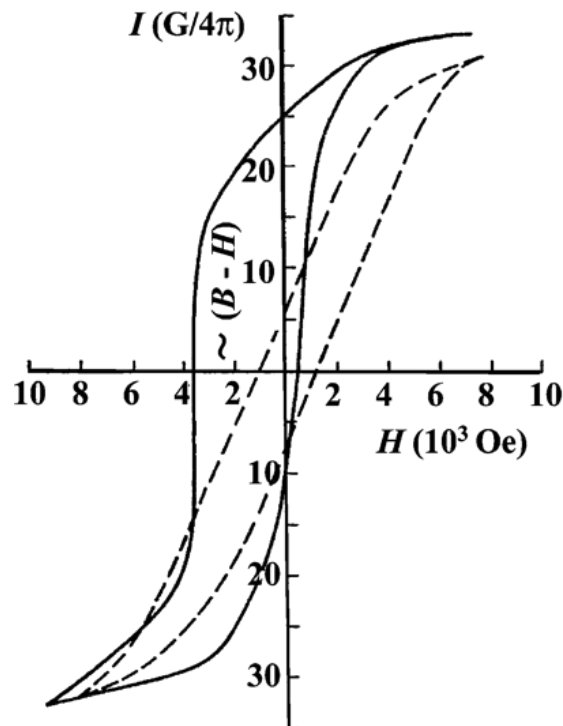


Рисунок 1.1 – Петли гистерезиса наночастиц кобальта, покрытых естественным оксидом CoO , измеренные при $T = 77$ К. Пунктирными линиями обозначена петля гистерезиса при охлаждении образца в отсутствие магнитного поля, сплошными линиями показана петля гистерезиса при охлаждении образца в магнитном поле, достаточном для насыщения образца [11].

Петли гистерезиса образцов, охлаждённых в магнитном поле, способном насытить ферромагнитное ядро, показывают признаки однонаправленной анизотропии в ферромагнитном (ФМ) ядре наночастицы кобальта, контактирующей с антиферромагнитной (АФМ) оболочкой CoO . С момента первого открытия обменного смещения множество систем типа ФМ/АФМ были исследованы экспериментально и теоретически. В ранних исследованиях было дано феноменологическое описание наблюдаемой картины [26], в рамках которого свободная энергия системы ФМ/АФМ выражается уравнением (1.1):

$$E_F = H M_s \cos \theta - K_d \cos \theta + K_a \cos^2 \theta, \quad (1.1)$$

где M_s – намагниченность системы, θ – угол между осью лёгкого намагничивания и направлением прикладываемого поля, K_d и K_a – константы однонаправленной и одноосной анизотропии соответственно. Из уравнения (1.1) может быть получено эффективное поле смещения $H_{\text{ex}}^{\text{eff}} = H - K_d/M_s$. Однако авторы не раскрывают происхождения энергии однонаправленной анизотропии K_d . Появление микроскопического источника, ответственного за присутствие обменного смещения, ожидается на атомном уровне.

Первоначально макроспиновая модель была основана на допущении о присутствии жёсткой спиновой структуры в антиферромагнитных материалах. Позднее Неель включил тепловые флуктуации спинов в макроспиновую модель, рассматриваемую им в приближении молекулярного поля [27]. По его результатам возмущение флуктуирующих спинов влияет на энергию связи на интерфейсе между ФМ/АФМ. Неель сделал важнейший шаг в понимании явления, отметив, что изменение намагниченности ферромагнитной части систем влечет за собой необратимые изменения в спиновой структуре интерфейсных слоёв антиферромагнетика. Следовательно, эти изменения будут влиять как на величину поля смещения, так и на коэрцитивную силу. Согласно его модели вклад в величину коэрцитивной силы вносят два фактора: сам ферромагнитный материал и слагаемое, пропорциональное необратимому изменению намагниченности, происходящему в антиферромагнитном слое. Еще одно важное отличие модели Нееля от модели, предложенной Мейклджоном и Бином, заключается в том, что в действительности, как полагал Неель, поверхность антиферромагнетика может быть частично скомпенсирована присутствием на ней обеих магнитных подрешеток (см. Рисунок 1.2). Однако несмотря на определенные успехи в понимании явления, данная модель также не может предсказать адекватные значения поля смещения.

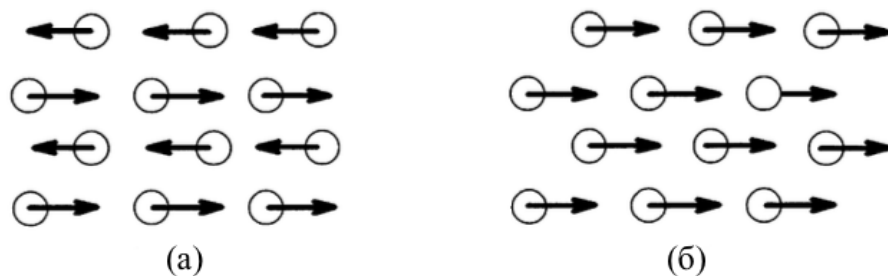


Рисунок 1.2 – Схематичное изображение полностью скомпенсированной (а) и нескомпенсированной (б) спиновой плоскости антиферромагнетика [19].

1.1.2 Модель антиферромагнитной доменной стенки

Обменная энергия магнитных атомов на интерфейсе системы ФМ/АФМ выражается как $J_1 S_{\text{FM}} S_{\text{AFM}}$, где J_1 – константа межслойной обменной связи, S_{FM} и S_{AFM} – макроспины ферромагнитной и антиферромагнитной частей системы соответственно. Обменная энергия становится порядка от 10 мэВ до 100 мэВ (от 100 К до 1000 К в переводе на температурную шкалу), когда J_1 имеет тот же порядок, что и обменная энергия в ферромагнитных или антиферромагнитных материалах. Однако энергии поля обменного смещения для многих экспериментальных данных достигают лишь порядка 1-10 мкэВ. Если же J_1 было бы достаточно мало, чтобы объяснить экспериментальные данные, то эффект обменного смещения должен был проявляться лишь вблизи абсолютного нуля температур. В 1987-м году Маури и соавторами была предложена модель доменной стенки, образующейся в антиферромагнетике, для устранения количественного несоответствия между феноменологической моделью обменного смещения и наблюдаемыми на эксперименте величинами. Модель доменной стенки антиферромагнетика исходит из предположения об образовании интерфейсной доменной стенки, располагающейся параллельно интерфейсу ФМ/АФМ. Модель предполагает полностью нескомпенсированный интерфейс с коллинеарной спиновой структурой в антиферромагнитном материале, учитывая лишь одномерную цепочку магнитных атомов. Магнитная структура интерфейсной доменной стенки показана на Рисунке 1.3. [14]. Стрелками обозначены вектора спинов, а оси лёгкого намагничивания лежат в направлении z как в антиферромагнитном, так и в ферромагнитном слоях. Из-за существующего между слоями обменного взаимодействия вращение ферромагнитных спинов формирует доменную границу в антиферромагнетике вблизи интерфейса. Разность энергий магнитных состояний с доменной стенкой и без неё соответствует энергии обменного поля смещения. Магнитная энергия такой доменной стенки определяется следующим уравнением:

$$E_{\text{wall}} = 4\sqrt{A_{\text{AFM}}K_{\text{AFM}}}, \quad (1.2)$$

где A_{AFM} и K_{AFM} – обменная жёсткость и константа анизотропии антиферромагнетика соответственно. Обменная жёсткость $A_{\text{AFM}} \sim J_{\text{AFM}}/a$, а константа анизотропии $K_{\text{AFM}} \sim D_{\text{AFM}}/a^3$. J_{AFM} – обменный параметр антиферромагнетика, D_{AFM} – энергия одноосной анизотропии, а a – постоянная решетки в антиферромагнетике соответственно. Оценочные значения обменного параметра J_{AFM} и энергии анизотропии D_{AFM} для сплава Fe-Mn составляют 10 мэВ и 0,2 мкэВ соответственно. Таким образом, расчётная энергия становится порядка 10 мкэВ, что согласуется с экспериментальными данными.

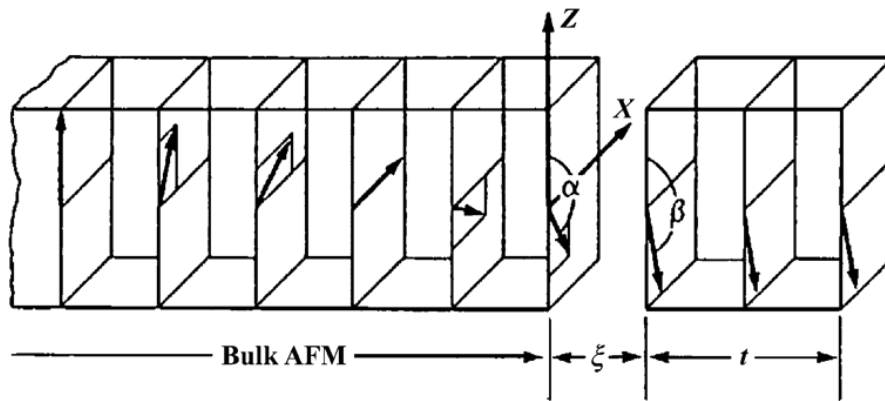


Рисунок 1.3 – Магнитная модель интерфейса тонкого ферромагнитного слоя и более толстого антиферромагнитного слоя. Ось анизотропии антиферромагнетика направлена вдоль оси z . На рисунке изображена ситуация, когда внешнее магнитное поле приложено против оси z и обменная связь на границе толщиной ξ положительна. Для простоты показаны спины только одной подрешетки антиферромагнетика [14].

1.1.3 Модель случайного поля

Предположение о модели интерфейсной доменной стенки не всегда реализуется на практике. Считается, что во многих системах антиферромагнитная часть интерфейса является скомпенсированной, особенно в случае получаемых для промышленного применения металлических плёнок. Суммирование намагниченностей антиферромагнитных подрешёток даёт ноль в определенных направлениях атомных плоскостей. Если интерфейс системы ФМ/АФМ соответствует такой атомной плоскости, формируется скомпенсированный интерфейс, и согласно модели Маури обменного смещения наблюдаться не будет. Для объяснения однонаправленной анизотропии в случае скомпенсированного интерфейса Малозёмовым была предложена модель случайного поля [15]. Физический аспект модели случайного поля проиллюстрирован на Рисунке 1.4. В данной модели предполагается, что интерфейсу присуща некоторая шероховатость, связанная с наличием атомных ступенек или дефектов. Сосуществование положительной и отрицательной обменной связи приводит к спиновой фрустрации на шероховатом интерфейсе. Спиновая фрустрация снижает обменную энергию, и антиферромагнитная доменная структура стабилизируется в таком фрустрированном спиновом состоянии. Расчётная энергия обменного смещения в данном случае E_{bias} по порядку значений согласуется с таковой для модели АФМ доменной стенки:

$$E_{\text{bias}} = \frac{2f\sqrt{A_{\text{AFM}}K_{\text{AFM}}}}{\pi^2}, \quad (1.3)$$

где f – структурный фактор, характеризующий долю фрустрированных спинов.

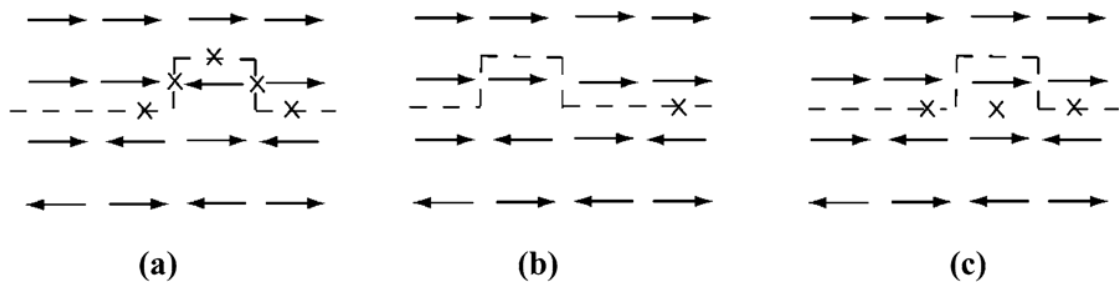


Рисунок 1.4 – Схематичный вид сбоку возможных конфигураций атомных моментов в двухслойной плёнке ФМ/АФМ с неплоским интерфейсом. Выпуклость должна быть визуализирована на двухмерном интерфейсе. Конфигурация (c) представляет более низкое энергетическое состояние (a). Сдвинутый выступ (b) энергетически эквивалентен переворачиванию ферромагнитных спинов (a) [15].

Выполненные ранее в рамках изинговской спиновой модели расчёты в приближении случайного поля [28] были ограничены простой кубической структурой для атомной конфигурации. Малозёмов попытался расширить модель до спиновой системы Гейзенберга. Однако ключевым отличием является введённый в модели структурный фактор f [29,30]. Шероховатость интерфейса оказывается необходимой для создания локальных нескомпенсированных участков на интерфейсе. Детальные исследования, проведённые на системе Fe-Ni/CoO [31,32], показали, что только 1% интерфейсных спинов являются нескомпенсированными. Столь небольшое количество нескомпенсированных спинов в коллинеарной спиновой системе приводит к количественному согласию между моделями и экспериментами.

1.1.4 Модель состояния домена

Позднее механизм локальной нескомпенсированности, возникающей в силу неидеальности интерфейса из-за поверхностной шероховатости был распространён на модель состояния домена [33,34]. Данная модель исследует влияние шероховатости интерфейса, подвергнутого ионной имплантации, и демонстрирует доменную структуру антиферромагнетика, в которой доменная стенка проходит перпендикулярно интерфейсу, как показано на Рисунке 1.5 [34]. Модель описывает антиферромагнитные спины типичной системы Co/CoO как изинговские, а ферромагнитные – как гейзенберговские. Неидеальность интерфейса

выражается во введении немагнитных атомов или дефектов в антиферромагнитном слое. Для получения сдвига петли значение коэффициента разбавления атомных вакансий на интерфейсе $p = 30\text{--}40\%$. Согласно данной модели интерфейс оказывается сильно отличным от экспериментально описанного в работах Такано и др. [31,32]. Помимо этого, модель доменного состояния не объясняет существования критической толщины антиферромагнитного слоя, необходимой для наблюдения обменного смещения. Численное моделирование, проведённое в рамках данной модели, показывает, что поле обменного смещения получается ненулевым в диапазоне толщин от одного до десяти атомных слоёв антиферромагнетика, что оказывается существенно ниже наблюдаемых на эксперименте значений, лежащих в области десятков атомных плоскостей.

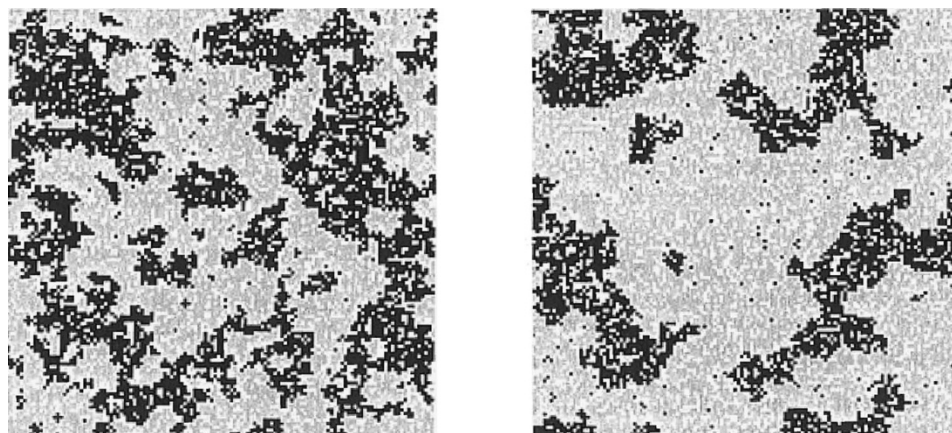


Рисунок 1.5 – Замороженные домены в антиферромагнетике. Показана шахматная спиновая конфигурация (серый и черный) интерфейсного слоя антиферромагнетика после начальной процедуры охлаждения для разбавления $p = 0,3$. Толщина АФМ $h = 1$ (левый рисунок) и $h = 10$ (правый рисунок). Вакансии оставлены белыми [34].

1.1.5 Модель спин-флопа

Экспериментально влияние неровности интерфейса было подробно изучено в работе, посвящённой обменному смещению в системе Fe/FeF₂ [35]. Одним из основных выводов данного исследования является тот факт, что чем более гладким оказывается межслойный интерфейс, тем выше оказывается поле обменного смещения при полностью скомпенсированном интерфейсе антиферромагнетика FeF₂. Данный экспериментальный результат привёл к созданию модели спин-флопа [16]. В данной модели как антиферромагнитный, так и ферромагнитный слои обладают объемно-центрированной кубической (ОЦК) решёткой, а интерфейсной является плоскость (110), в которой спины антиферромагнетика полностью скомпенсированы. Спиновая конфигурация вблизи интерфейса схематично представлена на Рисунке 1.6 [16]. Угол между

ферромагнитными и антиферромагнитными спинами составляет примерно 90° . Такую взаимную конфигурацию между спинами антиферромагнетика и ферромагнетика принято называть состоянием спин-флопа. В антиферромагнитном слое реализуется коллинеарная конфигурация первого типа с шахматным упорядочением внутри атомных плоскостей, однако спины антиферромагнетика вблизи интерфейса показывают отклонение от коллинеарного состояния, также известное как кантинг. Эффект кантинга играет ключевую роль в модели спин-флопа. Обменное взаимодействие между ферромагнитными и антиферромагнитными спинами способствует скашиванию подрешёток антиферромагнетика, а их результирующий вектор намагниченности $\mathbf{M} = \mathbf{M}_1 + \mathbf{M}_2$, где $\mathbf{M}_1$ и $\mathbf{M}_2$ это намагниченности двух подрешёток антиферромагнетика, принимает ненулевое значение. Результирующий вектор намагниченности, с которым взаимодействуют ферромагнитные спины, оказывается ориентирован перпендикулярно вектору Нееля $\mathbf{L} = \mathbf{M}_1 - \mathbf{M}_2$. Таким образом, в модели спин-флопа к локальной нескомпенсированности антиферромагнетика на интерфейсной плоскости приводит не неидеальность интерфейса, а обменное взаимодействие между ферромагнетиком и антиферромагнетиком. Появлению сдвига петли гистерезиса ферромагнетика согласно данной модели способствует необратимое вращение его намагниченности под действием обменного взаимодействия с антиферромагнетиком. В антиферромагнетике же формируется планарная доменная граница, схожая с описываемой в модели Маури и соавторов [14]. Данная модель также предполагает, что необходимым условием для появления однонаправленной анизотропии является толщина антиферромагнетика, достаточная для того, чтобы вместить в себя подобную доменную стенку [16].

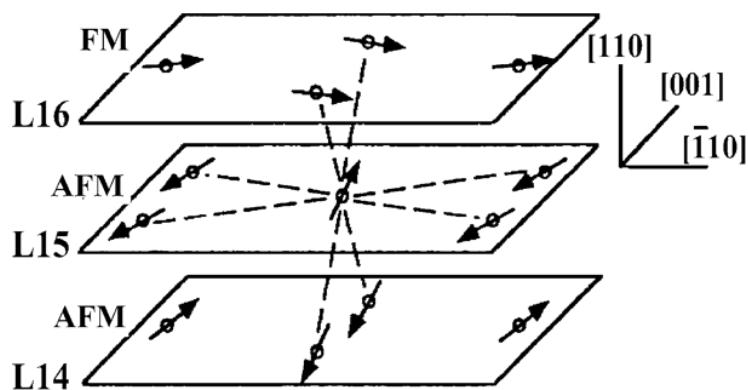


Рисунок 1.6 – Спиновая конфигурация на интерфейсной плоскости для пленки с 15 атомными плоскостями антиферромагнетика с низкой энергетической ориентацией ($\varphi = 90^\circ$). L15 и L16 обозначают интерфейсные плоскости антиферромагнетика и ферромагнетика соответственно.

Углы приведены в приблизительном масштабе [16].

1.1.6 Модель дефектов

Несмотря на то, что модель спин-флопа весьма успешно объясняет микроскопическое происхождение обменного поля смещения, авторами работ [36,37] было предложено другое решение для конфигурации спин-флопа в двухслойной системе ФМ/АФМ. Вычисление величины поля обменного смещения в модели спин-флопа основано на вращении ферромагнитных спинов параллельно границе раздела, которое далее описывается как двумерное вращение. Авторы, в свою очередь, пришли к выводу, что именно ограничение такого двумерного вращения спинов приводит к появлению обменного смещения. В представленном ими расчёте предполагается, что антиферромагнетик обладает гранецентрированной кубической (ГЦК) структурой, а интерфейс ориентирован вдоль плоскости (111), в которой антиферромагнитные спины являются скомпенсированными. Полученная спиновая конфигурация в антиферромагнитном слое обнаруживает структуру одиночных волн спиновой плотности (1Q), являющуюся коллинеарной. В ферромагнитном же слое спины перпендикулярны вектору Нееля L антиферромагнитного слоя. Спиновая структура этой модели аналогична конфигурации спин-флопа, показанной на Рисунке 1.7 [37]. Однако перемагничивание ферромагнитных спинов происходит перпендикулярно интерфейсу, то есть является трехмерным, в отличие от модели спин-флопа Куна [16]. Кроме того, подобное перемагничивание сопровождается необратимым вращением спинов антиферромагнетика. Таким образом, процесс перемагничивания не способствует сдвигу петли гистерезиса, оказывающейся симметричной, а лишь приводит к существенному увеличению коэрцитивной силы. Об аналогичном решении также сообщается в работах других авторов [38,39]. Таким образом, согласно модели спин-флопа обменное взаимодействие антиферромагнитного и ферромагнитного слоёв должно приводить лишь к уширению петли гистерезиса ферромагнетика.

Вышеописанные результаты подтолкнули авторов к рассмотрению влияния дефектов на скомпенсированный интерфейс [37]. Дефект моделировался помещением атома антиферромагнетика в кристаллографическом узле, соответствующем ферромагнетику на интерфейсе, представляющем собой сетку 4×4 атома. Замещенный атом антиферромагнетика играет роль своеобразного якоря, фиксирующего спины ферромагнетика в заданном направлении. Спины антиферромагнетика вблизи интерфейса отклоняются от исходной спиновой конфигурации 1Q на небольшой угол, и направление наклона меняется на противоположное из-за переключения прикладываемого поля. Угол наклона постепенно уменьшается и формируется исходная спиновая структура 1Q от интерфейса по всей глубине антиферромагнитного слоя. Расчётная петля гистерезиса обнаруживает сдвиг вдоль оси полей, однако присутствия доменной стенки в антиферромагнитном слое не наблюдается.

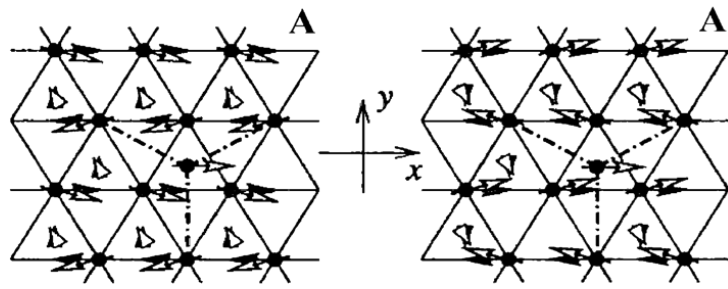


Рисунок 1.7 – Магнитная конфигурация интерфейса CoO/ФМ (111), где одну позицию ФМ занимает атом АФМ. Незакрашенные и закрашенные стрелки указывают направления релаксированного и нерелаксированного моментов в АФМ слое соответственно. Направления ФМ спинов даны треугольниками, где открытые треугольники в конфигурации А указывают, что моменты ФМ несколько отклонены от идеального расположения состояния спин-флопа. В конфигурации А' спины ФМ инвертированы. Пунктирными линиями выделены взаимодействия следующих ближайших соседей между дефектной позицией и одной из двух подрешёток АФМ [37].

Следует отметить, что спиновая структура антиферромагнитного слоя играет существенную роль в случае ГЦК-решетки. Представленная конфигурация спина показывает структуру спина 1Q в модели Шульцесса и Батлера [36,40]. Однако в случае химически неупорядоченного антиферромагнетика с ГЦК-структурой спиновые структуры 1Q, 2Q и 3Q в основном состоянии вырождены [41,42]. Снятию такого рода вырождения способствуют спиновые флуктуации [43]. По теоретическим расчётам в области небольшого количества добавки, в ГЦК-сплавах марганца преобладает коллинеарная структура 1Q [42]. Позднее Ким и соавторы предложили другую модель дефектов. Модель предполагает простую кубическую (ПК) структуру, а наличие дефектов обусловлено атомными вакансиями [44]. В направлении, перпендикулярном интерфейсу, возникает сильная анизотропия. Это заставляет спины лежать в плоскости интерфейса. В этом аспекте данная модель схожа модели Куна [16]. В этом случае как скомпенсированный, так и нескомпенсированный интерфейсы антиферромагнетика способствуют появлению обменного смещения. В случае скомпенсированного интерфейса плотность дефектов влияет на относительный угол между спинами ферромагнетика и антиферромагнетика. Для нескомпенсированного интерфейса поле обменного смещения уменьшается с увеличением плотности дефектов. В то же время коэрцитивная сила растёт с увеличением плотности дефектов, таким образом, зависимости поля обменного смещения и коэрцитивной силы от плотности дефектов проявляют прямо противоположный характер. В нескольких работах была исследована температурная зависимость обменного смещения в рамках данной модели [45,46]. Обменное смещение существует при низких температурах до некоторой критической температуры, а заметное увеличение коэрцитивной силы появляется только выше

неё. Позднее модель дефектов была обобщена на случай, когда вакансии распределяются в одной атомной плоскости, но такая модифицированная атомная плоскость может быть расположена как непосредственно на интерфейсе, так и вдали от него [47]. Межфазная доменная граница формируется в антиферромагнитном слое и способствует созданию обменного смещения. Ключевую роль в наблюдаемом значении поля обменного смещения играет плотность дефектов. Следует отметить, что поведение поля обменного смещения нестабильно, в случае когда дефектная плоскость расположена вдали от интерфейса.

Влияние дефектной плоскости было подробно изучено в исследовании авторов [48]. Их расчёт проводился в соответствии с моделью, предложенной Кимом и соавторами [45], и вместо введения атомных вакансий он содержит дефектную плоскость в системе с простой кубической решёткой. Такого рода плоскость вызывает нарушение упаковки в кристалле и приводит к уменьшению обменной константы J_{AFM} на определенной глубине атомных плоскостей. В их модели данная плоскость располагается на расстоянии четырех атомных слоёв от интерфейса. Важно отметить, что обменное смещение в таком случае реализуется даже при полностью скомпенсированном интерфейсе. Доменная стенка антиферромагнетика формируется вблизи интерфейса, а форма доменной стенки антиферромагнетика эквивалентна той, что описана в модели Маури и соавторов [14]. Как уже было отмечено, для наблюдения обменного смещения не требуется наличие дефектов на интерфейсе, соответственно, обменное смещение реализуется независимо от того, является ли скомпенсированным интерфейс, то есть осуществление однонаправленной анизотропии возможно при любом уровне шероховатости. Однако следует отметить, что расчёт энергии однонаправленной анизотропии выполняется в предположении о перемагничивании ферромагнетика путём вращения вектора намагниченности, так же, как и в модели спин-флопа, предложенной Куном [16]. Как упоминалось ранее в этой главе, вращение ферромагнитных спинов в плоскости потенциально приводит к появлению обменного смещения. Таким образом, считается, что численный расчёт процесса перемагничивания в рамках данной модели также даст сдвиг петли гистерезиса.

1.1.7 Аналитические модели обменного смещения

В рамках модели доменной стенки антиферромагнетика было предложено несколько аналитических формул. В ранних работах с численными вычислениями предполагается коллинеарная спиновая конфигурация в антиферромагнитном слое с нескомпенсированной поверхностью, выходящей на интерфейс. Эти предположения дают следующее простое выражение для магнитной энергии:

$$E = -E_{\text{wall}} \cos \alpha - J_1 \cos(\alpha - \beta) - K_{\text{FM}} h \cos^2 \beta - H M_{\text{FM}} h \cos \beta, (1.4)$$

где α и β – углы векторов намагниченности антиферромагнетика и ферромагнетика относительно легкой оси намагничивания. Энергия доменной стенки антиферромагнетика $E_{\text{wall}} = \sqrt{A_{\text{AFM}} K_{\text{AFM}}}$ задается константой обменного жёсткости A_{AFM} и константой магнитной анизотропии K_{AFM} антиферромагнитного слоя. J_1 представляет собой обменный параметр на интерфейсе между антиферромагнитным и ферромагнитным слоями. K_{FM} , M_{FM} и h представляют собой константу анизотропии, намагниченность и толщину ферромагнитного слоя соответственно. Внешнее поле H приложено вдоль оси лёгкого намагничивания. На основе уравнения (1.4) были получены аналитические решения в континуальном приближении [38,49]. Уравнение (1.4) может быть расширено для описания локальной нескомпенсированности интерфейса, соответствующей модели дефекта с шероховатостью интерфейса. Второй член в уравнении (1.4) был модифицирован авторами [50] следующим образом:

$$J_1 \{v \langle \mathbf{M} \cdot \mathbf{M}_1 \rangle + (1 - v) \langle \mathbf{M} \cdot \mathbf{M}_2 \rangle\}, \quad (1.5)$$

где $\mathbf{M}$ – вектор намагниченности в ферромагнитном слое. Единичные векторы $\mathbf{M}_1$ и $\mathbf{M}_2$ представляют собой намагниченности в подрешётках коллинеарного антиферромагнетика на интерфейсе. Коэффициент v обозначает плотность дефектов на интерфейсе, а при значении $v = 0,5$ реализуется полностью скомпенсированный интерфейс. Обменное смещение в таком случае не наблюдается. Несбалансированность же намагниченности подрешёток ($v \neq 0,5$) порождает ненулевое поле обменного смещения.

1.1.8 Поликристаллическая модель обменного смещения

Одним из наиболее важных шагов на пути к современной концепции обменного смещения являются работы Фулкомера и Чарапа, опубликованные в 1972 году. Сотрудниками университета Карнеги-Меллон, США были проведены как экспериментальные, так и теоретические исследования [51,52]. В этих исследованиях они рассматривали плёнки пермаллоя, подвергнутые воздействию кислотных паров, постепенно окисляющих никель в сплаве. В результате такого воздействия на поверхности плёнок образовывались изолированные антиферромагнитные зерна (см. Рисунок 1.8).

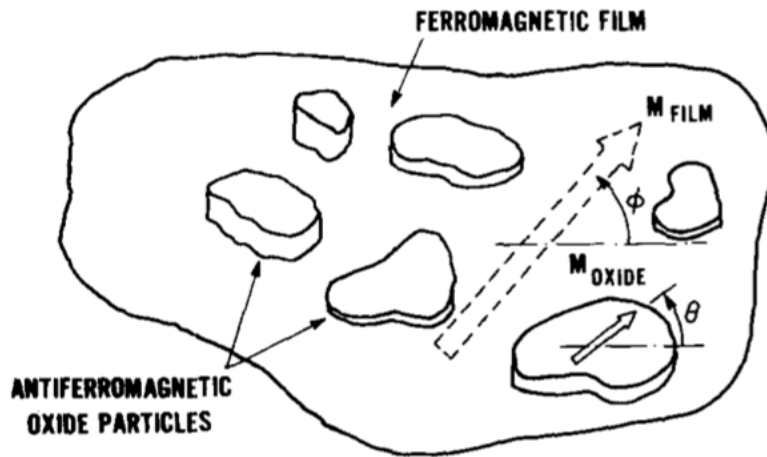


Рисунок 1.8 – Схематичное изображение антиферромагнитных оксидных частиц на ферромагнитной пленке. θ обозначает угол между поверхностным магнитным моментом антиферромагнитного зерна и осью легкого намагничивания ферромагнитной пленки, ϕ - угол между вектором намагниченности ферромагнитной плёнки и осью ее легкого намагничивания [51].

По мере роста размера и числа антиферромагнитных зёрен значительно изменялись и проявления обменного смещения в образцах. По аналогии с моделью Стонера-Вольфарта были проведены численные расчёты, находящиеся в согласии с экспериментальными данными [52,53]. В частности, Фулкомер и Чарап предположили, что воздействие обменного поля со стороны ферромагнетика на антиферромагнетик может вызвать термически активированное изменение ориентации подрешёток антиферромагнетика, что, в свою очередь, может привести к разбросу наблюдаемых величин поля смещения. Важная черта данной модели заключается в том, что она рассматривает широкий спектр размеров и форм антиферромагнитных зёрен. Таким образом, широко варьируются и величины константы анизотропии, и энергии взаимодействия. Принимая во внимание логнормальную форму распределения размера антиферромагнитных зёрен, модель сумела точно предсказать температурное поведение поля смещения и коэрцитивной силы в широком температурном диапазоне, в том числе выше температуры магнитного упорядочения антиферромагнетика – температуры Нееля T_N [54]. Модель Фулкомера и Чарапа послужила базисом для дальнейшего развития теории обменного смещения.

Цунода и Такахаша [55] применили поликристаллическую модель для исследования критической толщины поля обменного смещения. На Рисунке 1.9 представлена схематичная модель плёнки АФМ/ФМ, используемая авторами. В их работе обсуждалась модель измерения крутящего момента для оценки энергии магнитной анизотропии в АФМ слое. Фулкомер и Чарап

[52] объяснили температурную зависимость обменного взаимодействия для окисленных частиц кобальта на основе теории тепловых флуктуаций в приближении молекулярного поля. Ряд других авторов [56,57] применили поликристаллическую модель к расчету температуры блокировки в металлической плёнке Ni-Fe/Fe-Mn. Температура блокировки обменного смещения выражается через соотношение энергии тепловых флуктуаций и энергии магнитной анизотропии в АФМ зёрнах. Расчёт, представленный в их работе, показывает корреляцию высокой степени между средним размером зерна и температурой блокировки.

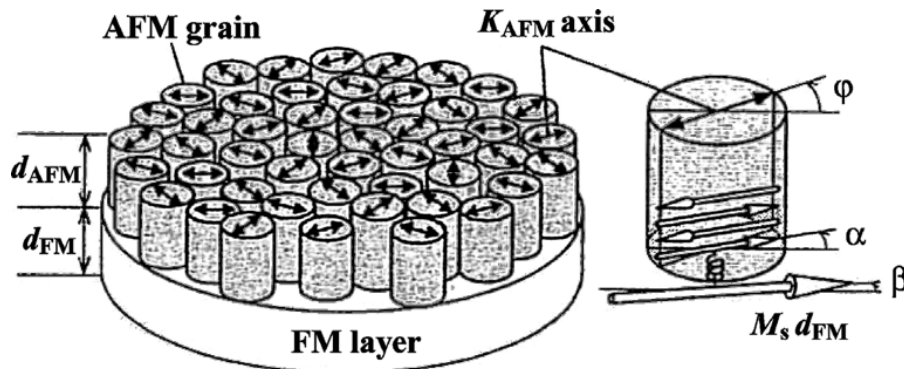


Рисунок 1.9 – Схематичная модель двухслойной обменносвязанной плёнки ФМ/АФМ.

Спиновая конфигурация в ферромагнитном слое и антиферромагнитном зерне и их угловые соотношения представлены в правой части рисунка [55].

После получения дополнительного развития в работах научной группы из университета Йорка, данный подход считается одним из наиболее эффективных в предсказании поведения поликристаллических систем с обменным смещением, а аналитические формулы вкупе с предложенным авторами протоколом измерения распределения температур блокировок позволяет оценить эффективную константу анизотропии антиферромагнетика [58]. Так с помощью данной методики были получены эффективные константы анизотропии при комнатной температуре антиферромагнитного сплава $\text{Ir}_{22}\text{Mn}_{78}$ в составе структуры Ir-Mn (10 нм)/Fe-Co (3 нм) – $K_{\text{Ir-Mn}} = (2,0 \pm 0,5) \times 10^7$ эрг/см³ [58], а также антиферромагнитного соединения MnN в составе структуры MnN (30 нм)/Co (1,6 нм) – $K_{\text{MnN}} = (6,3 \pm 0,3) \times 10^7$ эрг/см³ [59].

По современным представлениям зёрна в антиферромагнитном слое можно классифицировать как стабильные, частично стабильные или нестабильные, в зависимости от их размера, анизотропии и величины обменного взаимодействия между ними и ферромагнетиком (см. Рисунок 1.10). К нестабильным зёрнам относятся суперпарамагнитные и так называемые вращаемые зёрна, спиновая структура которых будет следовать вслед за намагниченностью ферромагнитного слоя в процессе перемагничивания. Стабильные же зёрна можно разделить на упорядоченные, то есть имеющие предпочтительную ориентацию, и неупорядоченные [58,60].

Суперпарамагнитные и неупорядоченные зёрна не оказывают влияния на процесс перемангничивания. Таким образом, предполагается, что вклад в анизотропию вносят лишь оставшиеся два типа зёрен. Именно стабильные зёрна в рамках данной классификации ответственны за появление смещения петли гистерезиса. Важно отметить, что с ростом температуры зёрна могут переходить из одного типа в другой, так как энергия тепловых флуктуаций $E = k_B T$, где k_B – это константа Больцмана, а T – температура, сравнивается с энергией анизотропии отдельно взятого зерна $E = K_{AFM} V_{AFM}$, где K_{AFM} – энергия анизотропии антиферромагнетика, а V_{AFM} – объём антиферромагнитного зерна. Наличие распределения антиферромагнитных зёрен по размеру приводит к существованию соответствующего распределения антиферромагнитных зёрен по энергии анизотропии. Именно существованием такого рода распределения в рамках данной модели успешно объясняется температурная и толщинная зависимости основных параметров, характеризующих обменно-смещённую петлю – поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c .

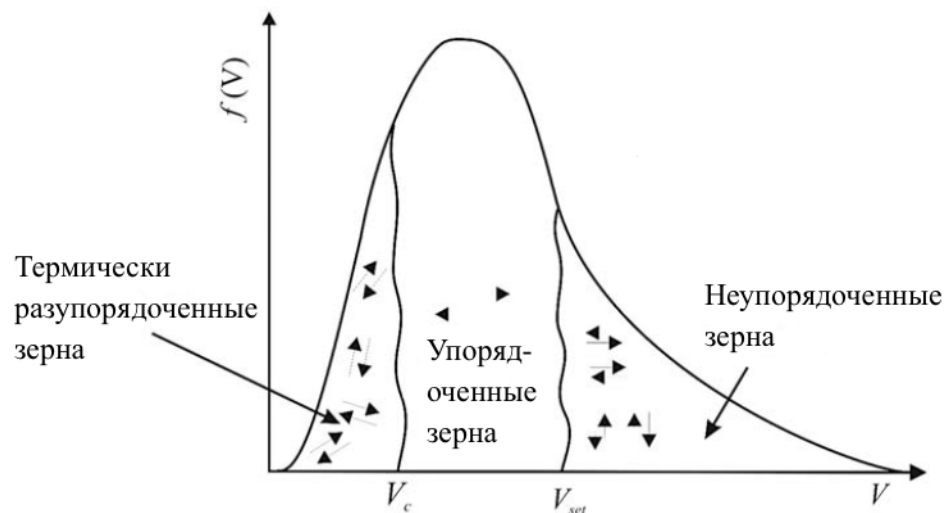


Рисунок 1.10 – Распределение зёрен антиферромагнетика по размеру [58].

На Рисунке 1.11 представлены петли гистерезиса, иллюстрирующие вклад вращаемых и стабильных антиферромагнитных зёрен, соотношение которых соответствует величине горизонтальных полос. Анизотропией ферромагнетика пренебрежимо мала. Для антиферромагнетика, полностью состоящего из вращаемых зёрен, происходит лишь увеличение коэрцитивной силы, обменного смещения не наблюдается. В случае перехода некоторого количества зёрен в стабильное состояние, происходит смещение петли гистерезиса, коэрцитивная сила несколько уменьшается. Таким образом, распределение количества зёрен по размеру и, соответственно, энергии анизотропии определяет величину поля смещения и

коэрцитивной силы. Переход одного типа зёрен в другой возможен путем проведения отжига в магнитном поле [60].

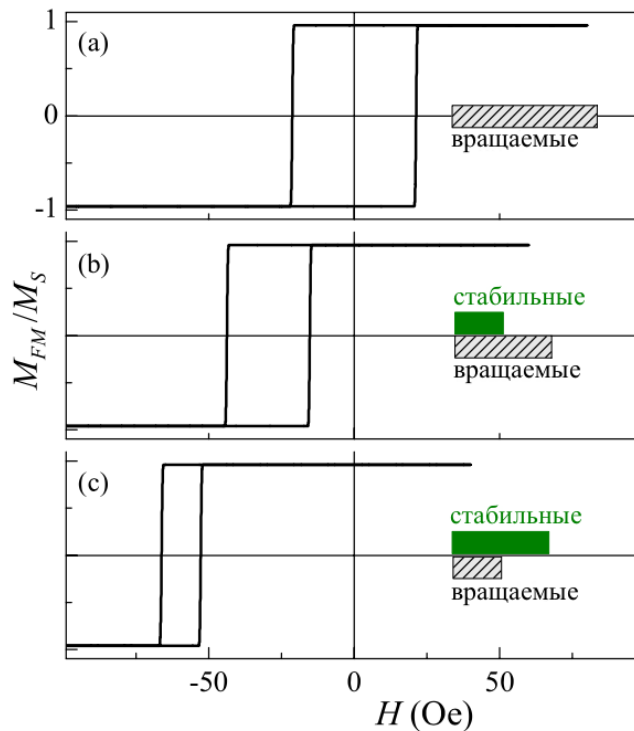


Рисунок 1.11 – Петли гистерезиса, рассчитанные для плёнок с различным соотношением стабильных и вращаемых антиферромагнитных зёрен [60].

Как ранее уже было упомянуто, двумя важнейшими характеристиками, определяющими вклад зерна в ту или иную величину, являются его анизотропия и сила взаимодействия с ферромагнетиком. Этот набор параметров определяет к какому классу зёрен – стабильным или вращаемым – относится данное зерно. Принято считать, что вращаемые зёрна обладают меньшей анизотропией, чем стабильные. Однако, согласно последним теоретическим работам, это не всегда так [60]. Рассмотрим сильно анизотропное зерно антиферромагнетика. Оно также может давать вклад в коэрцитивную силу, а не величину смещения, при условии, что его обменная связь с ферромагнетиком достаточно сильна. Аналогичным образом, зёрна с низкой анизотропией могут давать вклад в поле смещения, но не коэрцитивную силу, если они слабо связаны с ферромагнетиком.

На Рисунке 1.12 представлены две последовательности петель гистерезиса, смоделированные для простого случая ферромагнетика, связанного с антиферромагнетиком, чьи параметры варьировались. Верхняя петля гистерезиса представляет собой начальную точку для обеих последовательностей. Петли в левом столбце были вычислены при постоянной константе анизотропии антиферромагнетика и различных величинах константы обменного взаимодействия. В правом столбце постоянной оставалась константа обменного взаимодействия,

а изменялась константа анизотропии антиферромагнетика. Как можно увидеть, сначала усиление обменной связи приводит к уменьшению коэрцитивной силы и увеличению поля смещения, однако при дальнейшем усилении обменного взаимодействия петля становится симметричной с высокой коэрцитивной силой. В случае ослабления анизотропии антиферромагнетика, в конечном итоге происходит тоже самое, что и в случае усиления обменной связи [60].

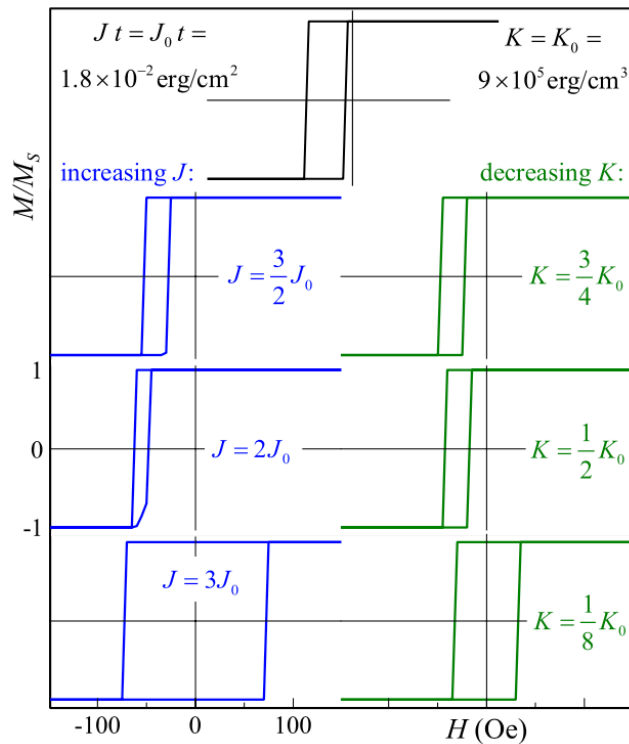


Рисунок 1.12 – Петли гистерезиса, смоделированные для различных значений константы обменной связи J и константы анизотропии K [60].

1.1.9 Образование спинового стекла в интерфейсном объёме плёнок ФМ/АФМ

В плёнках, полученных методом распыления, наблюдается перемешивание атомов двух слоев, что вносит дополнительную фрустрацию для спинов, находящихся в интерфейсной области. Методом нейтронной рефлектометрии в плёнках Fe-Ni/CoO была обнаружена прослойка толщиной ~ 1 нм, по свойствам существенно отличающаяся от смежных слоёв, представляющая собой некоторую смесь оксидов железа и никеля [61]. Таким образом, интерфейс систем ФМ/АФМ, испытывающий значительное перемешивание атомов в случае получения методом распыления, имеет естественную тенденцию к образованию интерфейсных фаз, способных, обладая толщиной, превышающей несколько атомных плоскостей, существенным образом влиять на наблюдаемые магнитные свойства. Другой интересной

особенностью поликристаллических тонких плёнок с обменным смещением является значительный рост поля смещения при понижении температуры, наблюдаемый в области от 2 К до 100 К – 150 К. В рамках поликристаллической модели обменного смещения это означает существование второй фазы, помимо основной антиферромагнитной, способной закреплять намагниченность ферромагнитного слоя. Вкупе с тенденцией поликристаллических плёнок к образованию интерфейсных фаз, это натолкнуло исследователей к созданию модели спинового стекла.

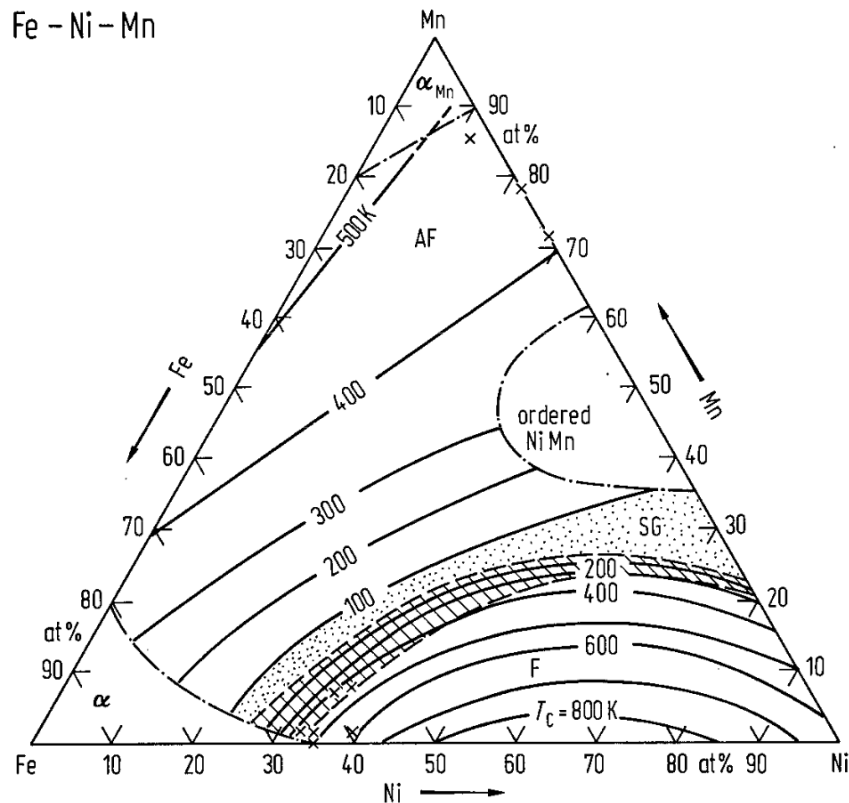


Рисунок 1.13 – Фазовая диаграмма тройной системы Fe-Ni-Mn в неупорядоченной ГЦК-структуре [62]. Область, заполненная точками, соответствует области существования спинового стекла. Область, заполненная косыми линиями – возвратному спиновому стеклу, выше температуры замерзания которой T_f и до температуры Кюри T_C или Нееля T_N , является ферромагнетиком или антиферромагнетиком соответственно.

Обладающие, как правило, неупорядоченной ГЦК-структурой твёрдые растворы переходных металлов в широком композиционном диапазоне проявляют свойства спинового стекла, либо возвратного спинового стекла. К примеру, рассмотрим хорошо изученную систему $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$, в которой $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$ является антиферромагнетиком с неупорядоченной ГЦК-структурой. Состав интерфейсной области, возникающей при смешивании двух сплавов, можно грубо оценить следующим образом: $\frac{1}{2} (\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}) + \frac{1}{2} (\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}) = \text{Fe}_{35}\text{Ni}_{40}\text{Mn}_{25}$. На фазовой диаграмме тройной системы Fe-Ni-Mn, приведённой на Рисунке 1.13, данному составу

соответствует спиновое стекло с температурой замерзания T_f , лежащей в интервале от 100 К до 200 К.

Исследование тонких плёнок Co (2,2 нм)/ $\text{Cu}_{94}\text{Mn}_6$ в которых слой Cu-Mn является каноническим спиновым стеклом с температурой замерзания $T_f = 25$ К показало, что спиновое стекло само по себе способно закреплять смежный ферромагнитный слой [63]. Оказывается, что по своим свойствам системы, в которых обменное смещение связано с наличием спинового стекла схожи с классическими: в них также наблюдается увеличение коэрцитивной силы, зависимость гистерезисных свойств от толщины такого слоя имеет схожий вид. Однако есть проявление, редко наблюдающееся в классических системах. Оно заключается в нестандартной температурной зависимости поля смещения (см. Рисунок 1.14). В некотором температурном диапазоне ряд образцов показывает смену знака сдвига петли гистерезиса. Таким образом, на температурной зависимости поля обменного смещения может присутствовать две температуры блокировки.

Этот эффект может быть объяснен с использованием модели на основе взаимодействия Рудермана-Киттеля-Касуйи-Йосиды (РККИ). Эффективное взаимодействие спинов атомов марганца с магнитным моментом ферромагнетика по большей части температурно независимо в диапазоне от нуля Кельвин до температуры застывания спинового стекла. Так или иначе, эффективное поле массива спинового стекла исчезает с приближением к температуре застывания. Таким образом, в некотором температурном диапазоне ниже температуры застывания спинового стекла ферромагнитное упорядочение будет доминировать. В какой-то степени это поведение схоже с поведением двухподрешётчного ферримагнетика, у которого наблюдается температура компенсации. В двуслойных системах типа спиновое стекло/ферромагнетик соответствующая температура компенсации эквивалентна нулевому межслойному взаимодействию и представляет собой температуру, при которой межслойное взаимодействие меняет знак [63].

Наличием фазы спинового стекла можно объяснить нетипичное поведение и других систем с антиферромагнетиками на основе марганца. Исследования систем Ir-Mn/Co натолкнули магнитологов на создание данной модели [63]. Главное отличие Ir-Mn от Cu-Mn заключается в том, что Ir-Mn намного более анизотропный, что приводит к большей термической устойчивости и спинового стекла. Также важно отметить, что насыщение поля смещения в случае Ir-Mn достигается при толщинах на порядок меньших Cu-Mn . Следовательно, можно предположить, что спиновое стекло, образованное из более анизотропного и термически устойчивого антиферромагнетика, имеет больший потенциал к увеличению поля смещения и коэрцитивной силы, и способен делать это при меньших толщинах.

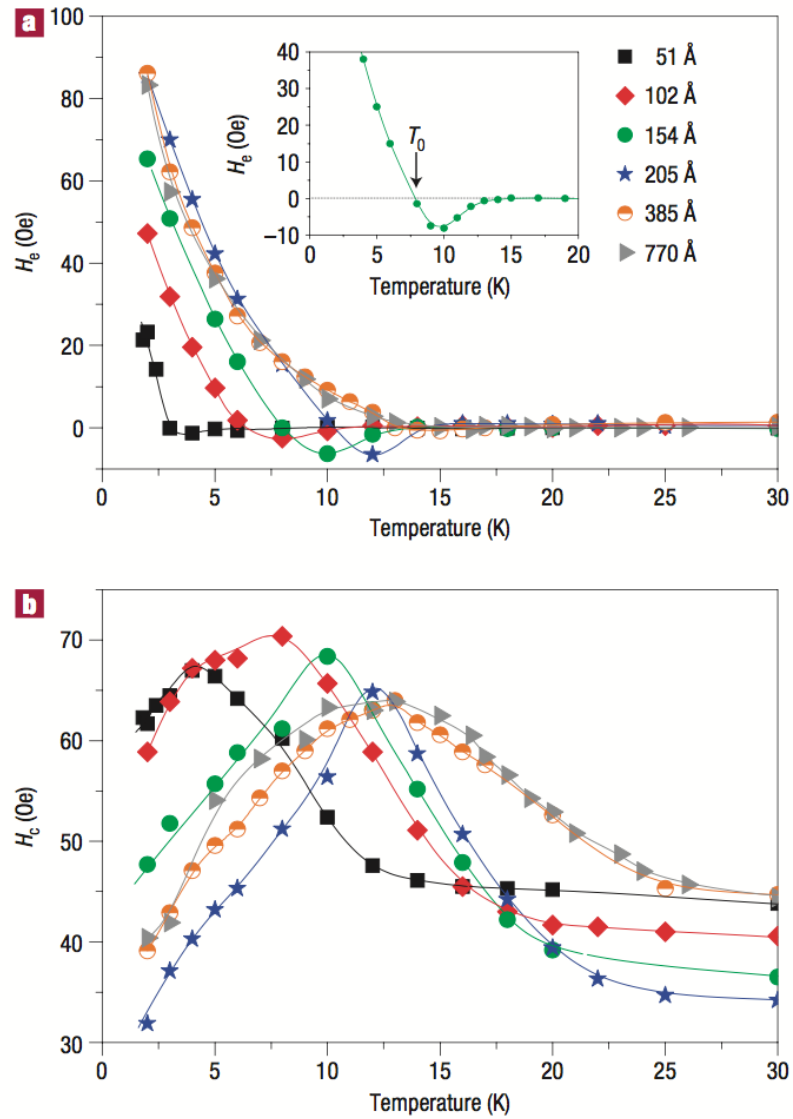


Рисунок 1.14 – Температурные зависимости поля смещения (a) и коэрцитивной силы (b).

Различные кривые соответствуют различным толщинам слоя Cu-Mn [63]. Вставка на рисунке (a) показывает увеличенную область изменения знака поля обменного смещения.

Вклад фазы спинового стекла в обменное смещение и увеличение коэрцитивной силы определяется распределением неровностей в интерфейсе, а также силой взаимодействия между ближайшими спинами и величиной локальной анизотропии. Статистические флуктуации в этих величинах от точки к точке приводят к появлению областей с более и менее сильным взаимодействием. В свою очередь, сила с которой область спинового стекла связана с ферромагнетиком, зависит от спиновой конфигурации интерфейса.

1.1.10 Соотношение одноосной и однонаправленной анизотропий

В зависимости от спиновой конфигурации возможно изменение анизотропии ферромагнитного слоя. Такой вывод был сделан в ряде работ, посвященных неколлинеарности между осью анизотропии ферромагнетика и осью однонаправленной анизотропии [64,65]. В данных работах рассматриваются обменносвязанные плёнки антиферромагнитного Ir-Mn с различными ферромагнетиками.

Оказывается, что на отклонение осей анизотропии может влиять величина анизотропии обоих слоев и толщина антиферромагнитного слоя. При низком значении толщины антиферромагнитного слоя, угол между легкой осью ферромагнетика и осью однонаправленной анизотропии может составлять до 90° . Для более толстых слоёв антиферромагнетиков, неодинаковый вклад анизотропий приводит к асимметричному перемагничиванию. Существование этого явления было доказано теоретически и экспериментально [64,65]. Допущением существования такого рода неколлинеарности можно объяснить существование некоторых необычных экспериментальных результатов, опубликованных ранее. На Рисунке 1.15 представлена наглядная иллюстрация механизма осуществления подобной неколлинеарности.

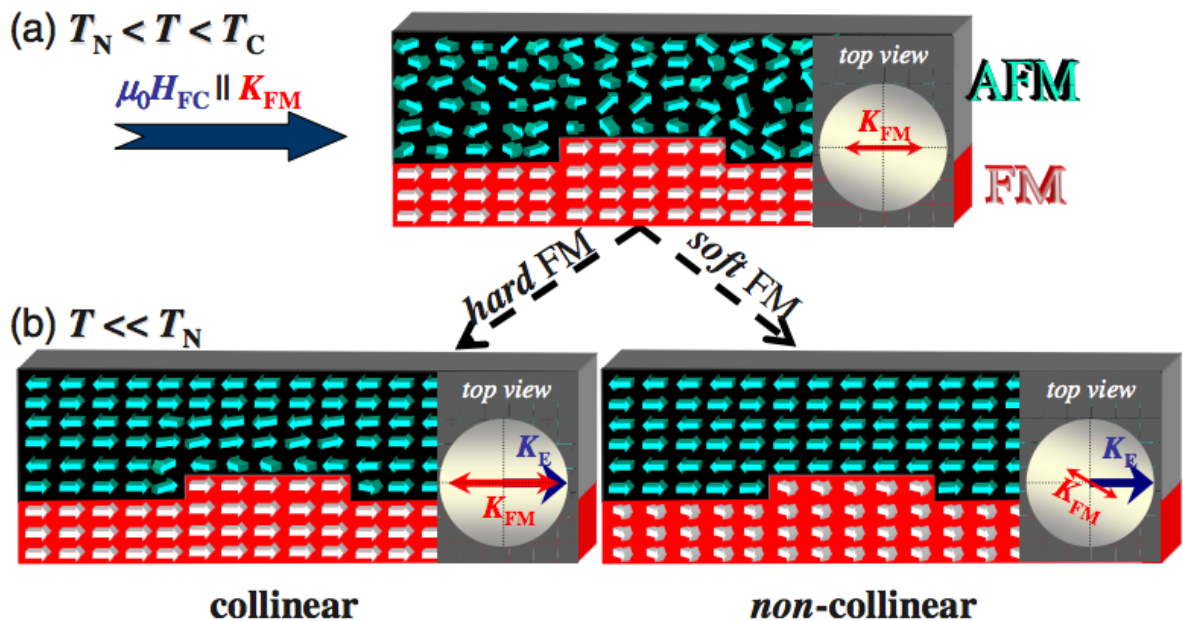


Рисунок 1.15 – Схематическое представление неколлинеарности между осью лёгкого намагничивания ферромагнетика и осью однонаправленной анизотропии [65].

Остановимся подробнее на влиянии анизотропии ферромагнетика. Пусть при температуре ниже температуры Кюри, но выше температуры Нееля, образец находится в магнитном поле, сонаправленном с осью лёгкого намагничивания ферромагнетика. При охлаждении ниже температуры Нееля антиферромагнетик, в силу обменного взаимодействия, выстраивается таким

образом, что его лёгкая ось оказывается сонаправлена с лёгкой осью ферромагнетика. Согласно модифицированной модели Стонера-Вольфарта, представленной в работе [58], наличие неровностей интерфейса и магнитных фрустраций приводит к различной ориентации оси лёгкого намагничивания ферромагнетика и оси однонаправленной анизотропии. В случае слабо анизотропного ферромагнетика, его магнитные моменты отклоняются от оси лёгкого намагничивания. В случае же более анизотропного ферромагнетика, некоторое отклонение испытывают магнитные моменты антиферромагнетика.

1.2 Сплавы и соединения бинарной системы Ni-Mn

Бинарные сплавы и соединения системы Ni-Mn способны проявлять различные виды магнитных свойств в зависимости от соотношения компонент и своего структурного состояния. При рассмотрении фазовой диаграммы можно выделить области существования химически упорядоченных интерметаллидов и неупорядоченных твёрдых растворов. К числу первых относятся стехиометрии Ni_3Mn и эквиатомный NiMn . Первый является ферромагнетиком с температурой Кюри $T_C = 455\text{ }^\circ\text{C}$ [66] при условии достаточной степени упорядочения в сверхструктуре типа Cu_3Au ($L1_2$), в которой атомы никеля занимают позиции в центрах граней, а атомы марганца – угловые. Равновесная фазовая диаграмма бинарной системы Ni-Mn вблизи области существования интерметаллида Ni_3Mn представлена на Рисунке 1.16. Согласно нейтронографическим данным средний магнитный момент, приходящийся на атом при комнатной температуре составляет $1,02\text{ }\mu_B$, момент, приходящийся на атом марганца $\mu_{\text{Mn}} = (3,18 \pm 0,25)\text{ }\mu_B$, приходящийся на атом никеля $\mu_{\text{Ni}} = (0,30 \pm 0,05)\text{ }\mu_B$ [67]. Ключевую роль в формировании высокоупорядоченной структуры играет отжиг образцов при температурах от $420\text{ }^\circ\text{C}$ до $470\text{ }^\circ\text{C}$ в течение десятков или даже сотен часов [68], что позволяет исходному образцу, представляющему собой твёрдый раствор замещения марганца в гранецентрированном кубическом $\gamma\text{-Ni}$ (ГЦК, $A1$) перейти в сверхструктуру типа Cu_3Au .

Другим соединением системы Ni-Mn является эквиатомный NiMn , в некоторых из своих модификаций способный проявлять антиферромагнетизм. При комнатной температуре равновесной является гранецентрированная тетрагональная (ГЦТ) фаза $\theta\text{-NiMn}$ со структурой CuAu-I ($L1_0$), в которой в идеальном случае чередуются слои двух элементов [70]. $\theta\text{-NiMn}$ является коллинеарным двухподрешёточным антиферромагнетиком с антиферромагнитным упорядочением внутри слоев марганца, атомы которого по разным источникам обладают магнитным моментом от $3,8\text{ }\mu_B$ до $4,2\text{ }\mu_B$, магнитный же момент никеля не превосходит $0,2\text{ }\mu_B$

либо вовсе отсутствует [70,71]. Фазовая диаграмма в области эквиатомного состава представлена на Рисунке 1.17.

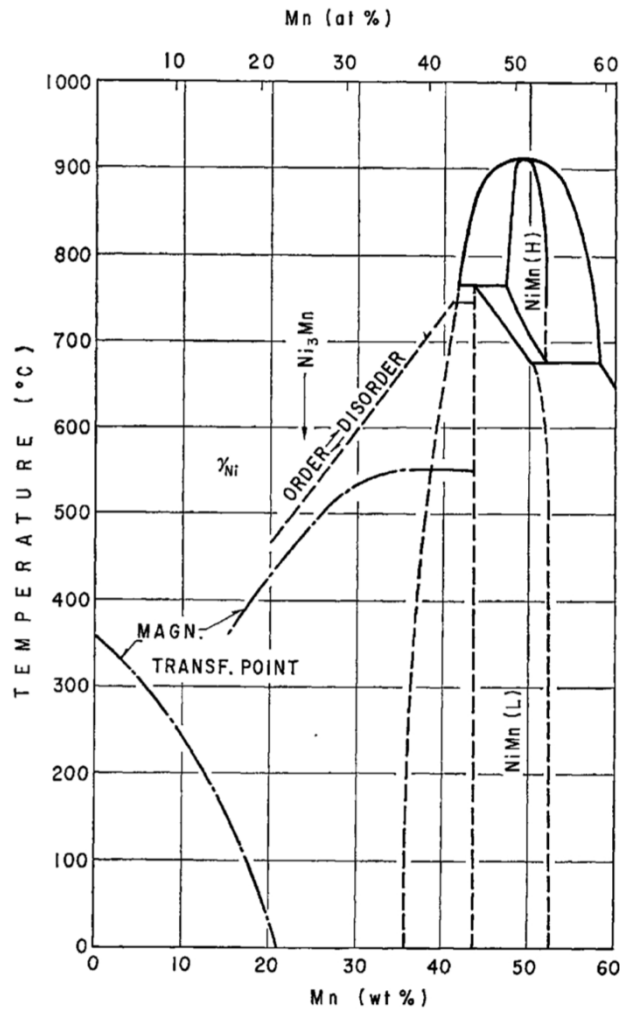


Рисунок 1.16 – Равновесная фазовая диаграмма бинарной системы Ni-Mn вблизи области существования интерметаллида Ni_3Mn [69].

Данная фаза имеет чрезвычайно высокую температуру Нееля $T_N = 800 \pm 40$ °C, за счет чего долгое время привлекает внимание исследователей. Фаза допускает некоторое отклонение от стехиометрии (не более 5 ат.%), что, впрочем, несколько снижает T_N – (760 ± 30) °C и (740 ± 40) °C в случае 45,4 ат. % и 53,4 ат.% марганца соответственно. Тетрагональное искажение вдоль оси c направлено так, что сдавливает элементарную ячейку в направлении от одной атомной плоскости к другой ($a = 3,74$ Å, $c = 3,52$ Å, $a/c = 0,942$) [70]. Это непосредственно связано с анизотропией данного антиферромагнетика, по теоретическим расчётам имеющей характер «лёгкой плоскости» [72]. Элементарная ячейка $\theta\text{-NiMn}$ ($L1_0$) с предполагаемой спиновой конфигурацией и атомное упорядочение в плоскости типа (111) представлены на Рисунке 1.18. Данная фаза не обнаруживает структурных фазовых переходов при понижении температур до температуры жидкого гелия. В районе температур от 700 °C до 900 °C стабильной является фаза

β -NiMn, имеющая упорядоченную объёмно-центрированную кубическую (ОЦК) структуру типа CsCl ($B2$), в которой атомы одного сорта занимают угловые позиции, а другого – центральные. Данная фаза является парамагнитной в диапазоне своего равновесного существования, получение же данной фазы при комнатной температуре методом закалки в массивных образцах не приводит к успеху [70].

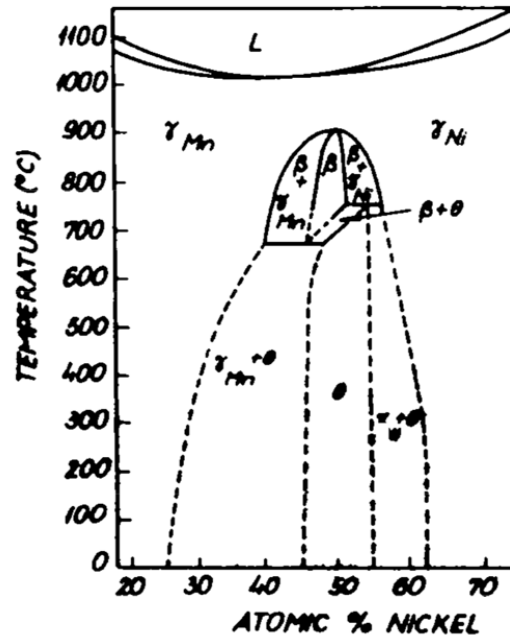


Рисунок 1.17 – Фазовая диаграмма бинарной системы Ni-Mn вблизи области существования интерметаллида NiMn [70].

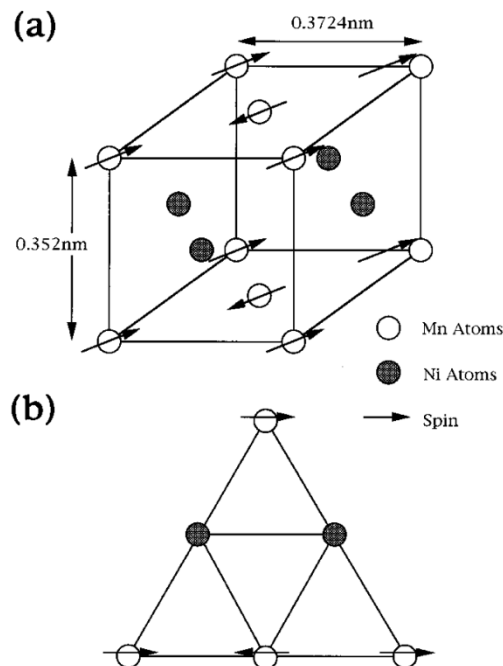


Рисунок 1.18 – Элементарная ячейка θ -NiMn ($L1_0$) с предполагаемой спиновой конфигурацией (a) и атомное упорядочение в плоскости типа (111) (b). [73].

Фазовый переход между упорядоченными фазами β -NiMn и θ -NiMn является мартенситным, то есть осуществляется без диффузии и сопровождается резким изменением параметров ячейки, а также температурным гистерезисом. Схематично переход представлен на Рисунке 1.19. Температура мартенситного перехода θ/β изменяется при отклонении от эквиатомного состава, у которого таковая составляет примерно 710 °С. В случае избытка марганца она снижается – до 660 °С при составе Ni₄₅Mn₅₅, в случае же избытка никеля – повышается, до 750 °С при использовании состава Ni₅₁Mn₄₉. Однако согласно данным электронной микроскопии, переход θ/β является мартенситным лишь в сторону мартенсита – β -NiMn [74]. Обратное же преобразование, по мнению авторов, строго говоря не является мартенситным, так как приводит к нарушению кристаллографических соотношений между элементарными ячейками в силу эффекта закалки, возникающего из-за очень высокой температуры мартенситного перехода и относительно узкого температурного диапазона равновесного существования β -NiMn.

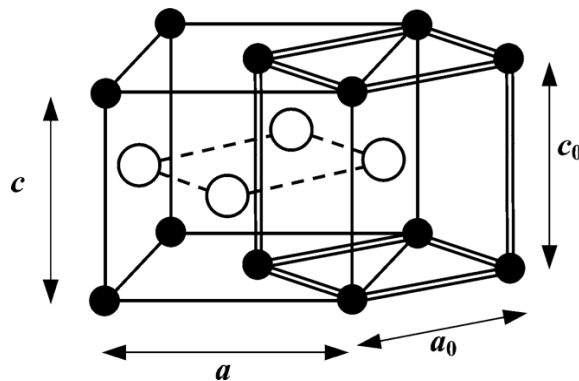


Рисунок 1.19 – Соотношение элементарных ячеек $L1_0$ θ -NiMn, характеризующегося параметрами a и c , и $B2$ β -NiMn с параметрами a_0 и c_0 [75]. Закрашенными и полыми кружками обозначены атомы двух сортов. Структурное превращение между данными фазами является бездиффузионным и сопровождается лишь резким изменением параметров решётки.

Чрезвычайно полезными для понимания процессов, сопровождающих превращения $\beta \rightarrow \theta$, оказываются исследования поведения многокомпонентных сплавов, в составе которых присутствуют никель и марганец [76]. Исследование микроструктуры массивных образцов тройного сплава Fe-Ni-Mn под действием многочасового отжига при температуре 480 °С показало, что сегрегация данного сплава начинается с выпадения очень мелких, полностью когерентных кластеров β -NiMn в матрице α -Fe. Эти кластеры трансформировались в θ -NiMn в результате мартенситного превращения по механизму микродвойникования. Выпадение θ -фазы значительно уменьшает параметр решетки и ширину пиков. Учитывая аномальную упругую мягкость фазы β -NiMn, авторами предполагается, что мартенситное превращение происходит в

соответствии с механизмом локализованных мягких мод. Межфазный энергетический барьер, по-видимому, препятствует превращению очень мелких преципитатов на более ранних стадиях старения.

Как бы то ни было, последующий отжиг преципитатов θ -NiMn в матрице α -Fe может привести к деградации θ -NiMn [77]. В ходе отжига при температуре 440 °C в частицах θ -NiMn происходит двойникование с образованием дефектной границы. Такие границы разрастаются и формируют дефектные двойники θ -NiMn, в которые и происходит диффузия железа несмотря на то, что растворимость его в θ -NiMn пренебрежимо мала. Диффузия железа в двойники приводит к нарушению химического упорядочения в них. Таким образом в двойниках θ -NiMn происходит превращение в аустенит – химически неупорядоченный ГЦК-сплав. Когда концентрация железа в таких двойниках достигает приблизительно 48,3 ат.%, они начинают разрастаться, преобразуя всё зерно θ -NiMn в аустенит.

Нужно отметить, что при концентрациях, существенно отклоняющихся от эквиатомной, β -NiMn способен сосуществовать с высокотемпературной химически разупорядоченной фазой γ -Ni-Mn, обладающей гранецентрированной кубической структурой (ГЦК, $A1$), являющейся равновесной свыше 900 °C и до температуры плавления. Образуя непрерывный ряд твёрдых растворов замещения от чистого никеля до марганца, сплавы γ -Ni-Mn в зависимости от своего состава и температуры могут обладать различными видами магнитного упорядочения. В связи с этим в фазовой диаграмме γ -Ni-Mn удобно выделить несколько участков. В области от 0 ат.% до 25 ат.% марганца сохраняется ферромагнетизм, присущий ГЦК-модификации никеля, однако температура Кюри T_C линейно спадает с увеличением концентрации марганца. Внесение марганца также приводит к тому, что при низких температурах данные сплавы испытывают магнитный фазовый переход в состояние возвратного или ферромагнитного спинового стекла, нахождение в котором характеризуется существованием ферромагнитных кластеров в матрице спинового стекла. Температура данного перехода T_{fg} , в свою очередь, постепенно возрастает с увеличением концентрации марганца. При достижении концентрации марганца 25 ат.% линии T_C и T_{fg} встречаются в поликритической точке, в которой возможно сосуществование как упомянутых ранее ферромагнитной фазы и фазы возвратного спинового стекла, так и классического спинового стекла, которое при повышении температуры становится парамагнетиком. В неупорядоченной ГЦК-решетке взаимодействие ближайших соседей Mn-Mn антиферромагнитно, а Ni-Mn и Ni-Ni ферромагнитно, также, как и взаимодействие марганца со следующим ближайшим соседом. Фазовая диаграмма в окрестности поликритической точки показана на Рисунке 1.20.

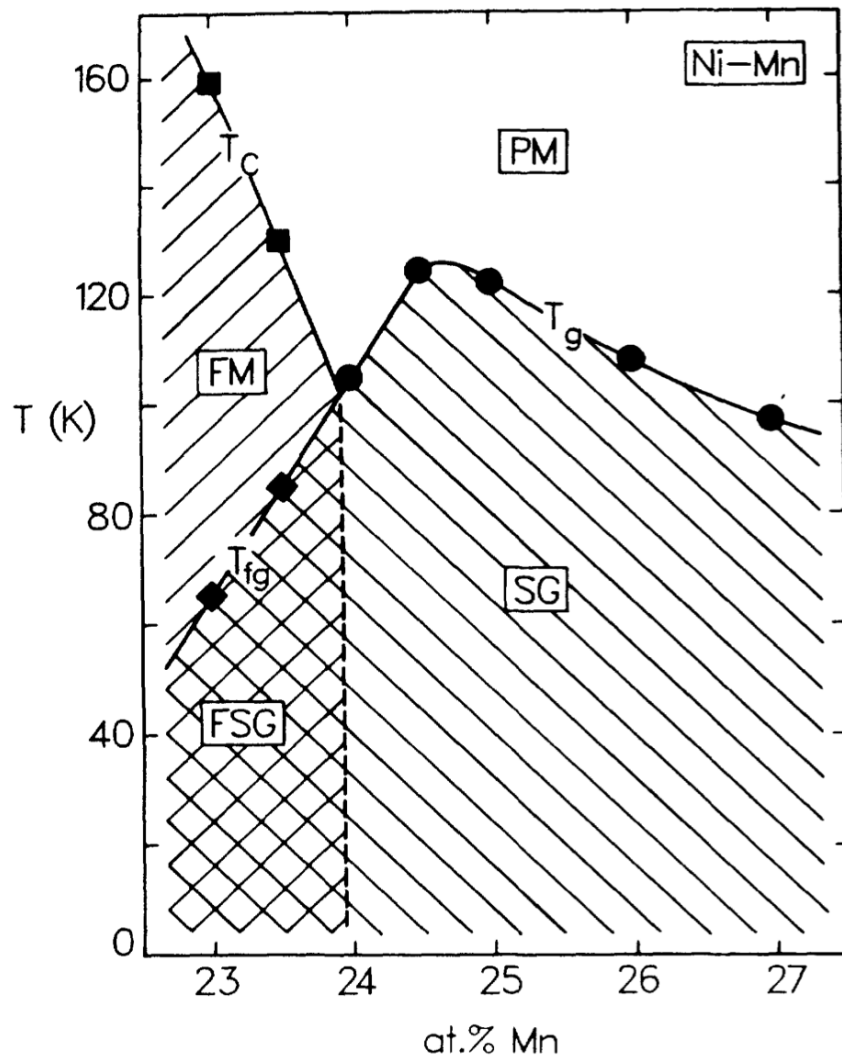


Рисунок 1.20 – Фазовая диаграмма химически неупорядоченного твёрдого раствора γ -Ni-Mn вблизи поликритической точки [78].

Область составов от 25 ат.% до 35 ат.% марганца, по-видимому, также представляет собой область сосуществования спинового стекла и ферромагнитного или антиферромагнитного упорядочений. В своих многочисленных работах, посвящённых твёрдым растворам γ -Ni-Mn богатых никелем, а также ряду других бинарных сплавов марганца, Кувель и соавторы неоднократно наблюдали смещение петли гистерезиса образцов по оси полей при охлаждении образцов в магнитном поле (см. Рисунок 1.21) [79-81]. Предложенная для объяснения авторами модель подразумевает сосуществование ферромагнитных и антиферромагнитных доменов, к появлению которых способствует разупорядоченность сплавов и чувствительность обменного взаимодействия между ионами марганца к расстоянию между ними [79]. Современные исследования показывают, что в данных сплавах в области существования спинового стекла под воздействием магнитного поля происходит образование скирмионов и антискирмионов, распределённых случайным образом в объёме образца [82].

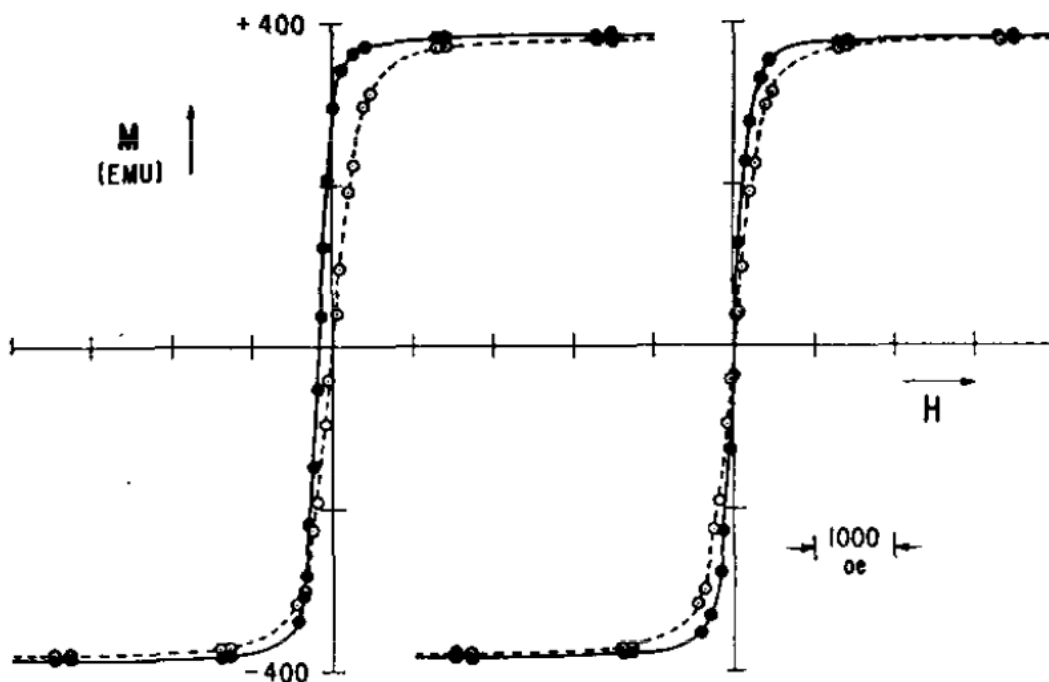


Рисунок 1.21 – Петли гистерезиса поликристаллического образца $\text{Ni}_{78,4}\text{Mn}_{21,6}$, измеренные при температуре 1,8 К. Сплошной линией обозначены измерения после охлаждения в магнитном поле, приложенном вдоль направления измерения (слева) и перпендикулярно ему (справа), пунктирной – после охлаждения в нулевом магнитном поле [80].

Нейтроннографические исследования показывают, что формирование антиферромагнитного упорядочения в сплавах $\gamma\text{-Ni-Mn}$ начинается при достижении 30-35 ат.% марганца [83]. Увеличение концентрации марганца в растворе приводит к увеличению магнитного момента, приходящегося на атомы марганца и росту T_N (см. Рисунки 1.22 и 1.23). Фазовая диаграмма $\gamma\text{-Ni-Mn}$ в богатой марганцем антиферромагнитной области представлена на Рисунке 1.23. Являясь неравновесной при комнатной температуре γ -фаза требует закалки для получения, и её стабилизация становится всё труднее по мере приближения к чистому марганцу [84]. Аппроксимация концентрационной зависимости T_N даёт оценочную величину близкую к 500 К для чистого $\gamma\text{-Mn}$.

Для антиферромагнитных сплавов $\gamma\text{-Ni-Mn}$ характерна сложная спиновая структура волн спиновой плотности, описание которой возможно при введении базиса ортогональных векторов, меняющаяся в зависимости от состава сплава [85-87]. Изменение спиновой структуры антиферромагнетика неразрывно связано с искажениями, возникающими в его кристаллической структуре. Так в диапазоне концентраций марганца от 40 ат.% до примерно 80 ат.% стабильной оказывается неискажённая ГЦК-модификация со спиновой структурой типа тройных спиновых волн (3Q). Схематическое представление спиновых конфигураций типа волн спиновой

плотности и их соотношение с искажением, вносимым в ГЦК-структуру сплава, представлено в Таблице 1.1.

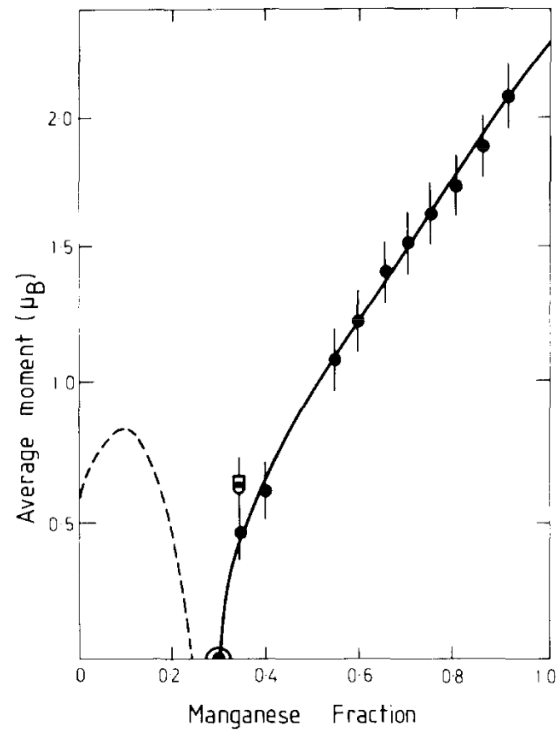


Рисунок 1.22 – Зависимость среднего магнитного момента подрешётки марганца от его содержания в твёрдом растворе со структурой ГЦК γ -Ni-Mn. Пунктирной линией обозначен магнитный момент в ферромагнитной фазе, жирной – в антиферромагнитной [83].

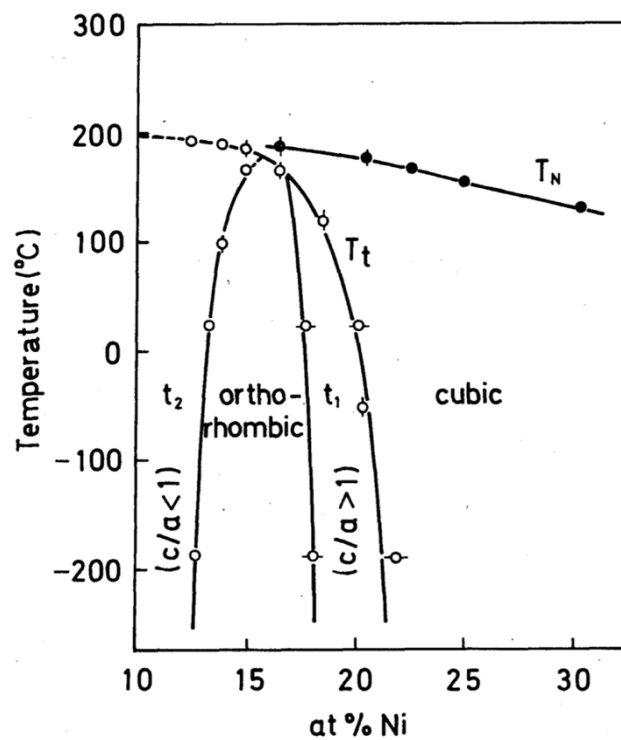
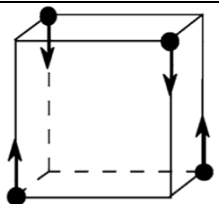
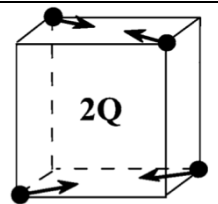
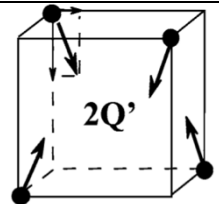
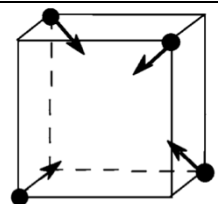


Рисунок 1.23 – Фазовая диаграмма γ -Ni-Mn в богатой марганцем антиферромагнитной области [84].

Будучи стабилизированным при комнатной температуре методом закалки или осаждением на охлаждаемую подложку в случае плёночных образцов, γ -Ni-Mn испытывает декомпозицию при отжиге при повышенных температурах [88]. В исследовании Бэйкона и соавторов было установлено, что сколько-нибудь заметная декомпозиция γ -Ni_{27,5}Mn_{72,5} в массивных образцах начинается после 120-часового отжига при температуре 400 °С [88]. Последующий отжиг образцов в течение 50 дней приводит к исчезновению нейтронографических пиков, соответствующих γ -Ni-Mn, и образованию равновесных фаз θ -NiMn и α -Mn. Растворимость никеля в последнем, считается, не превышает 2 ат.%. Согласно же фазовой диаграмме, изначально полученной Креном и соавторами (см. Рисунок 1.17), в равновесном состоянии в значительном диапазоне концентрационных зависимостей наблюдается сосуществование γ -Ni-Mn и θ -NiMn [70]. Можно предположить, что в данном случае фаза γ -Ni-Mn также является неравновесной и в ходе достаточно продолжительного отжига претерпит преобразования, описанные Бэйконом и соавторами.

Таблица 1.1 – Соотношение между типом антиферромагнитной спиновой конфигурации волн спиновой плотности, искажением, вносимым в ГЦК-структуру химически неупорядоченного сплава, и её схематическое изображение [75].

Тип спиновой конфигурации	1Q	2Q	2Q'	3Q
Соотношение a и c , искажение в ГЦК-структуру	$a > c$, тетрагональное	$a < c$, тетрагональное	$a > b > c$, ромбическое	$a = c$, отсутствует
Схематическое изображение спиновой конфигурации				

Важно отметить, что в системе Ni-Mn не обнаружено интерметаллида NiMn₃, гипотетическое существование которого было предложено по аналогии с соединениями переходных металлов данной стехиометрии со структурой Cu₃Au (L_{12}), к примеру, антиферромагнитными IrMn₃, PtMn₃ и RhMn₃ [75, 89].

1.3 Обменное смещение в поликристаллических плёнках со слоем Ni-Mn

Получение термически устойчивого обменного смещения в плёнках со слоем Ni-Mn оказывается затруднено в силу особенностей формирования фазы θ -NiMn. В плёнках, получаемых ионно-плазменным распылением – наиболее распространённым методом, используемым как в научных, так и в промышленных практиках, Ni-Mn имеет тенденцию к формированию неравновесных фаз [5]. В различных исследованиях анализ кристаллической структуры показывают, что в исходном состоянии в поликристаллических плёнках Ni-Mn может находиться в аморфном состоянии, формировать фазу γ -Ni-Mn, фазу β -NiMn, либо их смесь, в ряде случаев – с кластерами равновесного θ -NiMn. Заметим, что данные относительно содержания в плёнках кристаллитов θ -NiMn существенно расходятся. В ряде работ утверждается, что в исходном состоянии, данная фаза отсутствует [8,73], в то время как в некоторых других – что зёрна θ -NiMn присутствуют в матрице γ -Ni-Mn [5,90]. Формированию метастабильных фаз служат условия осаждения плёнки – комбинация относительно высокой скорости осаждения и охлаждаемой подложки создают условия схожие процессу закалки [7].

Для лучшего понимания связи полиморфов Ni-Mn удобно рассмотреть их с точки зрения правила ступеней Оствальда [91]. Данное эмпирическое правило, предложенное известным русским и немецким химиком Фридрихом Вильгельмом Оствальдом, гласит, что кристаллизация полиморфов происходит в порядке от менее равновесного к более равновесному. Таким образом, в области эквиатомного состава Ni-Mn, согласно фазовой диаграмме, представленной на Рисунке 1.17, последовательность будет выглядеть следующим образом: аморфная фаза (как наиболее близкая к жидкому состоянию) $\rightarrow \gamma$ -Ni-Mn (равновесный для температур от 900 К до температуры плавления) $\rightarrow \beta$ -NiMn (равновесный в области температур от 700 К до 900 К) $\rightarrow \theta$ -NiMn (равновесный при температурах ниже 700 К). Данное эмпирическое правило находит широкое применение и его выполнение было отслежено в *in situ* эксперименте с плёнками металлических фосфатов, в которых методом электронной микроскопии при 450 °С было установлено, что изначально аморфный материал на пути к своей равновесной фазе проходит ряд превращений промежуточных метастабильных фаз [92]. Исследователями было установлено, что переход из одной фазы в следующую происходит при преодолении барьера свободной энергии, что осуществляется в процессе отжига.

Действительно, исследования показывают, что для формирования преобладающей в образце фазы θ -NiMn плёнка должна быть подвергнута длительному отжигу при температуре не ниже 240 °С [5,8,93,94]. В частности, в одной из ранних работ [5] было проведено сравнение свойств двухслойных плёнок Fe₁₉Ni₈₁/Ni₅₀Mn₅₀ и Fe₁₉Ni₈₁/Fe₄₆Mn₅₄. После напыления структуры

$\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{50}$ значение H_{ex} в ней не превышало 10 Э. После отжига при 240 °С и 255 °С соответственно плёночная система с $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{50}$ проявляла константу межслойной связи на границе раздела ФМ/АФМ $J_1 = 0,27$ эрг/см², что в три раза больше, чем в образце с $\text{Fe}_{46}\text{Mn}_{54}$. Температура блокировки T_b превосходила 400 °С для плёнки $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{50}$, а то время как для $\text{Fe}_{46}\text{Mn}_{54}$ $T_b \sim 150$ °С. Устойчивость к коррозии оказалась выше также для системы $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}/\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{50}$. В работе других авторов [95] образец Ta (10 нм)/Ni-Mn (40 нм)/Fe-Ni (32 нм) после напыления не обладал обменным смещением, но после отжига при 280 °С в течение 20 часов величина J_1 для него составила 0,48 эрг/см².

Отсутствие или наличие обменного смещения в обсуждаемых двухслойных ФМ/АФМ плёнках в исходном состоянии сразу после напыления, различие в величинах температуры отжига и его продолжительности для достижения максимального H_{ex} , указываемых разными авторами, может быть связано с особенностями структурного состояния образцов, исследованных в разных работах. Кроме того, было показано, что от параметров получения плёнок зависят не только свойства образцов в исходном состоянии, но и эффективность и параметры последующего отжига, необходимого для получения максимальных величин H_{ex} [7]. К примеру, содержание фазы θ -NiMn, а следовательно, и наличие смещения в осаждённых образцах, повышались при увеличении давления аргона во время напыления и скорости напыления слоя Ni-Mn [93,96].

Возникновение и увеличение объёма θ -NiMn в слое Ni-Mn могут быть отслежены путём наблюдения эволюции соответствующих пиков на рентгеновской дифрактограмме [90,93,94,97-99]. В частности, в работе [13] для образца Ta(4 нм)/Ni-Mn(50 нм)/Fe-Ni(32 нм)/(Co 5 нм)/Ta(4 нм)/Cu(1 нм) была прослежена трансформация пика (111) γ -Ni-Mn, а также возникновение и увеличение интенсивности пика (111), принадлежащего антиферромагнитной фазе θ -NiMn (см. Рисунок 1.24). Многообразие литературных данных относительно структурного состояния слоёв Ni-Mn можно обобщить следующим образом. После напыления весь объём слоя занимает либо только нанокристаллический метастабильный γ -Ni-Mn, либо он содержит в себе ещё и включения кристаллитов равновесной фазы. Отжиг при температуре < 240 °С, как правило, вызывает лишь рост ГЦК-кристаллитов γ -Ni-Mn, повышение температуры отжига приводит к структурному преобразованию γ -Ni-Mn $\rightarrow$ θ -NiMn и увеличению размера кристаллитов θ -NiMn. Следует отметить, что для возникновения и увеличения обменного смещения важно не только наличие кристаллитов антиферромагнитной фазы θ -NiMn, но и их размер. Это связано с тем, что крупные зёрна способны стабилизировать АФМ порядок, преодолевая влияние тепловой энергии, в то время как мелкие зерна являются более восприимчивыми к тепловым колебаниям и, таким образом, к потере АФМ порядка с ростом температуры [58,90,100].

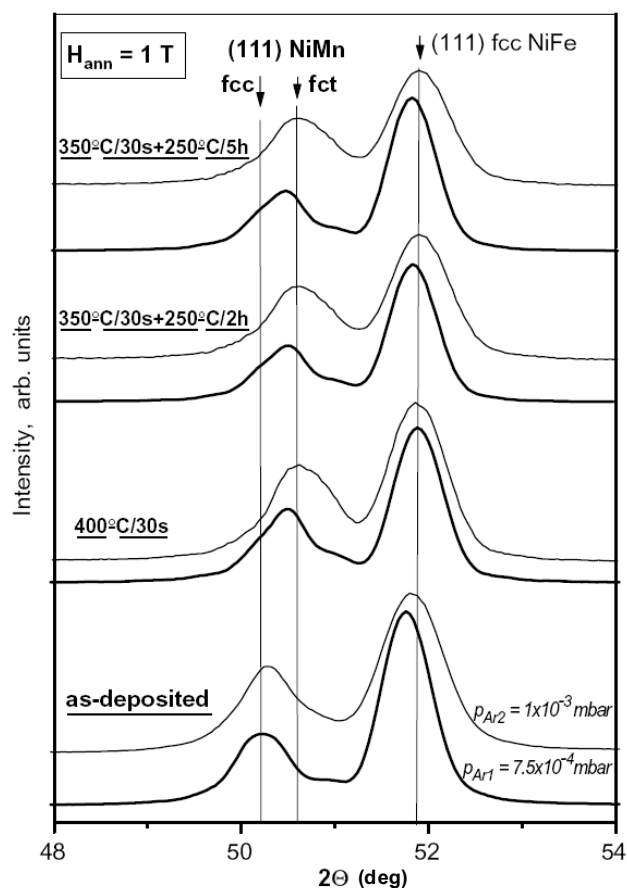


Рисунок 1.24 – Эволюция пиков (111) γ -Ni-Mn и θ -NiMn для образцов Ta(4 нм)/Ni-Mn(50 нм)/Ni-Fe(32 нм)/(Co 5 нм)/Ta(4 нм)/Cu(1 нм), полученных при разных давлениях аргона, в исходном состоянии и после различных процедур отжига [93]. Температура и длительность отжига указаны на рисунке.

Для плёнок на основе системы Ni-Mn связь между величиной H_{ex} и степенью текстуры слоя Ni-Mn однозначно не установлена, как и связь с порядком осаждения слоёв Fe-Ni и Ni-Mn. Кроме того, существует предположение, что слой Fe-Ni выступает стабилизирующим фактором для γ -Ni-Mn и при отжиге препятствует фазовой трансформации γ -Ni-Mn $\rightarrow$ θ -NiMn [97]. По некоторым данным подслоя тантала способствует формированию θ -NiMn и возникновению обменного смещения в образцах сразу после осаждения [93]. По другим же – что он способствует аморфизации слоя Ni-Mn [101].

Тем не менее по данным некоторых исследований [102], в образце Fe-Ni/Ni-Mn под влиянием отжига возникает фаза тройного сплава Fe-Ni-Mn, обладающая антиферромагнетизмом и способная обеспечивать обменное смещение при комнатной температуре. Действительно, в результате отжига на дифрактограмме образцов Fe-Ni/Ni-Mn при содержании марганца от 50 ат.% до 80 ат.% в слое Ni-Mn появляется дополнительный пик, который находится левее изначально существовавшего пика (111) слоя Ni-Mn (см. Рисунок 1.25). При этом максимальное

значение H_{ex} наблюдается при содержании ~ 80 ат.% марганца (см. Рисунок 1.26), что заметно отличается от случая антиферромагнитной фазы θ -Ni-Mn, отмеченного в других работах. Авторы работы [101] также осаждали слои Ni-Mn, обогащённые марганцем, однако в результате отжига в образцах формировался θ -NiMn, а избыток марганца, по мнению авторов, активизирует формирование θ -NiMn и способствует уменьшению толщины слоя Ni-Mn, необходимой для поддержания некоторой величины H_{ex} (см. Рисунок 1.27).

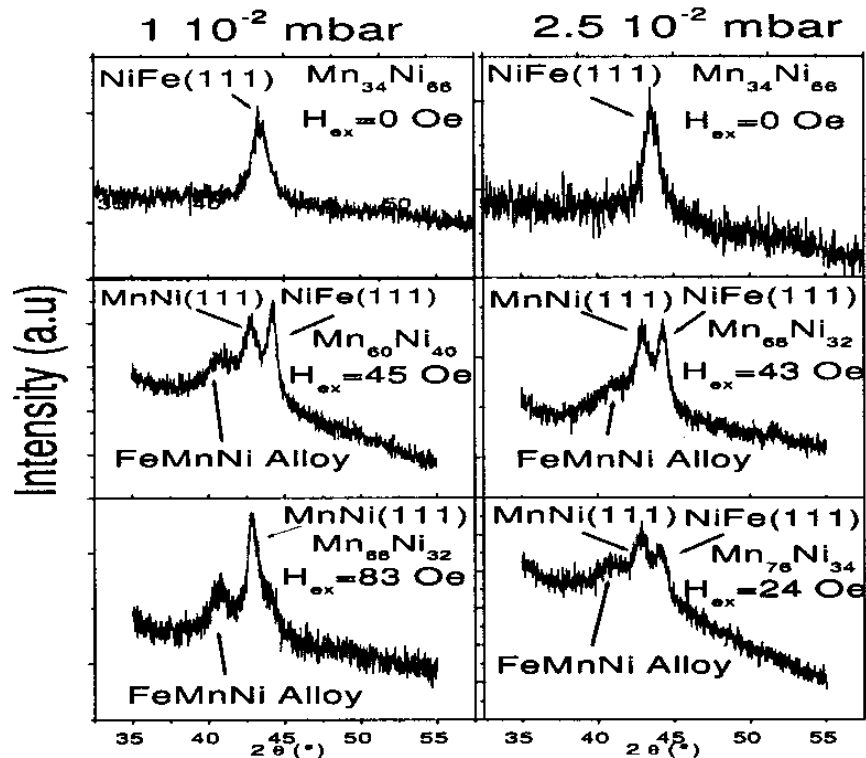


Рисунок 1.25 – Диффрактограммы двухслойных плёнок $Fe_{19}Ni_{81}(28 \text{ нм})/Mn_xNi_{100-x}(80 \text{ нм})$, осаждённых при различных давлениях аргона и с различной концентрацией марганца в слое Ni-Mn [102].

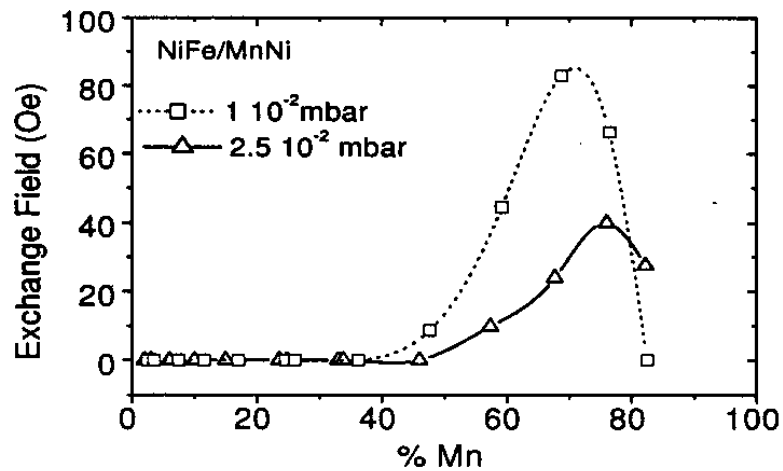


Рисунок 1.26 – Зависимость поля смещения для двухслойных плёнок $Fe_{19}Ni_{81}(28 \text{ нм})/Ni_{100-x}Mn_x(80 \text{ нм})$, осаждённых при различных давлениях аргона, от концентрации марганца в слое Ni-Mn [102].

Необходимо ещё раз подчеркнуть, что из Рисунка 1.25, как и из Рисунка 1.24 следует, что влияние последующего отжига на магнитные свойства образцов на основе Ni-Mn зависит и от условий осаждения плёнок. Кроме уже упомянутых скорости осаждения и давления аргона в рабочей камере в литературе обсуждается влияние на обменное смещение таких параметров приготовления плёнок как величина смещающего напряжения, подаваемого на подложку [97], чистота рабочей атмосферы [104], время между осаждением слоёв [95]. Так по результатам исследования [95] увеличение времени между осаждением слоёв Ni-Mn и Fe-Ni в образцах Ni-Mn(50 нм)/Fe-Ni(20 нм) снижает H_{ex} от 103 Э до 10 Э. В большинстве исследовательских работ для получения максимальных величин H_{ex} продолжительность отжига измерялась, как правило, часами и десятками часов. Однако продолжительный отжиг способствует и взаимной диффузии соседних слоёв [105-107]. Это заставляет исследователей искать параметры кратковременного отжига систем на основе Ni-Mn. Для двухслойных плёнок Ni-Mn(50 нм)/Fe₁₉Ni₈₁(5 нм) было установлено, что кратковременный 30-секундный отжиг при $T \leq 325$ °C приводит к формированию лишь небольшого количества химически упорядоченной фазы θ -NiMn, а при $T \geq 350$ °C данная фаза занимает практически весь объём слоя Ni-Mn. Следовательно, по мнению авторов, для данных плёнок существует критическая температура в интервале 325÷350 °C, при достижении которой реализуется мартенситоподобная фазовая трансформация γ -Ni-Mn в θ -NiMn [5].

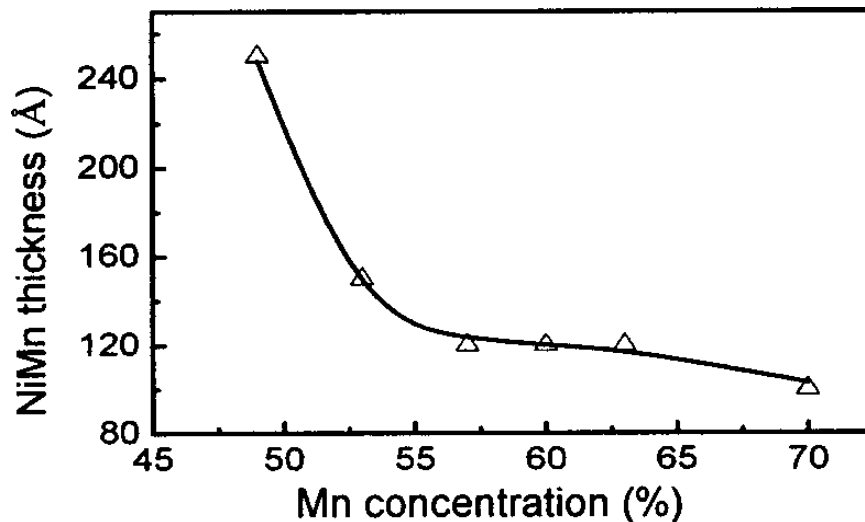


Рисунок 1.27 – Зависимость минимальной толщины слоя Ni-Mn, при которой в двухслойной плёнке Fe₂₀Ni₈₀(15 нм)/Ni_{100-x}Mn_x поле смещения составляет 100 Э, от концентрации марганца в слое Ni-Mn [103].

Примечательной особенностью отожжённых плёнок Ni-Mn/Fe-Ni является температурное поведение обменного смещения, наблюдаемого в них. Помимо крайне высокого значения температуры блокировки $T_b \approx 600\div 700$ К данные плёнки способны проявлять возрастание H_{ex} и

снижение H_c с ростом температуры от комнатной до $\sim 400\div 420$ К, как представлено на Рисунке 1.28. Причина данного поведения до сих пор остаётся невыясненной. Понижение спонтанной намагниченности M_s не может являться единственным ответственным за подобное поведение механизмом, так как несмотря на обратно пропорциональную связь H_{ex} и M_s , подобное соотношение наблюдается и между H_c и M_s [4]. Таким образом, если бы это было причиной возрастания H_{ex} , H_c также должна была бы возрасти в данном температурном диапазоне. Подобное поведение, скорее всего, связано с изменением констант анизотропий магнитных слоёв или константы межслойной обменной связи, вполне возможно и определённой комбинации в их изменении.

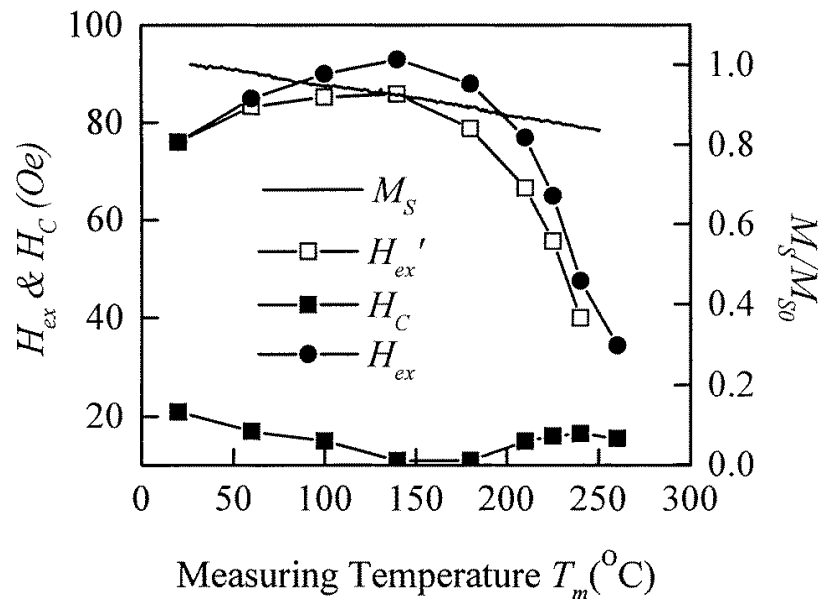


Рисунок 1.28 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} , коэрцитивной силы H_c и нормированной намагниченности насыщения M_s/M_{s0} плёнки $Fe_{16}Ni_{84}$ (42 нм)/ $Ni_{45}Mn_{55}$ (50 нм) [105]. H_{ex}' обозначена величина H_{ex} с поправкой на температурное изменение M_s .

Важно отметить, что наблюдаемое на эксперименте значение $T_b \approx 600\div 700$ К в отожжённых плёнках плохо согласуется со значениями температур Нееля T_N возможных антиферромагнитных фаз Ni-Mn – $T_N = 400\div 450$ К для γ -Ni-Mn [84], $T_N = 1070$ К для θ -NiMn [70] и не превосходит 500 К в случае неупорядоченных тройных антиферромагнитных сплавов Fe-Ni-Mn [62]. Это может свидетельствовать о том, что за исчезновение обменного смещения при достижении T_b может быть ответственен другой механизм, чем потеря антиферромагнитного упорядочения в соответствующем слое.

Авторами работ [108,109] было выдвинуто предположение о формировании в плёнках Fe-Ni/Mn, Mn/Fe-Ni и Fe-Ni/Mn/Fe-Ni после отжига тройной упорядоченной антиферромагнитной фазы Fe-Ni-Mn, присутствующей на фазовой диаграмме [110]. Однако, в цитируемой авторами

работе [110] были исследованы лишь закалённые сплавы гранецентрированной кубической структуры, другими словами, фазовая диаграмма справедлива лишь для неупорядоченных сплавов со структурой ГЦК. Соответственно, на основании исследования [110] нельзя судить о возможности существования упорядоченного антиферромагнитного интерметаллида θ -Ni-Mn-Fe. Более того, в работах [77,111] с помощью как экспериментальных данных, так и расчётов методом CALPHAD было показано, что растворимость железа в θ -NiMn пренебрежимо мала. Диффузия же железа в θ -NiMn приводит к их декомпозиции и разрушению структуры $L1_0$ и, как следствие, исчезновению высокотемпературного антиферромагнетизма [77].

Заключение к главе 1

Представленный в данной главе обзор литературы показывает, что поликристаллические плёнки на основе антиферромагнитного слоя Ni-Mn способны проявлять термически стабильный, высокий по величине эффект обменного смещения. Тем не менее имеющееся в литературе множество противоречивых данных не позволяет точно определить механизмы и оптимальные условия формирования данного эффекта в плёнках с Ni-Mn. Научный интерес вызывает нетипичное температурное поведение поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c . В отличие от большинства других систем в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni H_{ex} возрастает с увеличением температуры, а H_c падает. Подобное поведение наблюдается вплоть до температур $\sim 400\div 420$ К. Отдельного интереса заслуживает несоответствие характерной для плёнок с Ni-Mn температуры блокировки, лежащей в интервале температур от 600 К до 700 К с температурами Нееля антиферромагнитных фаз Ni-Mn и возможных тройных сплавов Fe-Ni-Mn.

В это же время современное состояние моделей эффекта обменного смещения, в частности модели обменного смещения в поликристаллических плёнках, позволяет значительно более качественно анализировать свойства систем ФМ/АФМ, чем было возможно в годы активного изучения плёнок на основе антиферромагнитного слоя Ni-Mn. Таким образом, приведённые аргументы служат мотивацией для проведения систематического исследования с привлечением современных методик, направленного на установление закономерностей формирования и механизмов обменного смещения в поликристаллических плёнках на основе Ni-Mn.

2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Объектом исследования данной диссертационной работы являются многослойные тонкие плёнки, в составе которых присутствует слой Ni-Mn. Методика получения и аттестации образцов по химическому составу и толщине с помощью установок AJA ATC Inc. Orion-8, Rigaku NanoHunter и Veeco DekTak 150 соответственно, а также сами плёночные образцы описаны в первом параграфе данной главы. Методика исследования магнитных свойств образцов с помощью магнитооптического Керр-микроскопа evico magnetics, вибрационного магнитометра LakeShore Cryotronics Inc. 7407 VSM и измерительного комплекса Quantum Design Inc. PPMS DynaCool 9T подробно описывается во втором параграфе. Третий параграф посвящён описанию методик исследования структурных свойств тонкоплёночных образцов с помощью просвечивающей электронной микроскопии на установке JOEL 2100 и рентгеноструктурного анализа с применением ряда различных дифрактометров.

2.1. Получение и первичная аттестация образцов

2.1.1 Многослойные тонкие плёнки и методика их получения

Исследуемые многослойные плёночные структуры были получены методом магнетронного распыления с помощью установки AJA ATC Inc. Orion-8 UHV. Данная установка используется для получения однослойных, многослойных и гранулируемых металлических и диэлектрических плёнок, в том числе и магнитных. Внешний вид установки представлен на Рисунке 2.1. Установка оснащена пятью магнетронами с индивидуальными независимыми заслонками, оснащёнными пневмоприводами и индивидуальными линиями подачи инертного газа к каждому из магнетронов. Конструкция магнетронов позволяет производить их отжиг до 200 °C. Использование магнетронов позволяет достичь базового давления не хуже $5 \cdot 10^{-8}$ торр. Кластер магнетронов сконфигурирован для конфокального осаждения с регулируемым расстоянием между подложкой и магнетронами. Система обеспечивает типичные значения однородности осаждения $\pm 2,5\%$. Питание магнетронов осуществляется с помощью двух источников на постоянном токе (DC) мощностью 750 Вт и трёх источников на высокочастотном (RF) напряжении мощностью 300 Вт и частотой 13,56 МГц. Подача смещающего напряжения возможна и на подложкодержатель благодаря отдельному RF-источнику мощностью 100 Вт и частотой 13,56 МГц. Также подложкодержатель оснащён приводом, позволяющим осуществлять его вращение со скоростью до 20 об./мин, системой нагрева с помощью кварцевой лампы,

позволяющей нагрев до 850 °С. Для охлаждения подложкодержателя предусмотрена система водяного охлаждения. Имеется устройство вертикального смещения подложкодержателя с ходом в 5 см, позволяющее регулировать расстояние между подложкодержателем и мишенями.



Рисунок 2.1 – Установке магнетронного распыления AJA ATC Inc. Orion-8 UHV.

С помощью установки были получены следующие серии образцов, подробное описание результатов исследований которых приведено в соответствующих указанных главах и параграфах.

1. Серия образцов $\text{Ta}(5\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{нм})/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}(20\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})/\text{Ta}(5\text{нм})$, осажденных на стеклянные подложки Corning. Состав слоя Ni-Mn варьировался в пределах от 9 ат.% до 55 ат.% никеля. Плёнки были отожжены в присутствии магнитного поля напряжённостью 250 Э при температурах от 100 до 400 °С в течение 1 ч при давлении остаточных газов в камере, не превышающем $5 \cdot 10^{-7}$ Торр. Результаты исследований данной серии плёнок описаны в параграфах 3.1, 4.2 и 4.3.

2. Образцы серии $\text{Ta}(5\text{нм})/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}(20\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})/\text{Ta}(5\text{нм})$, осажденные на стеклянные подложки Corning. Концентрация никеля в слое Ni-Mn варьировалась от 9 ат.% до 70 ат.%. Наличие ферромагнитного слоя пермаллоя ($\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$) позволяет по его магнитным свойствам судить о наличии антиферромагнитного упорядочения в слое NiMn, а также получить дополнительную информацию об антиферромагнитных фазах, присутствующих в нём. Образцы прошли процедуру отжига в присутствии внешнего магнитного поля напряженностью 250 Э при

температурах от 200 °С до 400 °С в течение 1 ч при давлении остаточных газов в камере, не превышающем $5 \cdot 10^{-7}$ Торр. Результаты исследований данных образцов описаны в параграфах 3.1, 4.2 и 4.3.

3. Плёнки $\text{Ta}(5\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(h_{\text{Fe-Ni}})/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}(20\text{нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{нм})/\text{Ta}(5\text{нм})$, осаждённые на стеклянные подложки Corning. В данной серии толщина первого, буферного слоя пермаллоя $h_{\text{Fe-Ni}}$ принимала значения 5, 10, 15, 20, 30 и 40 нм. Её изменение позволяет варьировать размер зерна и степень текстуры в этом слое, оказывая влияние на структурные свойства слоя Ni-Mn, осаждаемого поверх него. Толщина слоя пермаллоя варьировалась для каждого из трёх составов слоя Ni-Mn: 9 ат.%, 27 ат.% и 49 ат.% никеля. Результаты исследований этой серии образцов даны в параграфе 3.2.

4. В целях исследования влияния толщины слоя Ni-Mn на обменное смещение методом магнетронного распыления была получена серия образцов стекло/Ta (5 нм)/ $\text{Ni}_{30}\text{Mn}_{70}$ ($h_{\text{Ni-Mn}}$)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм)/Ta (5 нм). Толщина слоя Ni-Mn $h_{\text{Ni-Mn}}$ варьировалась от 8 нм до 20 нм. Для формирования обменного смещения образцы были подвергнуты отжигу в магнитном поле напряженностью 250 Э, при температуре 300 °С в течение 1 ч при давлении остаточных газов не выше $1 \cdot 10^{-6}$ Торр. Результаты исследований данных образцов описаны в параграфе 3.3 и главе 5.

5. С целью исследования влияния межслойной прослойки на обменное смещение методом магнетронного распыления при помощи установки AJA ATC Oion-8 были получены образцы $\text{Ta}(5\text{ нм})/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(5\text{ нм})/\text{Ni}_{30}\text{Mn}_{70}(20\text{ нм})/s(h_s)/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}(40\text{ нм})/\text{Ta}(5\text{ нм})$, где s – материал прослойки: Mn, Ni, Gd, Ta, Al_2O_3 , а h_s – её толщина, варьировавшаяся в пределах до 1 нм. Образцы были отожжены в вакуумной камере в присутствии магнитного поля при температуре 300 °С в течение 1 ч. Результаты исследования данной серии образцов описаны в параграфе 3.3.

6. Образцы $\text{Ta}(5\text{нм})/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}(50\text{нм})/\text{Ta}(5\text{нм})$, напыленные на стеклянные подложки Corning или кристаллы NaCl. Состав образцов варьировался в широком диапазоне от 5 ат.% до 80 ат.% никеля. Плёнки данной серии были подвергнуты отжигу при температуре 300 °С продолжительностью 1 ч в камере установке при давлении остаточных газов не превышающем $5 \cdot 10^{-7}$ Торр. Исследованию структурных свойств данных образцов до и после отжига посвящен параграф 4.1.

2.1.2 Контроль химического состава плёнок Ni-Mn с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра Rigaku NanoHunter

Для дальнейшего использования в многослойных плёночных структурах с целью контроля состава слоя Ni-Mn были получены однослойные образцы Ni-Mn различного состава.

Контроль химического состава данных однослойных плёнок осуществлялся с помощью рентгеновского флуоресцентного спектрометра на полном внешнем отражении Rigaku NanoHunter. Внешний вид прибора представлен на Рисунке 2.2.



Рисунок 2.2 – Рентгеновский флуоресцентный спектрометр Rigaku NanoHunter.

Рентгенофлуоресцентный анализ – один из современных способов осуществления элементного состава, спектроскопический метод исследования элементного состава различных по форме образцов. Метод анализа основан на сборе и последующем анализе спектра, полученного путем воздействия на исследуемый материал рентгеновским излучением. При облучении атом переходит в возбужденное состояние, то есть электроны переходят на более высокие энергетические уровни. Пребывание атома в возбуждённом состоянии ограничивается интервалом порядка микросекунды, после чего он возвращается в основное состояние. При этом, как правило, электроны испускают фотоны строго определенного значения энергии. Таким образом, по энергии испускаемого излучения и по его интенсивности возможно определение элементного состава исследуемых образцов. За счет использования молибденовой и медной трубок мощностью до 50 Вт возможно определение элементов от алюминия до урана. Угол падения первичного излучения составляет от 0° до 2° с шагом в $0,01^\circ$. Глубина проникновения первичного излучения достигает 500 нм.

2.1.3 Контроль толщины образцов и определение скорости роста слоёв с помощью стилусного профилометра Veeco DekTak 150

Расчёт времени напыления установленных номинальных толщин слоёв в составе многослоных плёночных структур проводился по значениям скоростей напыления каждого из слоёв. Данные значения были получены путём измерения толщины однослойных плёнок с помощью стилусного профилометра Veeco DekTak 150. Изображение установки представлено на Рисунке 2.3. Для получения скорости напыления полученная толщина плёнки делилась на известное время её напыления. Профилометр DekTak 150 является высокоточным измерительным прибором, позволяющим снимать двумерный профиль поверхности с точностью до 1 Å и повторяемостью результата до 6 Å при диапазоне измеряемой толщины от 1 Å до 65 кÅ. Принцип действия прибора основан на электромеханическом методе, заключающемся в перемещении высокопрочного стилуса, механически связанного с датчиком, по поверхности исследуемого образца. Датчик прибора представляет собой электромеханический преобразователь, преобразующий прямолинейное перемещение объекта, с которым он связан механически, в электрический сигнал.

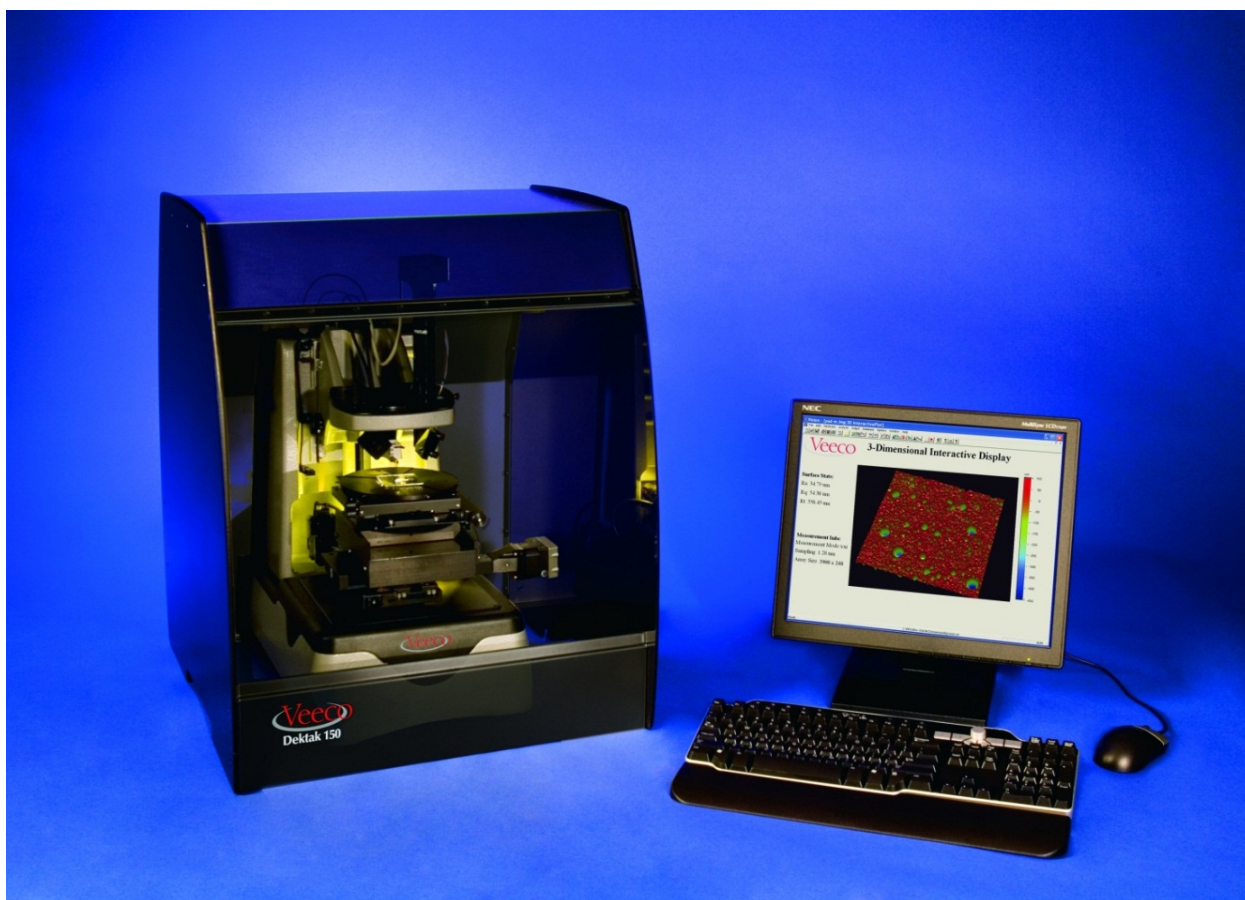


Рисунок 2.3 – Стилусный профилометр Veeco DekTak 150.

2.2 Исследование магнитных свойств образцов

2.2.1 Магнитооптический Керр-микроскоп

Измерение петель гистерезиса исследуемых образцов с целью определения величины поля смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c при комнатной температуре проводилось с помощью магнитооптического Керр-микроскопа evico magnetics. Фотография установки приведена на Рисунке 2.4.

Принцип работы установки основан на магнитооптическом эффекте Керра. Суть эффекта заключается во вращении плоскости поляризации линейно поляризованного света, отражённого от поверхности образца. После взаимодействия с образцом свет становится эллиптически поляризованным. В зависимости от взаимной ориентации вектора намагниченности и направления распространения световой волны различают три вида эффекта Керра: полярный, меридиональный и экваториальный. В данной работе использовались меридиональный и экваториальный эффекты Керра.

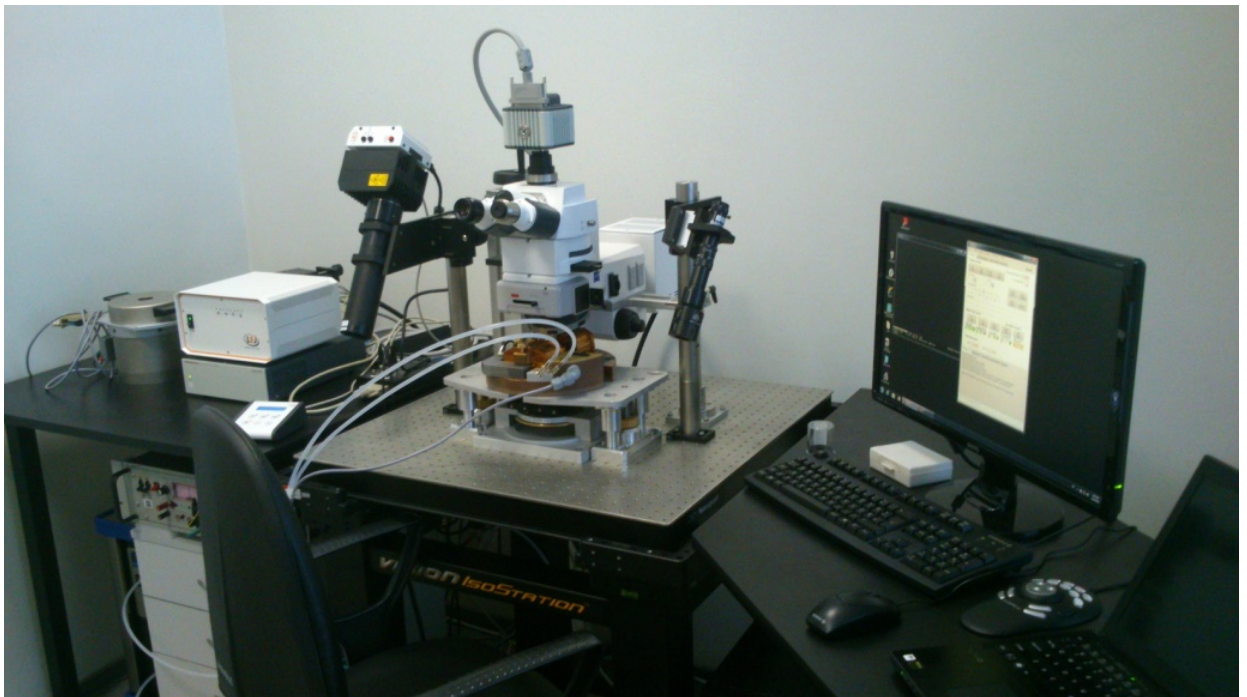


Рисунок 2.4 – Магнитооптический Керр-микроскоп evico magnetics.

2.2.2 Температурные измерения петель гистерезиса при помощи вибрационного магнитометра LakeShore Cryotronics Inc. VSM-7407

Для измерения петель гистерезиса в высокотемпературном диапазоне был использован вибрационный магнитометр LakeShore Inc. VSM-7407, фотография установки приведена на Рисунке 2.5.

В основе действия установки лежит индукционный метод определения магнитного момента: при движении образец наводит в измерительных катушках ЭДС, пропорциональную магнитному моменту образца. В движение образец, закреплённый на штоке, приводится с помощью высокочастотного генератора. Ось колебаний параллельна плоскости катушек, а магнитный момент образца перпендикулярен плоскости катушек. Катушки, в свою очередь, располагаются на полюсах электромагнита, который является источником внешнего магнитного поля. Для усиления полезного сигнала катушки на каждом полюсе между собой соединены встречно, а пары между собой – последовательно. ЭДС в катушках определяется потокоцеплением с образцом, то есть зависит не только от магнитного момента, но и от геометрии образца и измерительных катушек.

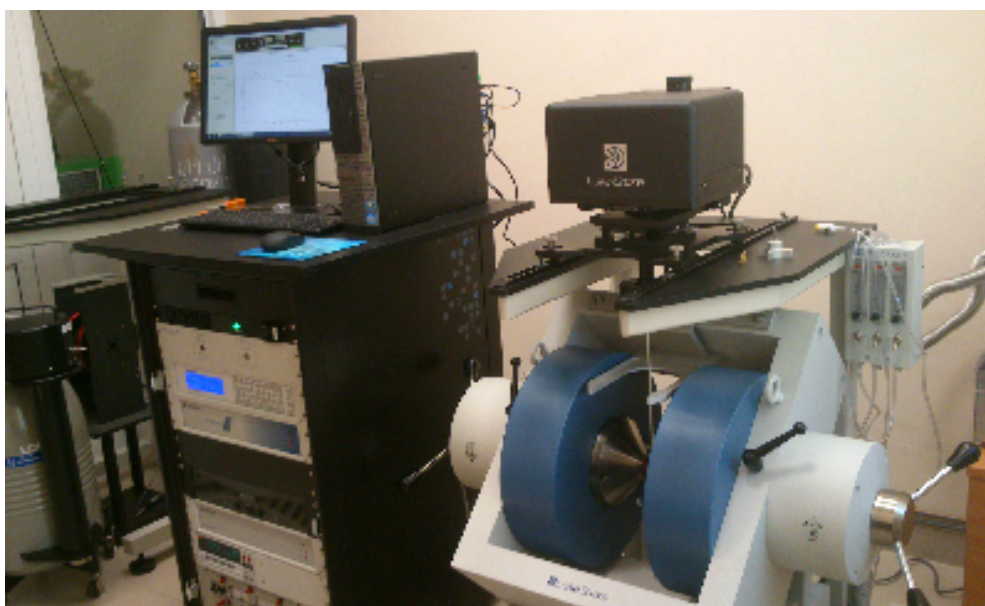


Рисунок 2.5 – Вибрационный магнитометр LakeShore Inc. VSM-7407.

Температурные измерения в диапазоне температур от комнатной до 720 К проводились с помощью высокотемпературной приставки, в диапазоне температур от 100 К до 440 К – с помощью низкотемпературной приставки. Во время измерений в отделение, в которое помещался образец, напускался аргон, позволявший избежать активного окисления образцов при повышенных температурах.

Температурные измерения петель гистерезиса с последовательным повышением температуры до 720 К, описываемые в параграфах 3.1, 3.3, 4.2, 4.3 и 5.1 осуществлялись без промежуточного охлаждения и без вынимания образца из приставки вибрационного магнитометра. Измерение одной петли гистерезиса в данном режиме составляло приблизительно 40 мин.

Измерение петель гистерезиса в рамках *in situ* эксперимента по структурным преобразованиям в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni, описываемого в параграфе 4.3, происходило в течение часа при каждой из температур. Измерение одной петли занимало приблизительно 10 мин, таким образом в течение каждого цикла измерений при температурах 300 °С, 325 °С, 350 °С и 375 °С было измерено по шесть петель гистерезиса.

Температурные измерения распределений температур блокировок в плёнках Ni₃₀Mn₇₀/Fe₂₀Ni₈₀ с различной толщиной антиферромагнитного слоя Ni-Mn, описываемые в параграфе 5.2, проходили в диапазоне температур от 100 К до 440 К, измерение каждой петли занимало приблизительно 40 мин.

2.2.3 Температурные измерения петель гистерезиса при помощи измерительного комплекса Quantum Design Inc. PPMS DynaCool 9T

Для исследования магнитных свойств образцов при температурах от 3 К до комнатной температуры, описываемых в параграфе 5.1, использовалась опция вибрационного магнитометра измерительного комплекса Quantum Design Inc. PPMS DynaCool 9T. Изображение установки представлено на Рисунке 2.6. В рамках данного эксперимента образец охлаждался от комнатной температуры в положительном и отрицательном полях $H_{FC}^+ = 5$ кЭ и $H_{FC}^- = -5$ кЭ до $T = 3$ К, начиная с которой и проходили измерения. С целью минимизировать влияние эффекта тренировки после охлаждения образца перед началом измерений производилось многократное переключение магнитного поля, по амплитуде совпадавшего с амплитудой поля, в котором происходили последующие измерения петель гистерезиса.



Рисунок 2.6 – Измерительный комплекс Quantum Design Inc. PPMS DynaCool 9T.

2.3 Исследование структурных свойств образцов

2.3.1 Просвечивающая электронная микроскопия

Для исследования кристаллической структуры и микроструктуры образцов, осаждённых на подложки NaCl, был использован просвечивающий электронный микроскоп Jeol Ltd. JEM-2100 с максимальной мощностью 200 кВт. Перед исследованием тонкие плёнки, осаждённые на кристаллы NaCl, помещались в воду. После того как подложки частично растворялись в воде, отделённые от них плёнки помещались на медную сетку, на которой и производились исследования методом просвечивающей электронной микроскопии.

2.3.2 Рентгеноструктурный анализ образцов

Рентгеноструктурный анализ (РСА) многослойных плёночных образцов, описываемых в параграфе 3.1, проводился с помощью рентгеновского дифрактометра PHILIPS X'Pert PRO в излучении $\text{Cu } K_\alpha$ в геометрии θ - 2θ , диапазон углов 2θ составлял от 20° до 110° .

РСА образцов, описываемых в параграфах 3.2 и 4.2, проводился с помощью модифицированного рентгеновского дифрактометра Дрон-3М производства НПП Буревестник, Россия. Измерения проводились в геометрии θ - 2θ , излучение $\text{Co } K_\alpha$.

Для РСА плёнок, результаты исследований которых приведены в параграфах 4.1, 4.3 и 5.3, был использован рентгеновский дифрактометр PANalytical B.V. Empyrean Series 2. С помощью установки были проведены измерения в геометрии θ - 2θ , геометрии скользящего падения первичного пучка (GIXRD) и получены кривые качания образцов в излучении $\text{Co } K_\alpha$. Для проведения *in situ* эксперимента, результаты которого описаны в параграфе 4.3, образцы помещались под графитовый купол Anton Paar, герметично соединённый со столиком, на котором располагался образец. Давление остаточных газов в камере во время эксперимента не превышало 10^{-4} мбар. Нагрев образцов осуществлялся с помощью встроенного нагревательного элемента с термоконтроллером.

2.4. Получение распределения температур блокировок и оценка величины эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя $K_{\text{AFM}}^{\text{eff}}$

Проведение исследований в рамках современной парадигмы обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках позволяет путём последовательных измерений петель гистерезиса получить распределение температур блокировок T_b плёночных образцов типа ФМ/АФМ [58,108]. Как будет показано далее в данном разделе, знание данного распределения позволяющее определить медианную температуру блокировки $\langle T_b \rangle$ вкупе с результатами структурных исследований позволяют оценить величину эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя $K_{\text{AFM}}^{\text{eff}}$. В основе данного метода лежит предположение, что обменное взаимодействие между антиферромагнитными зёрнами пренебрежимо мало, а в силу их распределения по размеру в них неизбежно возникает соответствующее распределение по энергии анизотропии. Научной группой из университета Йорка, являющейся одним из мировых лидеров в области модельного описания и экспериментального исследования поликристаллических тонких плёнок, в том числе таковых с обменным смещением, был

предложен протокол измерений, позволяющий максимизировать упорядоченность антиферромагнитных зёрен.

Исследователями было установлено, что в случае выдержки в поле при некоторой температуре в течение определённого времени и последующем охлаждении в поле (FC) оказывается возможным практически полностью устранить вклад термических флуктуаций в антиферромагнитных зёрнах. Все измерения петель гистерезиса в рамках данного протокола проходят при одной и той же температуре $T_m = 100$ К. Мы предполагаем, что при данной температуре большинство антиферромагнитных зёрен являются стабильными, при этом вклад фазы, подобной спиновому стеклу, в обменное смещение является минимальным.

Типичная последовательность измерений, использованная в данной диссертации, является следующей. В дополнение к отжигу, осуществлённому на этапе подготовки образцов, необходимому для формирования превалирующей в объёме антиферромагнитного слоя фазы θ -NiMn, в низкотемпературной приставке вибрационного магнитометра образец был нагрет до $T = 440$ К. Образец устанавливается так, что положительное направление вектора однонаправленной анизотропии совпадает с положительным направлением поля электромагнитов. При данной температуре образец выдерживался в магнитном поле $H = 5$ кЭ в течение 30 мин. Далее без изменения поля образец охлаждался до $T_m = 100$ К. При данной температуре измерялась петля гистерезиса. Здесь и далее измерения петель происходили начиная с поля, противоположного по знаку полю, в котором происходило охлаждение, с целью минимизировать вклад эффекта тренировки, наиболее заметного между первым и вторым перемагничиванием образца после охлаждения. Далее образец нагревался до температуры активации $T_{act} = 120$ К. При данной температуре образец выдерживался в течение 90 мин в магнитном поле $H = -5$ кЭ. Продолжительности времени выдержки были выбраны исходя из результатов исследований, описанных в ряде работ сотрудников университета Йорка [58,59,112]. В процессе выдержки в поле, знака противоположного изначальному полю, происходит так называемая переустановка знака обменного смещения зёрен, нестабильных в интервале температур от $T_m = 100$ К до $T_{act} = 120$ К. Таким образом, после последующего охлаждения в поле $H = -5$ кЭ до T_m и измерения петли гистерезиса, величина поля обменного смещения H_{ex} изменяется на величину, равную вкладу зёрен, чьи T_b лежат в интервале от T_m до T_{act} . Данная процедура повторяется с последовательным увеличением T_{act} до 440 К с шагом в 20 К.

Результатом данной процедуры является полученная зависимость $H_{ex}(T_{act})$, называемая распределением температур блокировок, пример которой приведён на Рисунке 2.7. Важно отметить, что при данных измерениях знак сдвига петли учитывается в явном виде, то есть поле обменного смещения определяется как $H_{ex} = (H_{c1} - H_{c2})/2$. В том случае, если данная зависимость обнаруживает смену знака H_{ex} , то при такой температуре одна часть объёма антиферромагнитных

зёрен, стабильных при T_m , даёт вклад в положительный сдвиг петли, в то время как другая – в отрицательный, таким образом уравнивая вклад друг друга, что и приводит к наблюдению нулевого сдвига петли. Данную температуру принято называть медианной температурой блокировки $\langle T_b \rangle$. Знание данной величины делает возможной оценку эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя K_{AFM}^{eff} . Согласно [58] величина K_{AFM}^{eff} при $T = \langle T_b \rangle$ даётся следующим выражением:

$$K_{AFM}^{eff}(\langle T_b \rangle)V = \ln(f_0\tau_{act}) k_B \langle T_b \rangle, \quad (2.1)$$

где V это средний объём зерна, f_0 – характеристическая частота переключения спинов, которая согласно последним экспериментальным оценкам равна $2,1 \times 10^{12}$ Гц [113], τ_{act} это время активации в течение которого образец выдерживался в поле противоположного знака, в нашем случае равное 90 мин, а k_B – постоянная Больцмана.

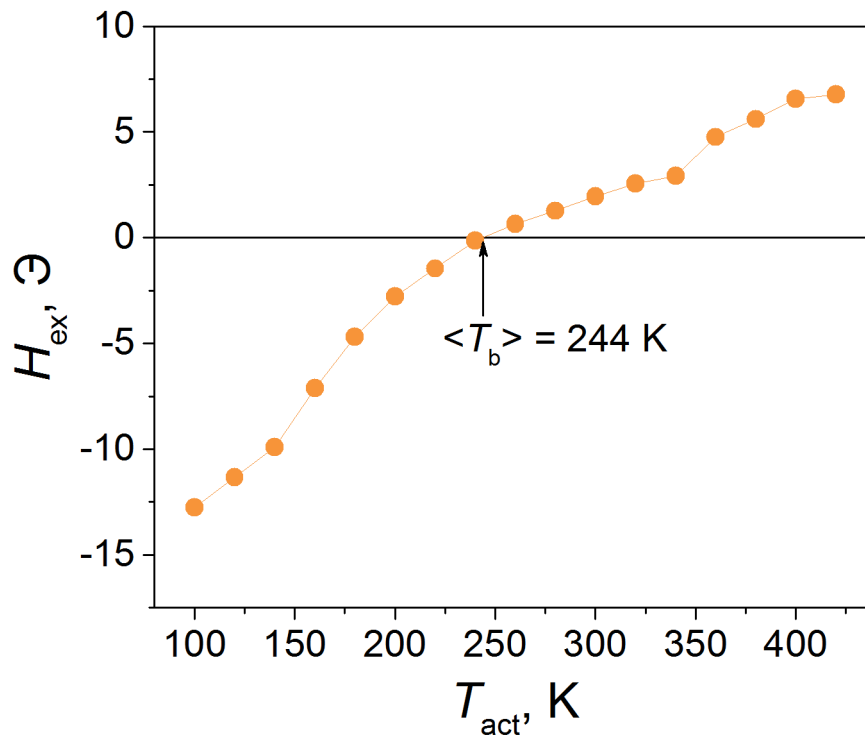


Рисунок 2.7 – Распределение температур блокировок – зависимость поля обменного смещения H_{ex} от температуры активации T_{act} – образца $Ni_{30}Mn_{70}$ (10 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм), отожжённого при 300 °С в течение 1 ч. Стрелкой обозначено пересечение графиком оси температур – медианная температура блокировки $\langle T_b \rangle = 244$ К.

3 ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ОБМЕННОГО СМЕЩЕНИЯ В ПЛЁНКАХ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Ni-Mn

3.1 Кристаллическая структура и обменное смещение в плёнках на основе системы Ni-Mn

Как было отмечено в главе 1, многочисленные литературные данные указывают на то, что для образования в плёнках Ni-Mn антиферромагнитного θ -NiMn нужен отжиг. Причём его эффективность зависит от начального структурного состояния Ni-Mn, на которое можно влиять путём введения специальных вспомогательных слоёв. В частности, в [97] показано, что в случае осаждения эквиатомного слоя Ni-Mn на текстурированный слой Fe-Ni может формироваться не только неравновесная ГЦК-кристаллическая структура γ -Ni-Mn, но и равновесная фаза θ -NiMn со структурой $L1_0$. Правда, для придания ей доминирующего характера необходимо термическое воздействие, которое инициирует превращение γ -Ni-Mn в θ -NiMn. Есть сведения, что для этого достаточен кратковременный нагрев до $T_a = 350$ °C [7]. Однако в значительной части работ ожидаемые структурные превращения наблюдались только при длительном отжиге [5,95,109].

3.1.1 Свойства плёнок Fe-Ni/Ni_xMn_{100-x}/Fe-Ni в исходном состоянии

Одна из задач данного исследования состояла в выяснении влияния вспомогательного слоя Fe-Ni на структуру и закрепляющие свойства слоёв Ni-Mn разного состава. Для этого использовались плёнки типа $I - \text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ta}$, в которых буферный слой тантала задавал кристаллическую текстуру (111) в осаждённом поверх него тонком вспомогательном слое пермаллоя. Вспомогательный слой Fe-Ni, в свою очередь, должен был оказывать влияние на слой Ni-Mn, состояние которого оценивалось с помощью рентгеноструктурного анализа и по гистерезисным характеристикам другого, значительно более толстого слоя пермаллоя, который считался основным. Этот слой наносился на слой Ni-Mn и являлся индикатором свойств последнего.

Эксперимент показал, что в такого рода плёнках основной и буферный слои Fe-Ni переманичиваются отдельно и могут иметь обменное смещение. Основной слой, свойства которого являются предметом последующего анализа, обладает большей толщиной. В соответствии с этим на типичной магнитометрической петле гистерезиса (см. Рисунок 3.1) он характеризуется частной петлёй с большей амплитудой и меньшим полем обменного смещения H_{ex} . Аналогичное смещение имеет и магнитооптическая петля гистерезиса, измеренная со

стороны нанесения плёнки (см. вставку на Рисунке 3.1). Однако вклад от вспомогательного слоя пермаллоя на ней отсутствует из-за поглощения оптического сигнала в объёме образца.

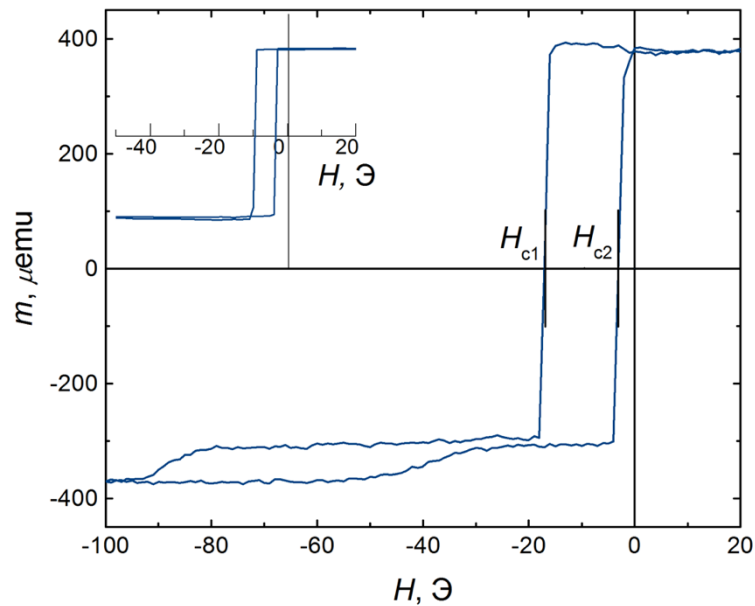


Рисунок 3.1 – Магнитометрическая и магнитооптическая (на вставке) петли гистерезиса плёнки типа *I* с $x = 30$ ат. %.

Однако обменное смещение присутствует не во всех плёнках. Его наличие и величина тесно связаны с составом слоя Ni-Mn. Это иллюстрирует Рисунок 3.2, на котором представлена концентрационная зависимость поля обменного смещения основного слоя $H_{ex}(x)$, полученная из данных магнитооптических измерений. Она немонотонна и показывает, что максимум H_{ex} наблюдается вблизи $x = 30$ ат. %. При этом диапазон составов, в котором регистрируется обменное смещение ($20 \text{ ат. \%} \leq x \leq 35 \text{ ат. \%}$), близок к концентрационной области существования антиферромагнитного твёрдого раствора γ -Ni-Mn [84]. Это высокотемпературная модификация, характеризующаяся ГЦК кристаллической структурой. Её стабилизация при комнатной температуре может быть достигнута путём закалки сплавов, содержащих помимо марганца некоторые стабилизирующие элементы, в частности, никель [84]. В этих условиях в γ -Ni-Mn реализуется антиферромагнитное упорядочение с температурой Нееля около 400 К.

Таким образом, исходное обменное смещение в плёнках *I* можно связать с присутствием фазы γ -Ni-Mn, образование которой в слоях Ni-Mn обусловлено сочетанием нескольких факторов. Помимо состава к ним относятся сама технология осаждения плёнок, которая в определённом смысле эквивалентна закалке, и эпитаксиальное действие вспомогательного слоя Fe-Ni, обладающего ГЦК кристаллической решёткой. Немаловажным обстоятельством для реализации обменного смещения является также наличие кристаллической текстуры в

закрепляющем слое. В плёнках типа *I* она, по-видимому, наследуется от вспомогательного слоя Fe-Ni, обладающего текстурой типа (111).

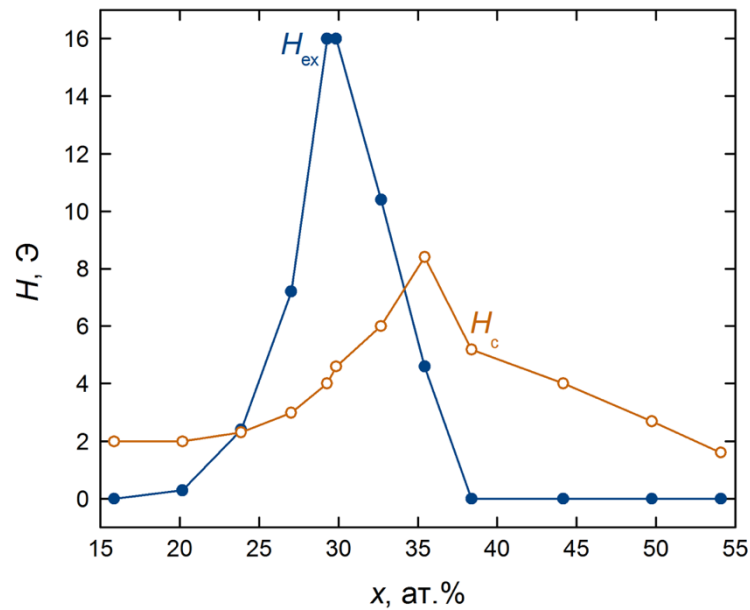


Рисунок 3.2 – Зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c от концентрации никеля x в слое Ni_xMn_{100-x} для плёнок типа *I*.

Данные РСА подтверждают обоснованность представленной интерпретации свойств плёнок типа *I*. Это видно из Рисунка 3.3, на котором приведены фрагменты дифрактограмм нескольких образцов с разным составом слоя Ni-Mn из концентрационной области $15 \text{ ат.}\% < x < 40 \text{ ат.}\%$.

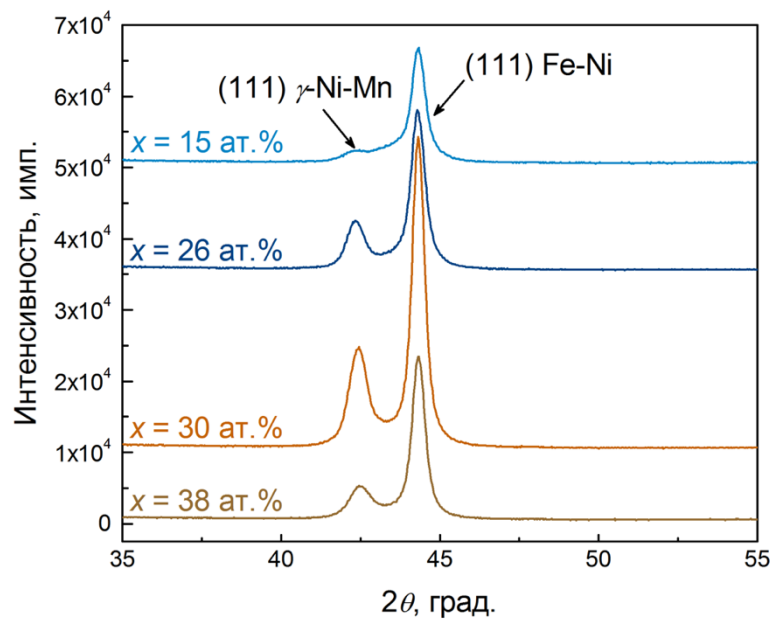


Рисунок 3.3 – Дифрактограммы плёнок типа *I* с различной концентрацией никеля x в слое Ni_xMn_{100-x} . Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Cu } K\alpha$.

Все дифрактограммы содержат по два рефлекса, которые однозначно идентифицируются как принадлежащие поликристаллическим ГЦК-фазам Fe-Ni и γ -Ni-Mn. Причём отсутствие других рефлексов в широком диапазоне углов дифракции может свидетельствовать о сильной текстуре типа (111) в обеих фазах. Интегральные площади этих рефлексов немонотонным образом изменяются в зависимости от x . Это можно рассматривать как свидетельство соответствующего изменения концентрации ГЦК-фазы γ -Ni-Mn в слое Ni-Mn, которая достигает наибольшей величины в области $x = 30$ ат. %.

На Рисунке 3.2 также представлена зависимость коэрцитивной силы основного слоя пермаллоя H_c от состава слоя Ni-Mn. Как видно, концентрационное изменение H_c коррелирует с ходом зависимости $H_{ex}(x)$, однако характерный максимум локализуется в области с несколько большим содержанием никеля ($x \approx 35$ ат. %). Сам по себе повышенный гистерезис слоя пермаллоя является типичным признаком его обменной связи с закрепляющим антиферромагнитным слоем. Он отражает неоднородность этой связи по площади межслойного интерфейса. Последняя имеет место, в том числе, из-за дисперсии в размерах и ориентации антиферромагнитных кристаллитов. Тот факт, что положения максимумов H_c и H_{ex} не совпадают, по-видимому, свидетельствует о некоторых концентрационных изменениях в микроструктуре слоя Ni-Mn. К их числу можно отнести опережающее ослабление кристаллической текстуры при $x > 30$ ат. % по сравнению с уменьшением концентрации γ -Ni-Mn. Возможно и некоторое уменьшение среднего размера кристаллитов γ -Ni-Mn с ростом x , которое согласно [58] может приводить к уменьшению H_{ex} и увеличению H_c .

3.1.2. Свойства плёнок Fe-Ni/Ni_xMn_{100-x}/Fe-Ni, подвергнутых отжигу

Как отмечено выше, фаза γ -Ni-Mn при комнатной температуре является неравновесной. По данным [88], полученным на массивных образцах, отжиг ведёт к её декомпозиции на равновесные фазы α -Mn и θ -NiMn. В нашей работе для изучения эффекта термического воздействия на свойства плёнок типа I был использован отжиг образцов, с наибольшим содержанием фазы γ -Ni-Mn ($x = 30$ ат. %). При этом отжиг не носил накапливающегося характера, а каждый образец отжигался при определённой температуре отжига T_a в течение 1 ч.

Полученные результаты в форме зависимостей $H_{ex}(T_a)$ и $H_c(T_a)$ для основного слоя Fe-Ni представлены на Рисунке 3.4. Как видно, влияние отжига весьма существенно и различается по характеру в зависимости от интенсивности термического воздействия. На этой основе весь диапазон температур отжига условно можно разбить на три области: $T_a \leq 225$ °C; 225 °C $< T_a \leq 315$ °C; $T_a > 315$ °C. С ростом T_a в интервале 90÷225 °C наблюдается постепенное и практически

двукратное уменьшение поля обменного смещения при относительно слабом изменении коэрцитивной силы. Можно предположить, что это отражает начальные стадии декомпозиции γ -Ni-Mn, происходящей в рамках исходной структуры без объёмной локализации новых фазовых выделений.

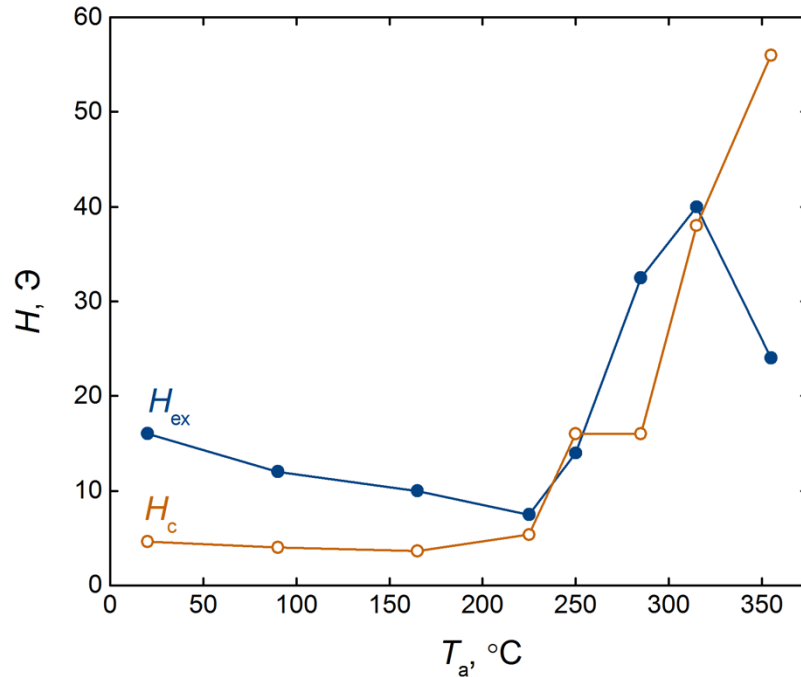


Рисунок 3.4 – Зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c от температуры отжига T_a для плёнок типа I с $x = 30$ ат. %.

Выше $225\text{ }^\circ\text{C}$ начинается быстрый рост и H_{ex} , и H_c , который можно трактовать как свидетельство более радикальных структурных превращений, приводящих к пространственному фазовому разделению и, в частности, к образованию антиферромагнитного θ -NiMn с ГЦТ-кристаллической структурой. Эта фаза в сравнении с γ -Ni-Mn обладает более сильной магнитной анизотропией, а также большим средним магнитным моментом, приходящимся на атом марганца, и более высокой температурой Нееля [70-72,110]. В совокупности всё это усиливает жёсткость антиферромагнитной структуры, затрудняет её деформацию при перемагничивании закрепляемого ею слоя пермаллоя и, в конечном счёте, ведёт к росту поля обменного смещения. После отжига при $T_a = 285\text{ }^\circ\text{C}$ величина H_{ex} более чем двукратно превышает исходное значение.

Однако при $T_a > 315\text{ }^\circ\text{C}$ в поведении H_{ex} наблюдается обратная тенденция, тогда как H_c продолжает увеличиваться. Возможно, в этом находит отражение ослабление кристаллической текстуры, которое в свою очередь связано с интенсивной рекристаллизацией, характерной для плёнок сплавов 3d-металлов в данной области T_a . Весьма вероятна и активизация межслойной диффузии, в которой ведущую роль играет миграция атомов марганца [115]. Диффузия способствует формированию побочных фаз на интерфейсе, что может приводить к нарушению

обменного взаимодействия между слоями и, соответственно, к увеличению H_c и уменьшению H_{ex} [115].

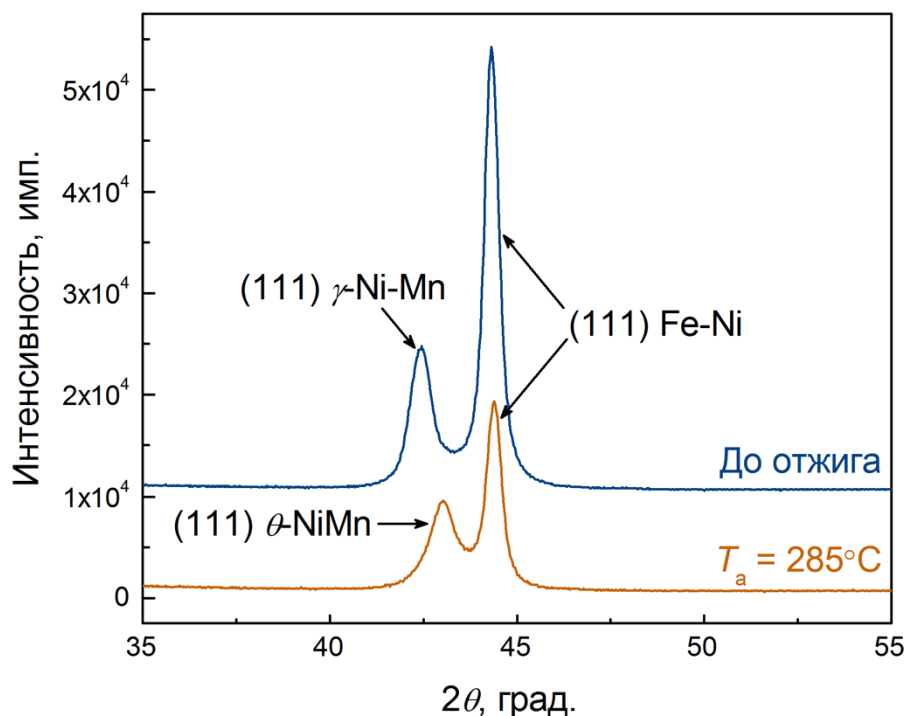


Рисунок 3.5 – Дифрактограммы плёнок типа *I* со слоями $Ni_{30}Mn_{70}$ в исходном состоянии и после отжига при $T_a = 285^\circ C$. Использована геометрия θ - 2θ , излучение $Cu K\alpha$.

Результаты выборочного рентгеноструктурного анализа подтверждают предположение о термоиндуцированном образовании фазы θ -NiMn. На Рисунке 3.5 для сравнения приведены дифрактограммы образцов типа *I* с $x = 30$ ат.% в исходном состоянии и после отжига при $T_a = 285^\circ C$. Видно, что рефлекс, связанный со слоем Ni-Mn, после отжига смещается в область больших углов. Теперь его положение ($2\theta = 43,1^\circ$) соответствует кристаллической решётке ГЦТ θ -NiMn, а одиночный характер указывает на сильную кристаллическую текстуру типа (111) новой фазы. В литературе имеются сведения о присутствии θ -NiMn в плёночных структурах, содержащих слои с большим содержанием марганца. В частности, в [116] методом сканирующей электронной микроскопии было зафиксировано, что при значительном увеличении толщины слоя $Ni_{25}Mn_{75}$ фаза γ -Ni-Mn уступает место сосуществующим фазам α -Mn и θ -NiMn. Причиной этого может быть ослабление стабилизирующего влияния слоя Fe-Ni на структуру слоя Ni-Mn повышенной толщины [97,116]. В нашем случае декомпозиция γ -Ni-Mn с выпадением θ -NiMn также должна была бы сопровождаться выпадением α -Mn. Однако достаточно сложная кристаллическая структура этой фазы [88,117] может сдерживать её кристаллообразование. Поэтому часть продуктов декомпозиции γ -Ni-Mn, возникших при отжиге, вероятно, находится в аморфном состоянии.

3.1.3 Температурные свойства плёнок Fe-Ni/Ni_xMn_{100-x}/Fe-Ni

Антиферромагнитные фазы γ -Ni-Mn и θ -NiMn, присутствие которых в слое Ni-Mn обсуждалось выше, имеют определённую специфику температурного изменения свойств. В этой связи исследование влияния температуры на гистерезисные свойства плёнок типа *I* можно рассматривать как важную дополнительную характеристику фазового состояния слоя Ni-Mn.

На Рисунках 3.6 и 3.7 представлены зависимости поля обменного смещения и коэрцитивной силы от температуры измерения T для образцов с $x = 30$ ат. % в исходном состоянии и после отжига при 285 °С соответственно. Эти данные, полученные из магнитометрических измерений, показывают, что в случае неотожжённого образца с увеличением T наблюдается монотонное уменьшение H_{ex} . Оно заканчивается исчезновением обменного смещения при температуре блокировки T_b , попадающей в интервал 400 К ÷ 450 К. Это согласуется с литературными данными для плёночных структур, в которых обменное смещение связывается с присутствием γ -Ni-Mn, а также с тем фактом, что температура Нееля T_N для γ -Ni-Mn варьируется в области температур до 470 К [84,116]. Близость T_b и T_N , а также исключительно плавный ход кривой $H_{ex}(T)$ указывают на ослабление энергии анизотропии зёрен γ -Ni-Mn как основную причину температурного ослабления обменного смещения.

Температурные изменения коэрцитивной силы менее выражены и предсказуемо коррелируют с поведением $H_{ex}(T)$ при $T < 350$ К. Однако в окрестности $T = 400$ К имеет место заметное повышение H_c . Его можно связывать с эффективным увеличением неоднородности обменного взаимодействия, обусловленным его фрагментарным исчезновением на межслойной поверхности, а также с необратимым вращением магнитных моментов антиферромагнитных зёрен, чьей энергии анизотропии оказывается недостаточно для закрепления намагниченности ФМ слоя. Последующее резкое снижение коэрцитивной силы также вполне закономерно. Оно свидетельствует о переходе слоя Ni-Mn в парамагнитное состояние, и, соответственно, об исчезновении магнитного межслойного взаимодействия. Характерно, что H_c при этом достигает уровня ~ 1 Э, свойственного однослойным плёнкам пермаллоя соответствующей толщины.

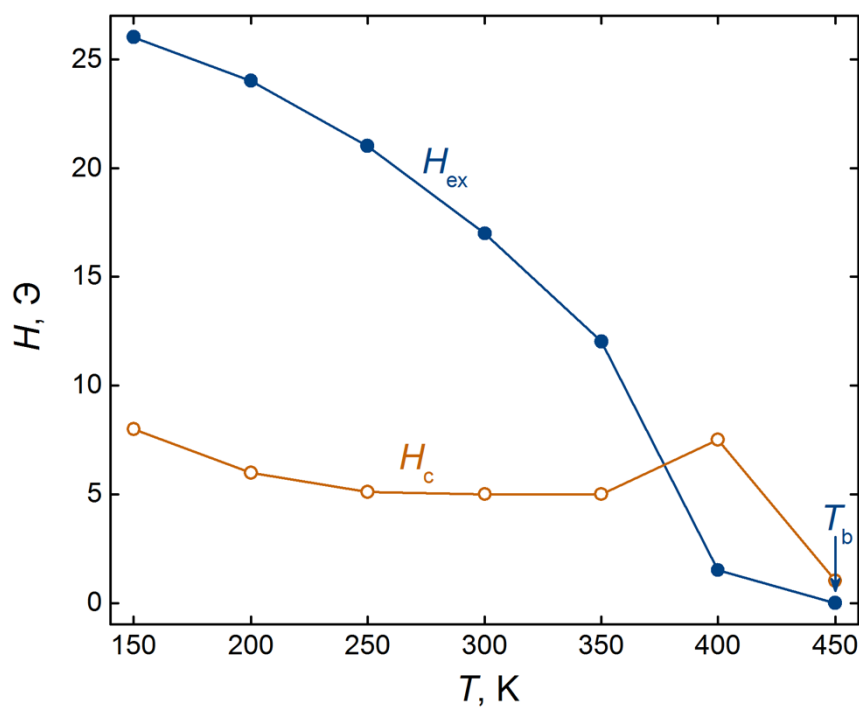


Рисунок 3.6 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c плёнки типа 1 с $x = 30$ ат.% в исходном состоянии.

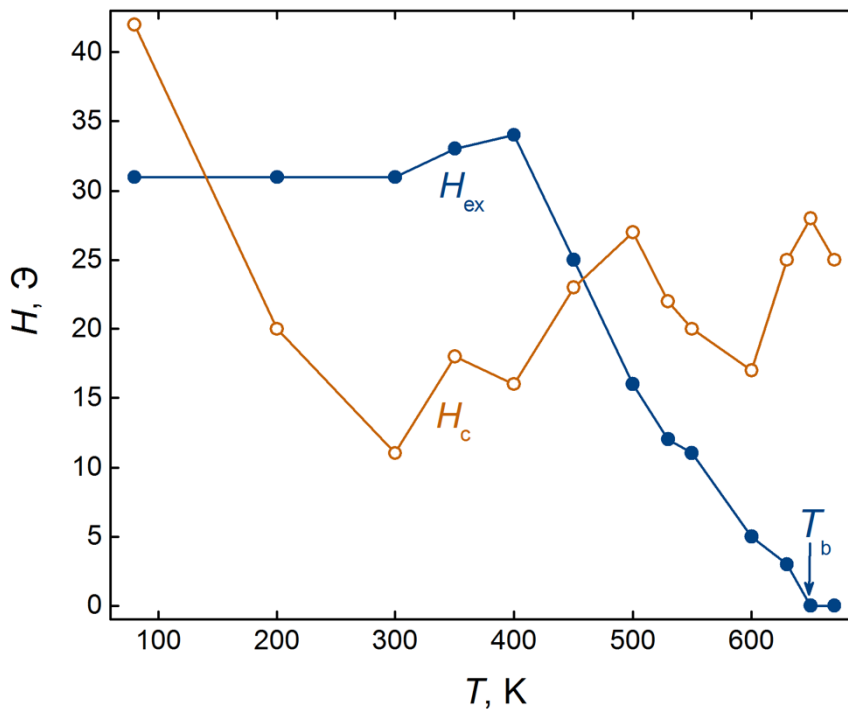


Рисунок 3.7 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c плёнки типа 1 с $x = 30$ ат.%, подвергнутого отжигу при $T_a = 285$ °C.

Отжиг существенно изменяет температурные зависимости и поля обменного смещения, и коэрцитивной силы. Как видно из сравнения Рисунков 3.6 и 3.7, существенно повышается общий уровень H_{ex} . Так, при комнатной температуре поле обменного смещения увеличивается почти двукратно, превышая значение 30 Э. Значительно расширяется и температурный диапазон существования обменного смещения. Это является косвенным подтверждением существенных структурных превращениях, описанных выше, и, в частности, появления фазы θ -NiMn. В то же время достигнутая величина температуры блокировки (~ 600 K) плохо коррелирует с температурой Нееля, свойственной данной фазе (>1000 K) [70]. Подобные результаты получены и рядом других авторов [5,95,105]. Для объяснения данного феномена предлагается принять во внимание, эпитаксиальную связь слоя Ni-Mn с сильно текстурованным слоем Fe-Ni. Последний, обладающий ГЦК-кристаллической решёткой, может несколько тормозить формирование полноценной тетрагональной фазы θ -NiMn [97]. Вполне вероятно не исключена и другая причина отмеченного несоответствия. Наблюдаемые изменения H_{ex} в большой мере можно связать с соответствующим температурным поведением магнитной анизотропии в антиферромагнитной фазе. Другими словами, выше T_b обменная связь между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями может не пропадать, но низкая магнитная анизотропия не обеспечивает результирующего обменного смещения. Антиферромагнитные кристаллиты свободно изменяют своё магнитное состояние вместе с ферромагнитным слоем.

Отжиг приводит не только к количественным, но и к качественным изменениям в температурном поведении гистерезисных свойств. К их числу, прежде всего, относится восходящий тренд на зависимости $H_{ex}(T)$, который наблюдается в области $T \leq 400$ K. Подобное поведение поля обменного смещения отмечалось и в некоторых других работах, посвященных многослойным пленкам с закрепляющим слоем на основе системы Ni-Mn [5,95,105], но не нашло адекватного объяснения. Кроме того, обращает на себя внимание сильная, неоднократно меняющая знак вариация коэрцитивной силы. Очевидно, что такая большая температурная нестабильность H_c не связана с необратимыми фазовыми превращениями, поскольку наблюдается при температурах меньших T_a . Скорее всего, она обусловлена соответствующим температурным поведением магнитных взаимодействий и, в первую очередь, магнитной анизотропии антиферромагнитного слоя.

В целом на зависимости $H_c(T)$ можно выделить четыре участка, коррелирующих с температурным поведением поля обменного смещения. В области $100 \text{ K} < T < 400 \text{ K}$, которой соответствует высокий и относительно стабильный уровень H_{ex} , коэрцитивная сила с повышением температуры имеет выраженную тенденцию к снижению. Это, в частности, может быть связано с уменьшением константы магнитной анизотропии фазы θ -NiMn, приводящей к ослаблению дисперсии магнитной анизотропии в плоскости антиферромагнитного слоя. Кроме

того, уменьшение дисперсии анизотропии эффективно может приводить и к наблюдаемому на эксперименте возрастанию H_{ex} .

Интервал температур 400÷500 К характеризуется ростом H_c , а на зависимости $H_{ex}(T)$ развивается обратная тенденция. Можно предположить, что в этой области температур магнитная анизотропия антиферромагнетика понижается настолько, что его мелкие кристаллиты уже не дают вклада в обменное смещение, а переманичиваются вместе со слоем пермаллоя. Это не только уменьшает H_{ex} , но и создаёт повышенную магнитную неоднородность на межслойном интерфейсе, обуславливающую увеличение H_c . С повышением температуры неоднородность усиливается, поскольку из закреплённого состояния выходят кристаллиты всё большего размера. Так может продолжаться пока примерно половина площади межслойного интерфейса не потеряет способность обеспечивать обменное смещение.

Рисунок 3.7 показывает, что, действительно, при температуре ~500 К, когда H_{ex} достигает примерно половины от максимального значения, характер поведения $H_c(T)$ изменяется на противоположный. Такая тенденция сохраняется до $T \sim 600$ К, после чего опять наблюдается увеличение H_c . Поскольку в этой области температура измерения уже превышает температуру отжига, наблюдаемое изменение H_c можно связывать со структуро-химическими преобразованиями в слоях плёнки. На это указывает и тот факт, что при $T > T_b$ уровень H_c в плёнках после отжига намного выше, чем в плёнках в исходном состоянии. Среди причин высокого гистерезиса можно выделить следующие: изменение состава слоя пермаллоя вследствие диффузии в него марганца, склонного к повышенной термической миграции; укрупнение рельефа межслойного интерфейса, произошедшего в результате рекристаллизации в слоистой структуре; структурные преобразования в слоях плёнки.

3.1.4 Влияние отжига на свойства плёнок $Ni_xMn_{100-x}/Fe-Ni$

Интерпретация изложенных выше результатов в значительной степени опирается на положение о том, что вспомогательный слой пермаллоя оказывает влияние на структурное состояние осаждённого на него слоя Ni-Mn. Однако его справедливость нуждается в прямом подтверждении путём проведения экспериментов, аналогичных описанным выше в отсутствии вспомогательного слоя. Кроме того, в практическом плане введение вспомогательного слоя является дополнительным фактором, усложняющим получение плёночных структур с обменным смещением. Это явилось основанием для исследования плёнок типа 2 – стекло/Ta/ $Ni_xMn_{100-x}/Fe_{20}Ni_{80}$ /Ta, не содержащих вспомогательного слоя пермаллоя.

Состав слоя Ni-Mn в серии плёнок типа 2 варьировался в широком диапазоне составов $x = 15 \div 70$ ат.%. Для каждого x плёнки проходили предварительную аттестацию, а затем разделялись на части, каждая из которых отжигалась при определённой температуре из диапазона $200 \div 400$ °С. Полученные результаты в виде зависимостей $H_{ex}(x)$ и $H_c(x)$ представлены на Рисунках 3.8 и 3.9 соответственно.

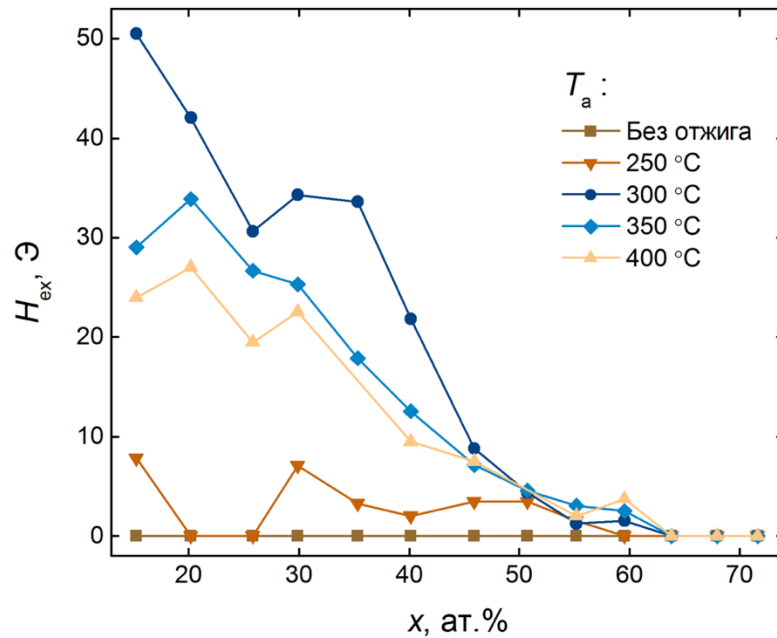


Рисунок 3.8 – Зависимости поля обменного смещения от концентрации никеля в слое Ni-Mn для плёнок типа 2, отожжённых при различных температурах T_a .

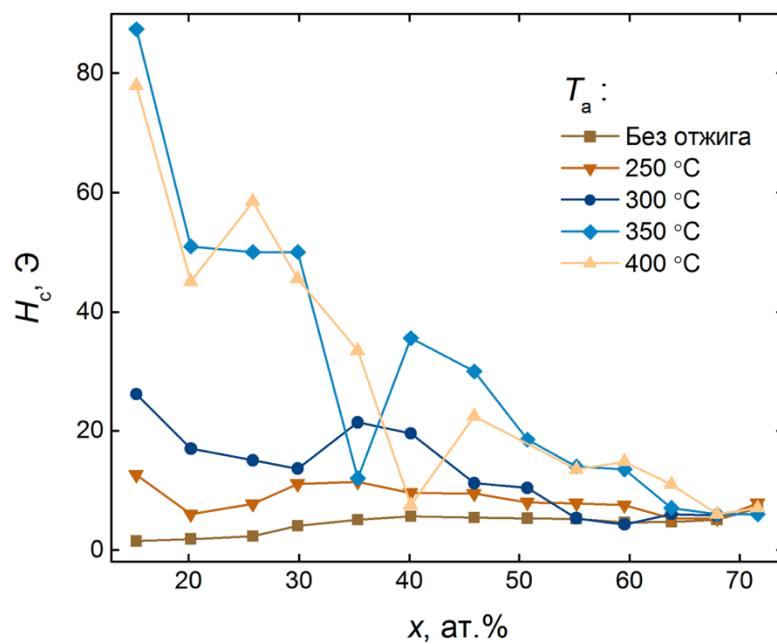


Рисунок 3.9 – Зависимости коэрцитивной силы от концентрации никеля в слое Ni-Mn для плёнок типа 2, отожжённых при различных температурах T_a .

Как видно, в исходном состоянии ни один из образцов не обнаруживает обменного смещения несмотря на то, что область изменения x включала интервал $x = 20 \div 35$ ат.%, в котором на плёнках типа 1 обменное смещение в исходном состоянии наблюдалось. Таким образом, можно заключить, что фаза γ -Ni-Mn в плёнках типа 2 в исходном состоянии не образуется.

В пользу такого вывода свидетельствуют и данные рентгеноструктурного анализа. На Рисунке 3.10 приведена дифрактограмма образца с $x = 30$ ат.%. На ней присутствует лишь рефлексы, соответствующие плоскостям (111) и (200) Fe-Ni.

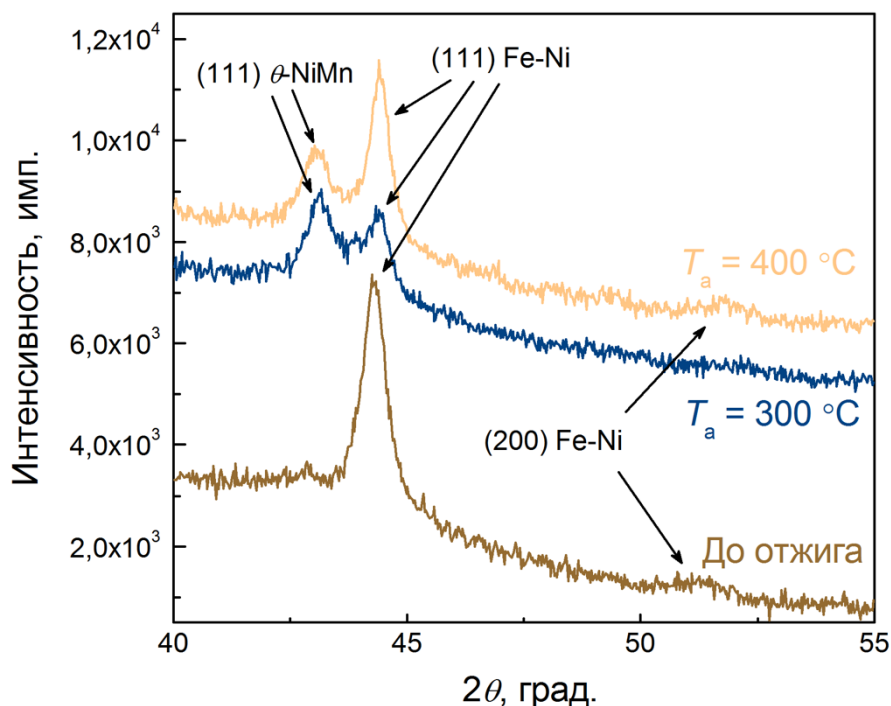


Рисунок 3.10 – Дифрактограммы плёнок типа 2 с $x = 30$ ат.%, отожжённых при различных температурах T_a и в исходном состоянии. Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Cu } K_\alpha$.

Рефлексов, соответствующих слою Ni-Mn, на Рисунке 3.10 не наблюдается, что свидетельствует о рентгеноаморфном состоянии. Присутствие пиков (111) и (200) Fe-Ni, по-видимому, отражает слаботекстурированный характер роста данного слоя на аморфном Ni-Mn. В литературе также имеются данные [96,106] о том, что плёнки Ni-Mn, осаждённые на стекло или подслоу тантала, являются преимущественно аморфными. Кроме того, использование тантала в качестве буферного слоя приводит к уменьшению среднего размера кристаллитов в плёнках Ni-Mn [101].

Тем не менее коэрцитивная сила (см. Рисунок 3.9) показывает определённую зависимость от состава слоя Ni-Mn. Причиной этого может быть варьирование рельефа межслойного

интерфейса, которое в свою очередь отражает связь между составом и параметрами микроструктуры слоя Ni-Mn.

Обменное смещение в плёнках типа 2 было обнаружено после отжига при температурах, превышающих 250 °C. Соответствующие петли гистерезиса оказались подобны тем, которые показаны на Рисунке 3.1 для плёнок типа 1. Качественное различие состояло лишь в том, что магнитометрический вариант не содержал частной петли от вспомогательного слоя. Как видно из Рисунка 3.8, обменное смещение наблюдается в широком диапазоне составов слоя Ni-Mn, и для всех T_a имеет тенденцию к снижению с увеличением x . Качественное единообразие присутствует и в изменении поля смещения в зависимости от температуры отжига для образцов с различным x . Из Рисунка 3.8 нетрудно заключить, что зависимости $H_{ex}(T_a)$, по крайней мере, для образцов с $x < 40$ ат.%, имеют немонотонный характер, а максимум приходится на область вблизи $T_a = 300$ °C.

Представленные результаты со всей определённостью говорят о фазовых превращениях в слое Ni-Mn, инициированных отжигом. О характере этих превращений можно судить по дифрактограммам, показанным на Рисунке 3.10. Как видно, после отжига на них появляется новый рефлекс, который, как и в случае плёнок типа 1, можно соотнести с тетрагональной фазой θ -NiMn. Очевидно, что именно она ответственна за обменное смещение в отожжённых плёнках. Причём из сравнения интегральных интенсивностей рефлексов фаз θ -NiMn и Fe-Ni при разных T_a можно заключить, что наибольшее относительное количество тетрагональной фазы образуется при $T_a = 300$ °C, что коррелирует с условиями реализации наибольшего поля обменного смещения.

Отметим также близость максимальных величин H_{ex} для плёнок типов 1 и 2 при $x = 30$ ат.%, что также можно рассматривать как свидетельство схожести источников обменного смещения в этих объектах. Кроме того, привлекает внимание и факт практически монотонного уменьшения H_{ex} с уменьшением концентрации марганца. Сама по себе фаза θ -NiMn отвечает эквиаtomному составу. Но в области $x = 50$ ат.% обменное смещение минимально и, вполне вероятно, минимальна концентрация данной фазы. Можно предположить, что это является следствием недостаточной продолжительности отжига, а избыточная концентрация марганца при $x < 50$ ат.% способствует ускорению соответствующих фазовых преобразований. Подобная тенденция наблюдалась в работе [101], а также в работе [118], когда введение тонкой прослойки марганца между закрепляющим и ферромагнитным слоями увеличивало H_{ex} в несколько раз при неизменном T_b .

Из сравнения Рисунков 3.8 и 3.9 видно, что появление обменного смещения в плёнках типа 2 сопровождается значительным увеличением коэрцитивной силы. Причём для относительно низких T_a отжиг приводит к опережающему росту H_{ex} по сравнению с H_c , а более

интенсивный отжиг даёт обратную тенденцию. Аналогичная закономерность наблюдалась и в плёнках типа 1. Всё это указывает на схожесть механизмов гистерезиса в данных объектах после отжига.

3.1.5 Температурные свойства плёнок $\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe-Ni}$

На Рисунках 3.11 и 3.12 представлены температурные зависимости гистерезисных свойств плёнок типа 2, прошедших отжиг при $T_a = 300^\circ\text{C}$.

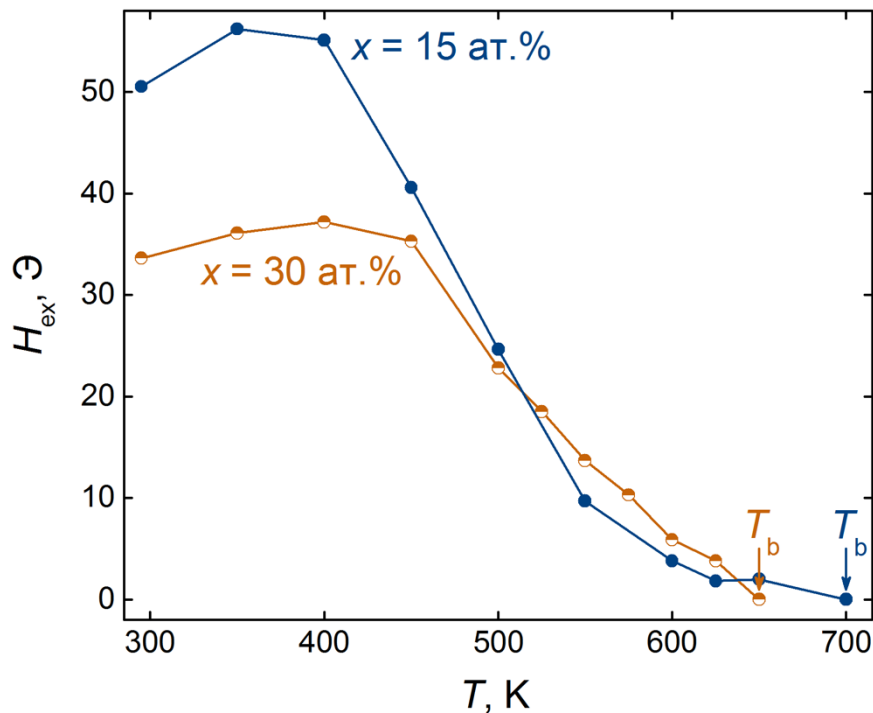


Рисунок 3.11 – Зависимости поля смещения от температуры для плёнок с различной концентрацией никеля x в слое Ni-Mn, отожжённых при $T_a = 300^\circ\text{C}$.

Выбранные образцы имели разный состав слоёв Ni-Mn ($x = 15$ ат.%; 30 ат.%) и при комнатной температуре значительно отличались по величине поля обменного смещения. Однако характер зависимостей $H_{ex}(T)$ оказался для них одинаковым (см. Рисунок 3.11). На обеих кривых при увеличении T сначала наблюдается некоторый рост, а затем монотонное уменьшение H_{ex} вплоть до температуры $T_b \sim 650$ К. Более того, по положению максимума H_{ex} на температурной шкале ($T = 400$ К) и величине температуры блокировки ($T_b = 650$ К) представленные данные совпадают с соответствующими результатами для плёнок типа 1.

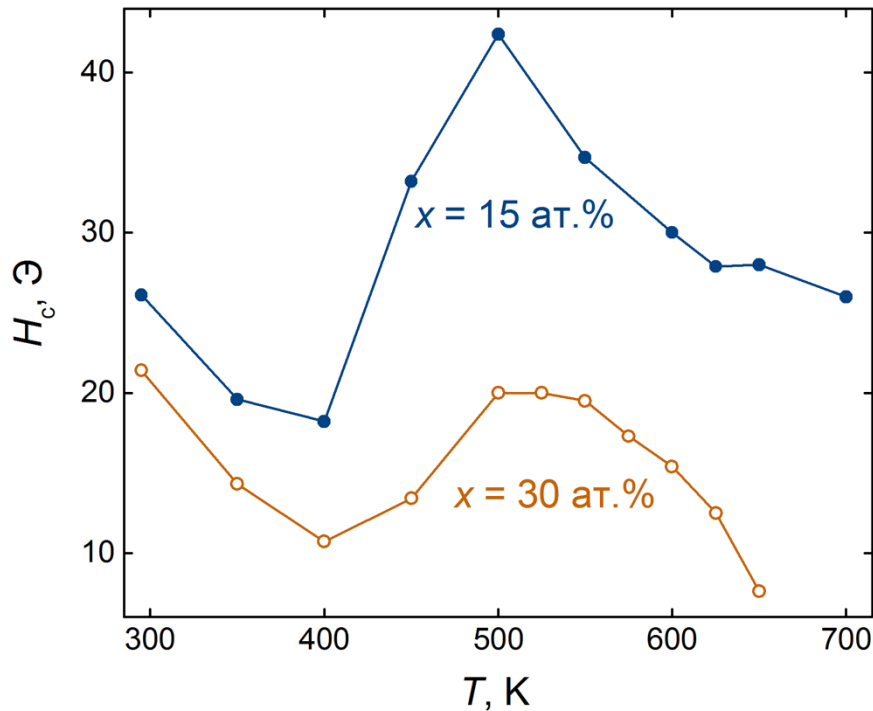


Рисунок 3.12 – Зависимости коэрцитивной силы от температуры для плёнок с различной концентрацией никеля в слое Ni-Mn, отожжённых при $T_a=300^\circ\text{C}$.

Аналогичное заключение можно сделать по зависимостям $H_c(T)$. По характеру они не только совпадают для двух плёнок типа 2, но и полностью воспроизводят основные закономерности температурного поведения коэрцитивной силы, обсуждавшихся выше для плёнок типа 1. Это не оставляет сомнений в том, что плёнки разных типов, которые в исходном состоянии существенно отличались по структуре и свойствам, после отжига при достаточно высокой температуре имеют практически одинаковый структурно-фазовый состав.

3.2 Влияние буферного слоя пермаллоя на структурное состояние и гистерезисные свойства многослойных плёнок Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni

Наличие обменного смещения напрямую связано со структурным состоянием слоя Ni-Mn, которое, в свою очередь, зависит от состава и условий его осаждения [6,106]. Активную роль в формировании структуры Ni-Mn и, в частности, в образовании антиферромагнитных фаз играет кристаллическая структура буферных слоёв, предшествующих слою Ni-Mn. В данной разделе исследуется роль буферного слоя Fe-Ni как фактора, влияющего на структуру и гистерезисные свойства плёнок $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ в исходном состоянии.

Эксперимент показал, что в исследованных плёнках с $x = 9$ ат.% и 27 ат.% наблюдается эффект обменного смещения. Причём в случае $x = 9$ ат.%, он наблюдается только для нижнего, буферного слоя $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (см. Рисунок 3.13, *а*), который также характеризуется повышенной коэрцитивной силой ($H_c \sim 5$ Э). Отсутствие обменного смещения и низкий гистерезис ($H_c \sim 1$ Э) в верхнем слое $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$, по-видимому, являются следствием магнитной и, соответственно, структурной неоднородности слоя Ni-Mn по толщине. В образце с $x = 27$ ат.%, обменное смещение присутствует в обоих слоях (см. Рисунок 3.13, *б*), что говорит о формировании антиферромагнитной фазы по всей толщине слоя Ni-Mn. В том и другом случаях величина поля обменного смещения H_{ex} буферного слоя Fe-Ni весьма чувствительна к изменению его толщины. Однако ход зависимостей H_{ex} ($h_{\text{Fe-Ni}}$) несколько различен. Для образца с $x = 9$ ат.% выражен начальный рост H_{ex} с увеличением $h_{\text{Fe-Ni}}$, который, по-видимому, связан с нарастанием стабилизирующего влияния буферного слоя на структуру и магнитное состояние слоя Ni-Mn. Последующее снижение H_{ex} имеет иную природу и, как и в образце с $x = 27$ ат.%, наиболее вероятно, обусловлено ростом магнитного момента буферного слоя $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ [4].

Отмеченные различия в магнитных свойствах плёнок двух типов, вероятно, отражают специфику влияния буферного слоя на структурное состояние слоя Ni-Mn разного состава и, в частности, на формирование антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn, ответственной за эффект обменного смещения [116]. Согласно фазовой диаграмме системы Ni-Mn для состава с $x = 9$ ат.% фаза γ -Ni-Mn характеризуется ГЦК-структурой со значительными тетрагональными искажениями, которые, вблизи буферного слоя пермаллоя, по-видимому, подавляются эпитаксиальным действием ГЦК-структуры последнего. Но при удалении от буферного слоя тетрагональные искажения инициируют рассогласование структур Fe-Ni и Ni-Mn. В результате нарушается однофазность и кристаллическая текстура в слое Ni-Mn, что, в конечном счёте, приводит к отсутствию смещения в верхнем слое пермаллоя [84]. При составе $x = 27$ ат.% типичной для фазы γ -Ni-Mn является неискажённая ГЦК-структура, которая сохраняет возможность стабилизироваться по всей толщине слоя Ni-Mn [84] и обеспечивает обменное смещение верхнего слоя пермаллоя. Эти представления подтверждаются данными рентгеноструктурного анализа, показанными на Рисунке 3.14, *б*. Они, в частности, говорят о наличии γ -Ni-Mn во всех плёнках, но в меньшей относительной концентрации в образцах с $x = 9$ ат.%, с учётом интегральной площади соответствующих рефлексов.

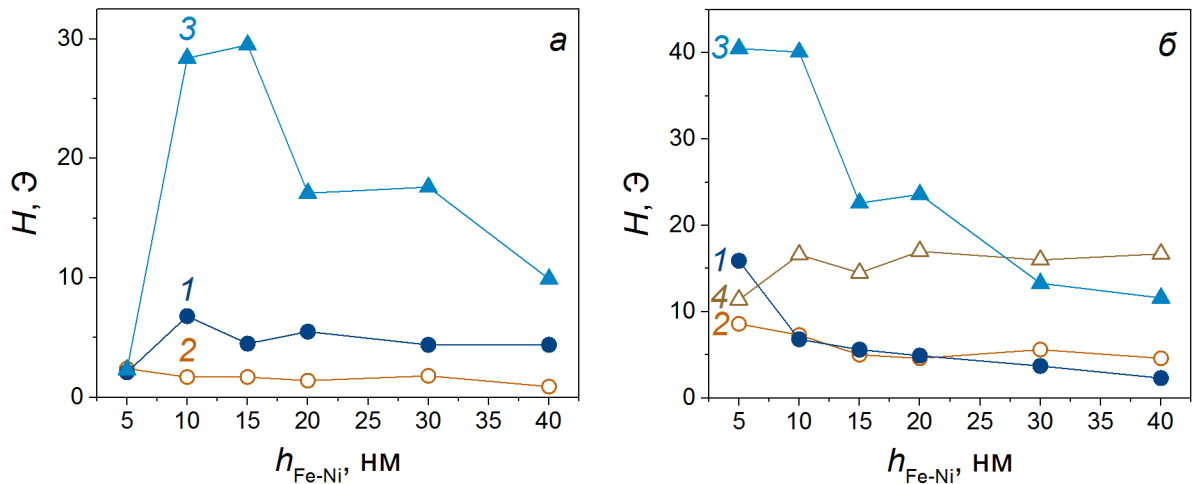


Рисунок 3.13 – Зависимости коэрцитивной силы H_c (1, 2) и поля смещения H_{ex} (3, 4) от толщины нижнего (буферного) слоя Fe-Ni h_{Fe-Ni} нижнего (1, 3) и верхнего (2, 4) слоёв Fe-Ni в случае $x = 9$ ат. % (а) и $x = 27$ ат. % (б).

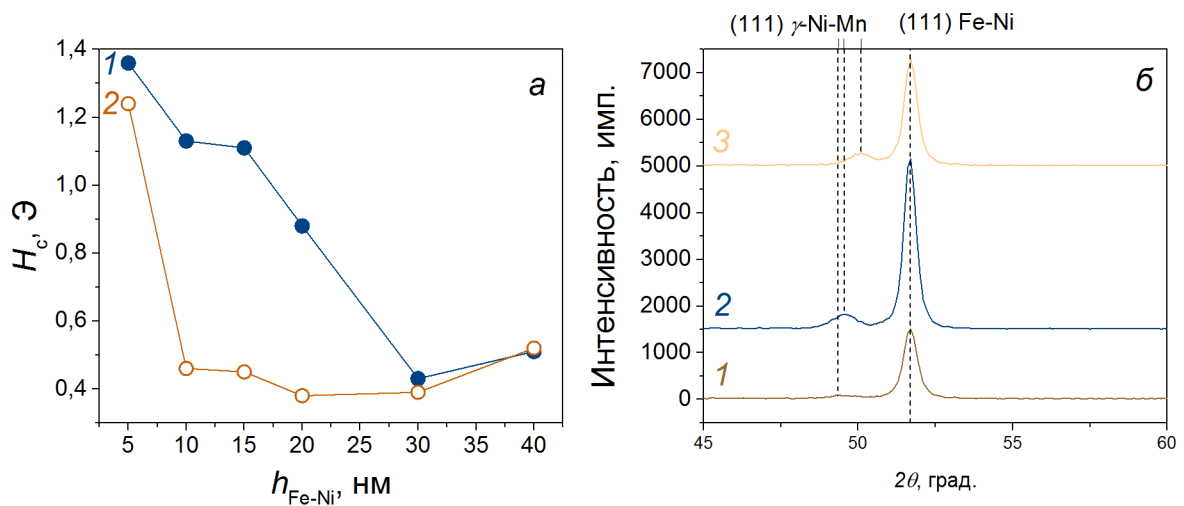


Рисунок 3.14 – Зависимости коэрцитивной силы H_c от толщины нижнего (буферного) слоя Fe-Ni h_{Fe-Ni} нижнего (1) и верхнего (2) слоёв Fe-Ni в случае $x = 49$ ат. % (а) и рентгенограммы образцов с $x = 9$; 27; 49 ат. % (1, 2 и 3 соответственно) при $h_{Fe-Ni} = 40$ нм (б).

Интересно, что текстурированная фаза γ -Ni-Mn идентифицируется и в образце с $x = 49$ ат. % (кривая 3 на Рисунке 3.14, б), в котором обменное смещение отсутствует в обоих слоях. Эта плёнка отличается и специфическим поведением зависимостей $H_c(h_{Fe-Ni})$ (см. Рисунок 3.14, а). С увеличением h_{Fe-Ni} коэрцитивная сила обоих слоёв уменьшается в несколько раз, достигая значений много меньших тех, которые типичны для однослойных плёнок пермаллоя соответствующих толщин. В совокупности эти данные позволяют заключить, что состав фазы γ -Ni-Mn в данном образце соответствует такому, при котором температура Нееля лежит ниже комнатной температуры [84]. Иначе говоря, в условиях поставленного эксперимента слой Ni-Mn

находится в парамагнитном состоянии. Он разделяет ферромагнитные слои так, что создаются условия для формирования в этих слоях сдвоенных доменных границ Нееля, смещению которых свойственен аномально низкий гистерезис [119].

3.3 Влияние толщины слоя Ni-Mn и наличия прослоек на обменное смещение в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni

В данном параграфе диссертации исследуется влияние уменьшения толщины слоя Ni-Mn, а также введения ультратонких (толщиной не более 1 нм) магнитных и немагнитных прослоек между АФМ и ФМ слоями как инструментов модификации магнитных свойств плёнок.

3.3.1 Варьирование толщины слоя Ni-Mn на обменное смещение в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni

Плёнки с закрепляющим слоем Ni-Mn демонстрируют необычное температурное поведение обменного смещения. В отличие от других систем, в которых поле обменного смещения монотонно уменьшается с ростом температуры, в пленках Ni-Mn/Fe-Ni оно фактически увеличивается до температуры 400 К (см. Рисунок 3.15). Такое поведение сохраняется при уменьшении размера слоя Ni-Mn с 20,0 нм до 17,5 нм. При 14,0 нм поле обменного смещения перестает увеличиваться в диапазоне от 300 К до 400 К и остается практически неизменным до 425 К. В случае толщины слоя Ni-Mn равной 12,0 нм поле обменного смещения остается стабильным до температуры 400 К. При более высоких температурах оно монотонно уменьшается и полностью исчезает при достижении T_b . Падение поля обменного смещения с температурой обычно связано с ослаблением энергии анизотропии зёрен антиферромагнетика [58]. Первоначальный рост может быть связан с взаимным изменением параметров, характеризующих анизотропию слоёв и межслойное обменное взаимодействие.

Такое необычное поведение поля обменного смещения сопровождается падением коэрцитивной силы при температурах от 300 К до 400 К для всех толщин Ni-Mn (см. Рисунок 3.16). Дальнейшее возрастание H_c коррелирует с уменьшением H_{ex} в этом же температурном диапазоне. Поскольку с ростом температуры зёрна антиферромагнетика теряют свою анизотропию в силу тепловых флуктуаций, но всё ещё остаются магнитоупорядоченными, их намагниченность начинает необратимо следовать за намагниченностью ферромагнетика [51,52,120,121]. Как следствие наблюдается возникновение пика коэрцитивной силы около середины от начала области стабильного смещения до температуры блокировки. Из-за поликристаллической структуры плёнок с повышением температуры более мелкие зерна

становятся нестабильными и, таким образом, вносят вклад в коэрцитивную силу, а не в поле обменного смещения [52,58]. Позже оно падает до гораздо меньших значений, хотя всё ещё оказывается выше, чем характерно для однослойной плёнки пермаллоя такой же толщины. Это указывает на то, что антиферромагнетик всё ещё остаётся магнитоупорядоченным.

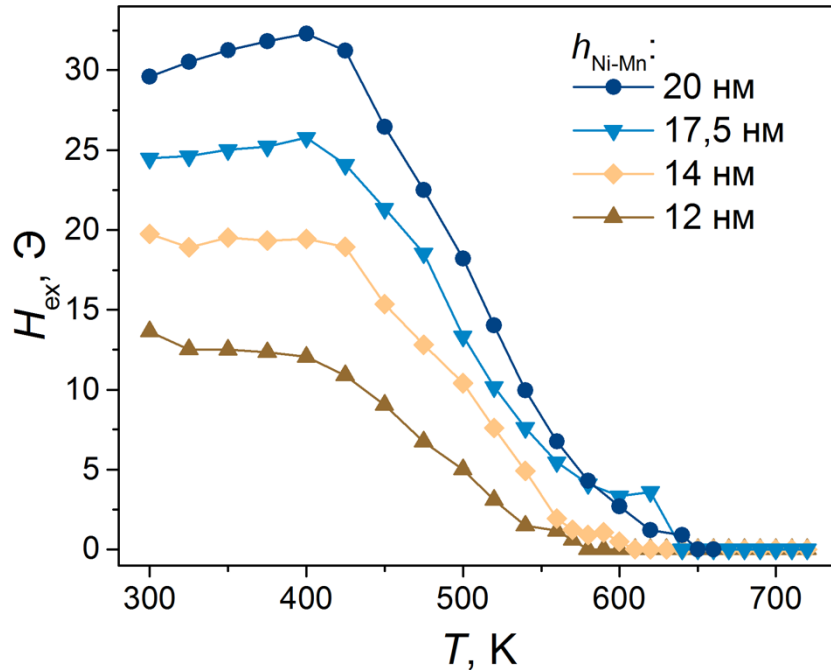


Рисунок 3.15 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} для плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной слоя Ni-Mn h_{Ni-Mn} .

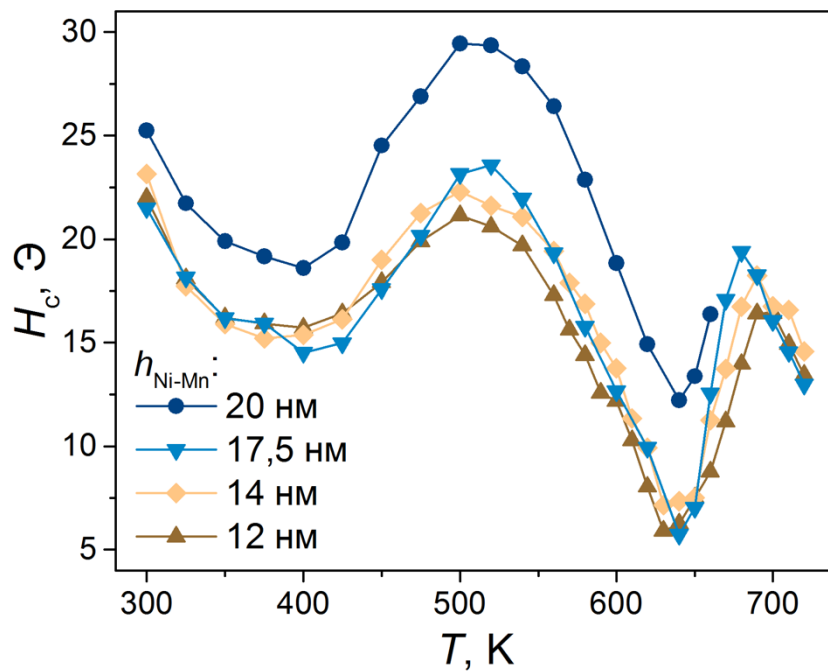


Рисунок 3.16 – Температурные зависимости коэрцитивной силы H_c для плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной слоя Ni-Mn h_{Ni-Mn} .

Однако примерно при 650 К коэрцитивная сила снова возрастает, а после достижения максимума при 700 К падает. Вероятнее всего, это результат структурных преобразований в плёнках, что становится более очевидным, при рассмотрении термического поведения намагниченности плёнок (см. Рисунок 3.17). Сначала для всех плёнок намагниченность подчиняется закону Блоха (пунктирная кривая на Рисунке 3.17) и постепенно уменьшается. Тем не менее в интервале температур от 600 К до 670 К (отмечены вертикальными штриховыми линиями на Рисунке 3.17) он отклоняется от закона Блоха. Это явно свидетельствует о структурных преобразованиях плёнок. Ранее сообщалось, что марганец в многослойных поликристаллических плёнках с обменным смещением имеет тенденцию диффундировать в соседние слои, что ухудшает свойства систем с обменным смещением [115]. Подробнее вопрос природы температуры блокировки и роста намагниченности при повышенных температурах рассматривается в параграфе 4.3 данной диссертации.

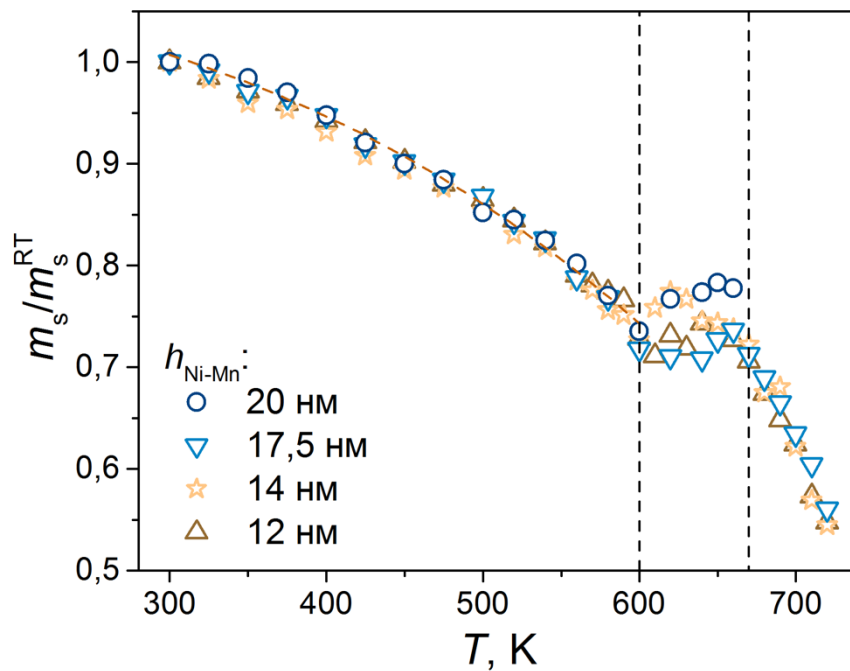


Рисунок 3.17 – Температурное поведение намагниченности плёнок m_s , нормированной на свою величину при комнатной температуре, для плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной слоя Ni-Mn $h_{\text{Ni-Mn}}$. Пунктирная кривая соответствует закону Блоха для плёнки с $h_{\text{Ni-Mn}} = 20$ нм в диапазоне от 300 К до 600 К. Вертикальные пунктирные линии обозначают область, где для каждой из плёнок наблюдается рост намагниченности.

Результаты для плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной Ni-Mn приведены на Рисунке 3.18. При уменьшении толщины слоя Ni-Mn в падении поля обменного смещения (при 300 К) и температуры блокировки можно выявить признаки эффекта масштабирования [122]. Изменение же в коэрцитивной силе, однако, не столь существенно. Показательно, что даже плёнка с

толщиной слоя Ni-Mn лишь 14 нм демонстрирует термическую стабильность с высокой температурой блокировки около 610 К.

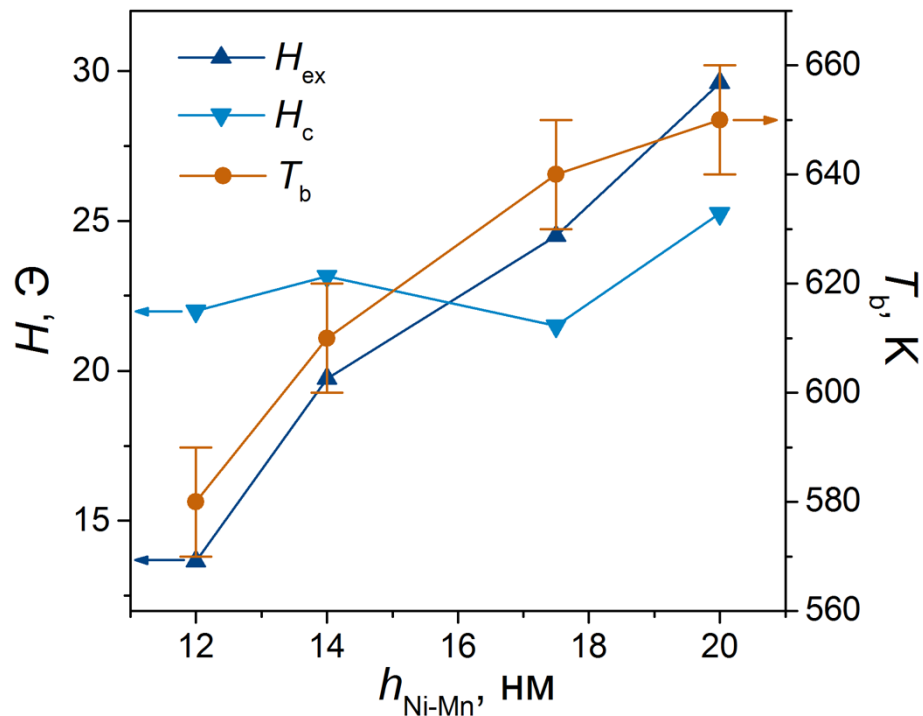


Рисунок 3.18 – Зависимости поля обменного смещения H_{ex} , коэрцитивной силы H_c и температуры блокировки T_b от толщины слоя Ni-Mn $h_{\text{Ni-Mn}}$ в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni. Значения H_{ex} и H_c приведены для температуры $T = 300$ К.

Тем не менее, остается неясным, определяется ли температура блокировки исключительно потерей энергии анизотропии антиферромагнетика или она является следствием структурных преобразований, например, декомпозицией фазы θ -NiMn. Любопытно, что ни одна из плёнок не обнаруживает обменного смещения после температурных измерений, несмотря на охлаждение в магнитном поле напряжённостью 1000 Э.

Интересно отметить, что в недавней работе [123], где изучаются обменно-смещённые пленки Ir-Mn и Pt-Mn, два антиферромагнетика вызывают различное поведение коэрцитивной силы. Для плёнок на основе Pt-Mn коэрцитивная сила уменьшается с повышением температуры и не имеет пика на пути к температуре блокировки. В случае Ir-Mn H_c уменьшается в диапазоне температур от комнатной до примерно 420 К, а затем имеет ярко выраженный пик прямо перед достижением T_b (которая составляет около 610 К). Хотя поведение коэрцитивной силы очень похоже на то, что наблюдается в нашей работе, поле обменного смещения в случае плёнок с Ir-Mn монотонно уменьшается с повышением температуры, в отличие от того, что наблюдается для плёнок на основе Ni-Mn. Необходимо отметить, что в работе [123] использовался очень тонкий ферромагнитный слой Fe-Co (2,7 нм).

3.3.2 Влияние прослойки тантала на обменное смещение в плёнках Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni

Многочисленные исследования показывают, что введение прослойки на интерфейсе в структурах с обменным смещением типа АФМ/ФМ является одним из наиболее эффективных способов регулирования поля обменного смещения и коэрцитивной силы [118,124,125]. Считается, что введение немагнитной прослойки ослабляет межслойную обменную связь, что и приводит к уменьшению H_{ex} и H_c . Данный подпараграф посвящён исследованию влияния введения ультратонкой (толщиной до 1 нм) прослойки тантала на обменное смещение и его температурную стабильность в плёнках Fe₂₀Ni₈₀(5 нм)/Ni₃₅Mn₆₅(20 нм)/Ta/Fe₂₀Ni₈₀(40 нм). Согласно модельным расчётам подобная прослойка представляет собой не сплошной слой атомов, а своего рода островки, чья площадь с увеличением номинальной толщины прослойки возрастает [125,126].

В отсутствие прослойки плёнка демонстрирует высокую температурную стабильность обменного смещения: H_{ex} имеет лишь незначительное увеличение в диапазоне температур от 300 К до 475 К, а затем начинает линейно уменьшаться, пока не достигнет температуры блокировки около 650 К (см. Рисунок 3.19). Совпадение температур блокировки между этой пленкой и Ni-Mn(20 нм)/Fe-Ni(40 нм) вновь ставит вопрос о природе исчезновения обменного смещения при достижении T_b .

Введение прослойки тантала достаточно быстро приводит к уменьшению коэрцитивной силы, также, как и поля обменного смещения (см. Рисунки 3.19 и 3.20), намного быстрее, чем то, что наблюдается для плёнок с использованием антиферромагнитного слоя Ir-Mn с прослойками тантала [124] или рутения [127]. Однако в работе [128] введение прослойки тантала толщиной 0,2 нм приводит к полному исчезновению обменного смещения при комнатной температуре, что авторы связывают с формированием непрерывного атомного слоя тантала, неспособного, по мнению авторов, при комнатной температуре осуществлять межслойное обменное взаимодействие. По-видимому, сплошность прослойки и её влияние в значительной степени зависят от условий получения образцов и возможного последующего отжига.

В нашем исследовании использование прослойки тантала толщиной 0,3 нм приводит к примерно десятикратному падению поля обменного смещения при 300 К по сравнению с плёнкой без прослойки. Поле обменного смещения и коэрцитивная сила оказываются более чувствительными к введению прослойки тантала, чем к уменьшению толщины слоя Ni-Mn. Объяснением данного явления может служить несколько факторов. Наличие немагнитных кластеров не только способно ослаблять межслойное обменное взаимодействие, но и ослаблять эпитаксиальную связь между слоями, что в случае Ni-Mn имеет важнейшее значение для структурного превращения, происходящего в слое Ni-Mn во время отжига. Кроме того, из-за

своей большой массы осаждающиеся атомы тантала способны повреждать нижележащие слои [126].

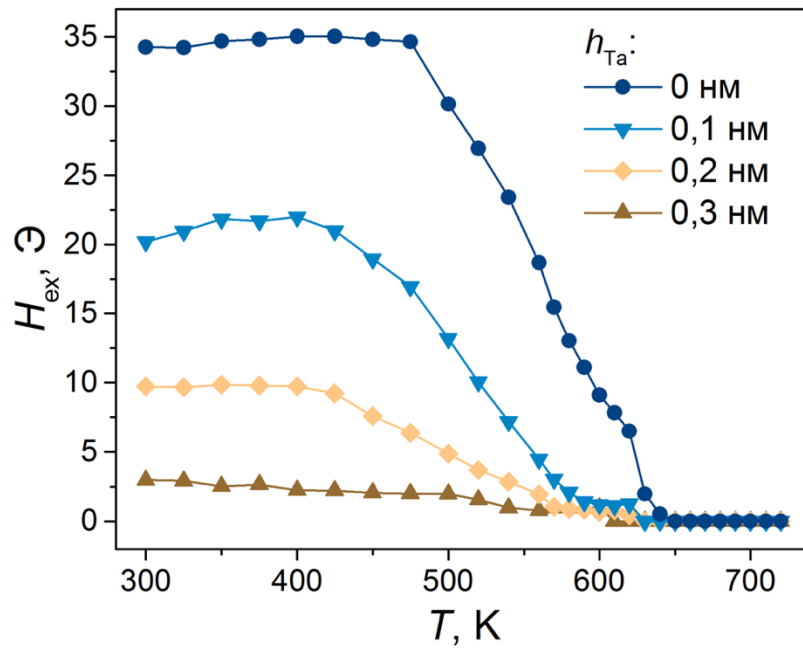


Рисунок 3.19 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} для плёнок Ni-Mn/Ta/Fe-Ni с различной толщиной прослойки тантала h_{Ta} .

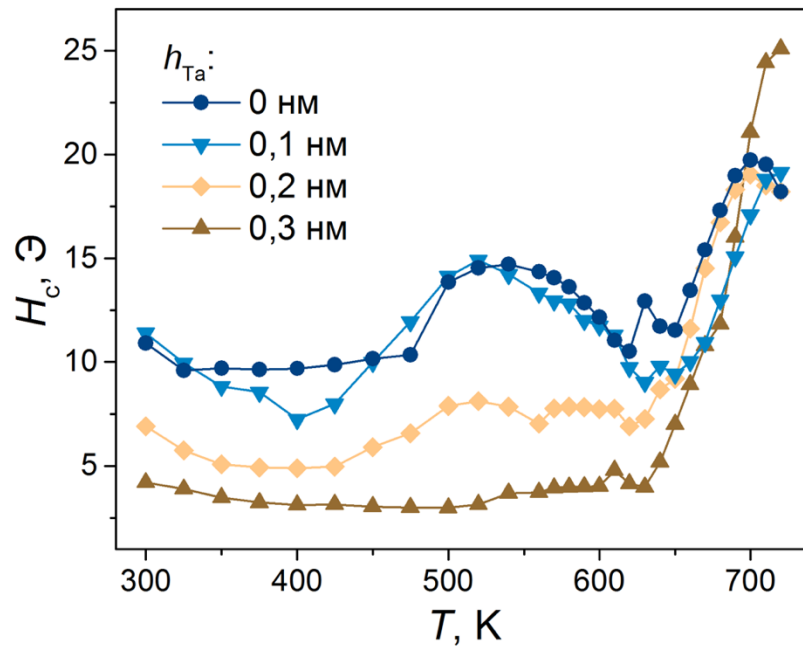


Рисунок 3.20 – Температурные зависимости коэрцитивной силы H_c для плёнок Ni-Mn/Ta/Fe-Ni с различной толщиной прослойки тантала h_{Ta} .

Температура блокировки после введения прослойки тантала также снижается, по-видимому, по схожим с вышеописанными причинам. Обобщённые зависимости поля обменного

смещения H_{ex} , коэрцитивной силы H_c и температуры блокировки T_b от толщины прослойки тантала h_{Ta} в плёнках Ni-Mn/Ta/Fe-Ni представлены на Рисунке 3.21.

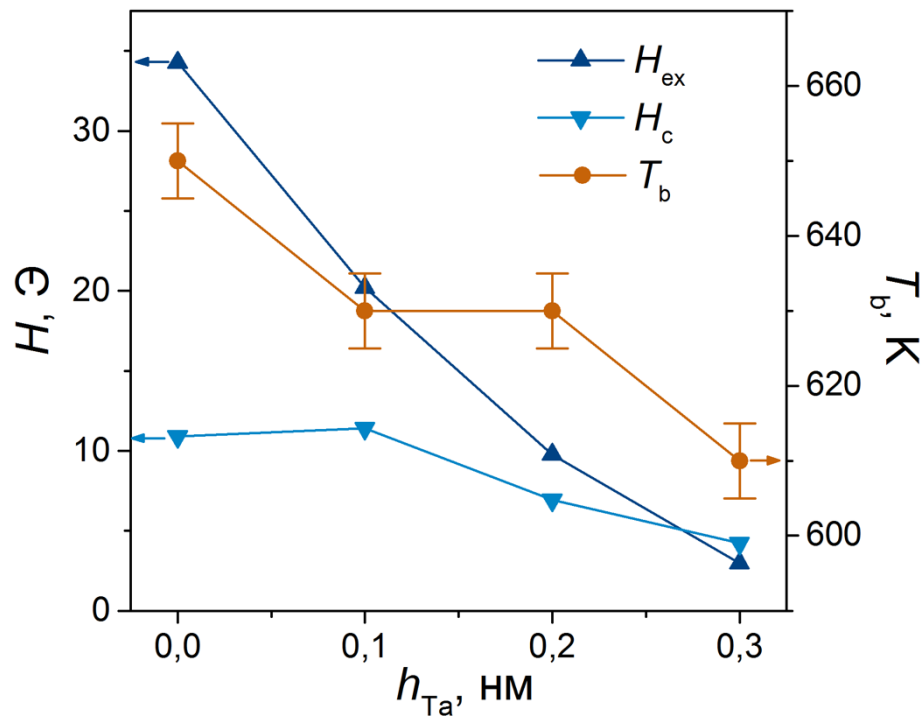


Рисунок 3.21 – Зависимости поля обменного смещения H_{ex} , коэрцитивной силы H_c и температуры блокировки T_b от толщины прослойки тантала h_{Ta} в плёнках Ni-Mn/Ta/Fe-Ni. Значения H_{ex} и H_c приведены для температуры $T = 300$ К.

3.3.3 Влияние других ультратонких магнитных и немагнитных прослоек на обменное смещение в плёнках Fe-Ni /Ni-Mn/Fe-Ni

В результате исследований было установлено, что в образцах до отжига все прослойки кроме прослойки марганца оказывают негативное воздействие на величину сдвига петли (см. Рисунок 3.22, а). Это особенно заметно в случае использования прослойки гадолиния, в случае которой эффект полностью пропадает уже при толщине прослойки $h_s = 0,8$ нм. Возможным объяснением этого факта может быть то, что введение такой прослойки, во-первых, ослабляет обменное взаимодействие между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями, а во-вторых, нарушает эпитаксиальную связь между ними, наличие которой оказывается критичным для существования обменного смещения. Зависимости коэрцитивной силы от толщины прослойки для неотожжённых образцов, представленные на Рисунке 3.22, б, оказываются качественно похожими на поведение H_{ex} . Объяснением этому также могут служить вышеприведённые аргументы.

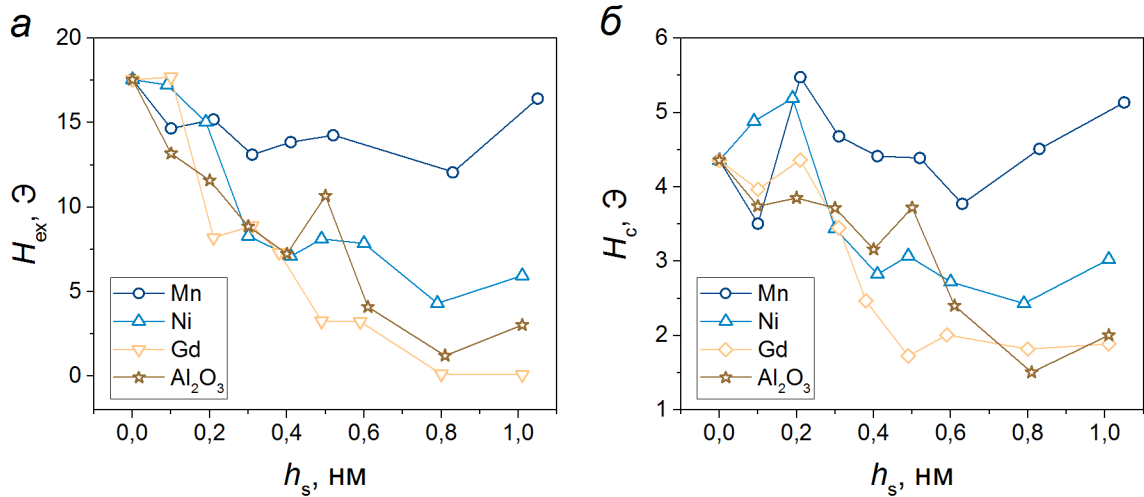


Рисунок 3.22 – Зависимости поля смещения H_{ex} (а) и коэрцитивной силы H_c (б) от толщины прослойки между слоями Ni-Mn и Fe-Ni h_s в исходном состоянии. Материал прослойки указан на рисунке.

Любопытно, что в случае прослойки марганца эффект после отжига оказывается относительно стабильным независимо от толщины прослойки, что скорее всего связано с тем, что исходный состав антиферромагнитного слоя уже пересыщен марганцем относительно равновесной эквиатомной фазы θ -NiMn (см. Рисунок 3.23, а). Любопытно, что введение тонкой прослойки никеля способствует росту величины сдвига петли после отжига образцов при толщинах от 0,5 нм и позволяющему достичь значения H_{ex} , даже превосходящего значение при использовании прослойки марганца. Последняя, согласно некоторым литературным данным, способна в разы увеличивать H_{ex} [118]. Для остальных материалов сохраняется спадающий характер зависимости величины H_{ex} от толщины прослойки.

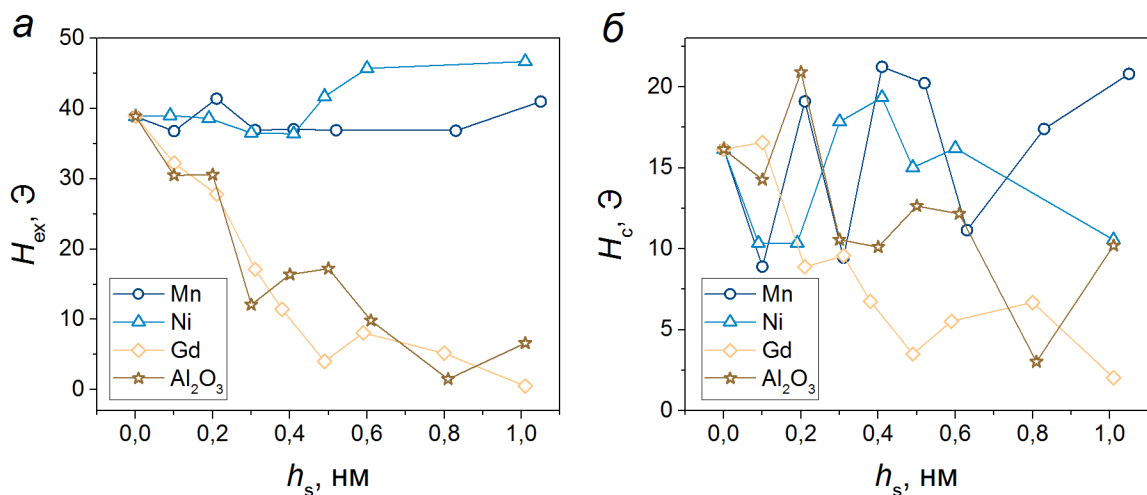


Рисунок 3.23 – Зависимости поля смещения H_{ex} (а) и коэрцитивной силы H_c (б) от толщины прослойки между слоями Ni-Mn и Fe-Ni h_s после отжига при 300 °C в течение 1 ч. Материал прослойки указан на рисунке.

Коэрцитивная сила образцов по-разному изменяется после отжига (см. Рисунок 3.23, б). Существенный рост её уровня относительно неотожжённых образцов может быть следствием как межслойной диффузии, так и следствием формирования более анизотропной антиферромагнитной фазы θ -NiMn, что хорошо видно по H_c образца без прослойки. Поведение H_c в случае прослойки гадолиния качественно схоже с таковым до отжига, что вкупе с зависимостью H_{ex} свидетельствует о том, что данный материал прослойки сильнее других снижает обменную связь между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями. Прослойка Al_2O_3 существенно увеличивает H_c после отжига, вероятно по причине окисления $3d$ -металлов, в особенности марганца. В частности, исследования показывают, что наличие марганца может способствовать высвобождению кислорода из соседствующих слоёв, в которых тот уже находится в устойчивом соединении, в силу меньшей энергии образования MnO [125].

Наличие прослоек никеля и марганца приводит к осциллирующему поведению зависимости коэрцитивной силы от толщины прослойки. Подобное поведение наблюдалось ранее при исследовании образцов с медной прослойкой и было связано авторами с осциллирующей природой обменного интеграла от расстояния между магнитными атомами [130].

Заключение к главе 3

Представленные результаты исследования магнитных и структурных свойств многослойных плёнок, содержащих слои Ni-Mn, позволяют сделать следующие обобщающие выводы.

1) Обменное смещение в плёночных структурах с закреплённым слоем Fe-Ni и с закрепляющим слоем на основе системы Ni-Mn обеспечивается кубической гранецентрированной фазой γ -Ni-Mn или тетрагональной гранецентрированной фазой θ -NiMn. В первом случае температура блокировки составляет 400 K, во втором – 650 K.

2) Фаза γ -Ni-Mn при комнатной температуре является неравновесной и образуется в ограниченной области составов слоя Ni_xMn_{100-x} ($15 \text{ ат.}\% < x < 30 \text{ ат.}\%$ никеля) только при осаждении его на вспомогательный слой с ГЦК-кристаллической структурой, такой как слой Fe-Ni. Образование фазы θ -NiMn происходит вне зависимости от наличия вспомогательных слоёв после отжига плёночной структуры при температурах $300 \div 400 \text{ }^\circ\text{C}$. Концентрация фазы θ -NiMn зависит от состава слоя Ni_xMn_{100-x} и монотонно убывает с увеличением x в диапазоне $15 \div 60 \text{ ат.}\%$ никеля.

3) Обменное смещение, реализуемое за счёт обменной связи Fe-Ni с фазой γ -Ni-Mn, характеризуется относительно малой величиной, монотонно убывает с увеличением температуры и сопровождается невысоким магнитным гистерезисом, не имеющим ярко выраженных температурных изменений. Предполагается, что в данном случае главным фактором, определяющим температурную чувствительность гистерезисных свойств слоя пермаллоя, является наличие в антиферромагнитном слое распределения по размеру зёрен и, следовательно, температурам блокировок.

4) Фаза θ -NiMn обеспечивает большой по величине сдвиг петли гистерезиса, но приводит и к большей величине коэрцитивной силы. Зависимости поля обменного смещения и коэрцитивной силы от температуры имеют специфический немонотонный характер. Предполагается, что в их формировании важную роль также распределение зёрен антиферромагнетика по температурам блокировок.

В результате проведённого исследования установлены качественные и количественные закономерности влияния буферного слоя пермаллоя на свойства плёнок типа Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni с различным содержанием никеля ($x = 9 \div 49$ ат.%) в слое Ni-Mn. Установлено, что во всех плёнках наличие буферного слоя Fe-Ni приводит к образованию фазы γ -Ni-Mn. В плёнке с $x = 49$ ат.% при комнатной температуре она находится в парамагнитном, а в плёнках с $x = 27$ ат.% и $x = 9$ ат.% в антиферромагнитном состояниях. Причём в последнем случае ($x = 9$ ат.%) её концентрация существенно неоднородна по толщине слоя Ni-Mn.

В результате исследования плёнок Ni-Mn/Fe-Ni с уменьшенной толщиной антиферромагнитного слоя и плёнок Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni с прослойками между АФМ и ФМ слоями было установлено следующее.

1) Температурная стабильность обменного смещения, характерная для отожжённых плёнок Ni-Mn/Fe-Ni, сохраняется даже при уменьшении толщины антиферромагнитного слоя до 12 нм. Понижение толщины слоя Ni-Mn приводит к постепенному уменьшения поля обменного смещения H_{ex} и температуры блокировки T_b . Величина H_c же проявляет относительно стабильный уровень.

2) Введение ультратонкой прослойки тантала приводит к достаточно резкому снижению H_{ex} и H_c . Так при толщине прослойки $h_{Ta} = 0,3$ нм значение H_{ex} оказывается на порядок ниже такового в случае образца без прослойки. При этом температурная стабильность обменного смещения таких образцов сохраняется, несмотря на некоторое уменьшение величины T_b с ростом толщины прослойки. Введения ультратонкой прослойки тантала, как и прослоек гадолиния и Al_2O_3 , также приводящих к уменьшению H_{ex} и H_c для образцов как в исходном состоянии, так и после отжига, вероятнее всего, не только ослабляет межслойное обменное взаимодействие, но и

эпитаксиальную связь, необходимую для формирования высокотемпературной антиферромагнитной фазы θ -NiMn.

Результаты, представленные в данной главе диссертации, были опубликованы в работах [A1-A3] списка публикаций по теме диссертации.

4 СТРУКТУРНЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЁНКАХ Ni-Mn/Fe-Ni

4.1 Влияние отжига на структурные свойства однослойных плёнок Ni-Mn

Появление термически устойчивого эффекта обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni после отжига связано с формированием антиферромагнитной фазы θ -NiMn. Как было показано ранее этот процесс может происходить как путём кристаллизации из рентгеноаморфного состояния слоя Ni-Mn, так и путём декомпозиции неупорядоченной антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn. Для лучшего понимания структурных преобразований, происходящих в слое Ni-Mn во время отжига, необходимо изучить его влияние на плёнки Ni-Mn, в которых нет соседствующего слоя Fe-Ni. Такое исследование также позволило бы установить роль слоя Fe-Ni в них. С данной целью были получены образцы Ta (5 нм)/Ni_xMn_{100-x} (50 нм)/Ta (5 нм). До и после отжига в вакуумной камере при температуре $T = 300$ °C в течение 1 ч, образцы были изучены методом рентгеновской дифракции. Также методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) были изучены подобные образцы, осаждённые на кристаллы NaCl.

Результаты рентгеноструктурного анализа (РСА) неотожжённых образцов в стандартной геометрии θ -2 θ и геометрии скользящего падения первичного пучка (GIXRD) представлены на Рисунке 4.1. Использование данной геометрии позволяет получить существенно более интенсивный сигнал от образца, а также выявить присутствие текстуры. В отличие от стандартной геометрии θ -2 θ , при использовании геометрии GIXRD рентгеновская дифракция происходит не только от кристаллографических плоскостей, лежащих в геометрической плоскости образца. Таким образом отсутствие некоторых пиков на дифрактограмме, полученной в геометрии GIXRD, и присутствие на дифрактограмме, полученной в геометрии θ -2 θ , может свидетельствовать о наличии текстуры в плоскости образца.

Полученные дифракционные спектры показывают, что все образцы в исходном состоянии находятся в рентгеноаморфном состоянии. На всех спектрах наблюдаются по два слабых рефлекса, соответствующих отражениям плоскостей (011) β -Ta (цифра 1 на Рисунке 4.1, $\sim 42^\circ$) и (111) γ -Ni-Mn (цифра 2 на Рисунке 4.1, $\sim 49,5^\circ$). Данные результаты согласуются с данными РСА для плёнок Ni-Mn/Fe-Ni, в которых в исходном, неотожжённом состоянии обменное смещение не наблюдается. Широкие рефлексы, расположенные на углах $\sim 28^\circ$ и $\sim 75^\circ$ являются аморфными гало от стеклянной подложки.

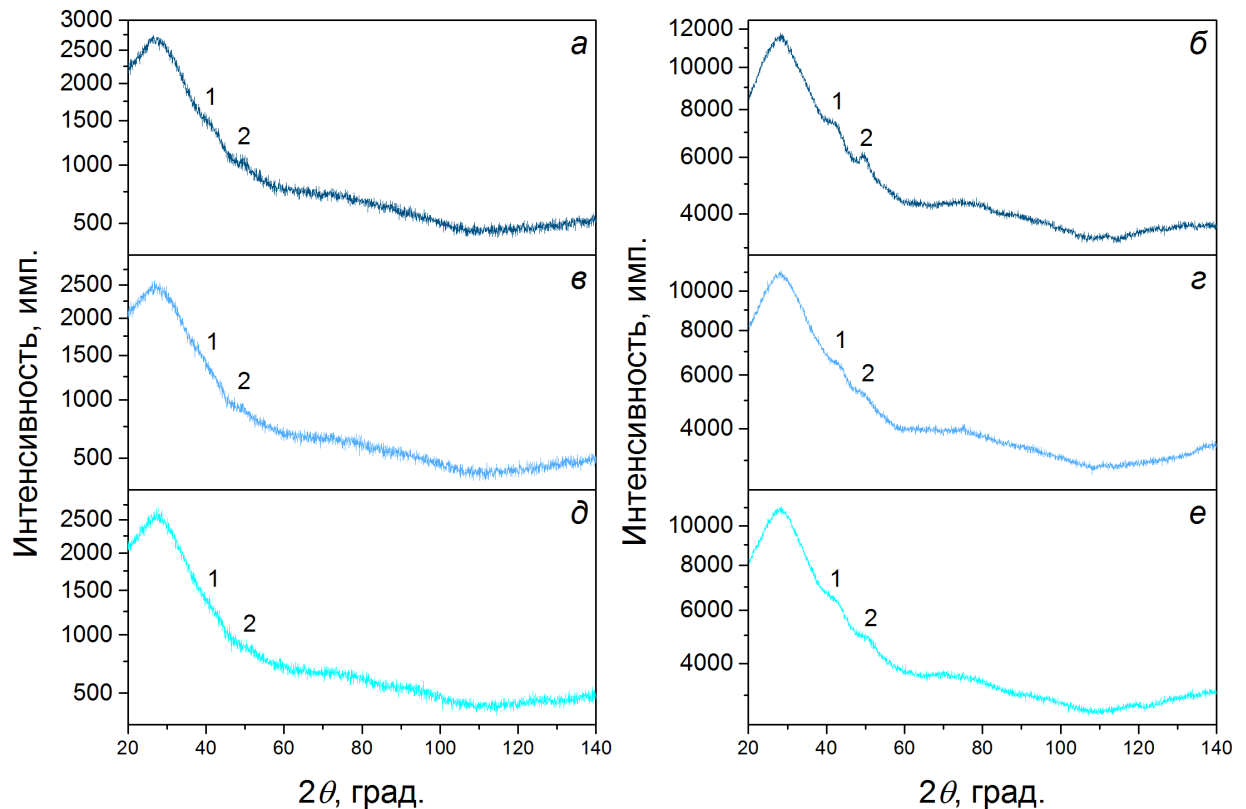


Рисунок 4.1 – Рентгеновские дифрактограммы образцов $\text{Ni}_9\text{Mn}_{91}$ (*a*, *б*), $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (*в*, *з*), $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$ (*д*, *е*) в исходном состоянии, полученные в стандартной геометрии θ - 2θ (левый столбец) и геометрии скользящего падения первичного пучка GIXRD (правый столбец). Использовано излучение $\text{Co } K_\alpha$, шкала интенсивности дана в масштабе квадратного корня. Цифрами 1 и 2 на рисунках обозначены пики, соответствующие плоскостям (011) β -Ta и (111) γ -Ni-Mn соответственно.

Несколько большей степенью кристаллизованности отличается образец $\text{Ni}_9\text{Mn}_{91}$, о чём свидетельствует более выраженный пик (111) γ -Ni-Mn (цифра 2 на Рисунке 4.1, *a*, *б*, $\sim 49,5^\circ$). Существенно лучше данный факт иллюстрирует дифрактограмма, полученная в геометрии GIXRD (Рисунок 4.1, *б*). Наиболее разумным объяснением этому служит тот факт, что данные образцы были получены с наименьшей, относительно других, скоростью осаждения слоя Ni-Mn ($0,74 \text{ \AA/s}$ против $1,13 \text{ \AA/s}$ и $1,47 \text{ \AA/s}$ для $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ и $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$ соответственно). По-видимому, при более низкой скорости осаждения своеобразный эффект закалки, характерный для плёнок, осаждаемых на охлаждаемую подложку методом магнетронного распыления, оказывается менее выраженным. Также аморфизирующим эффектом на Ni-Mn по данным предыдущих исследований обладает подслоя тантала [131]. Рентгеноаморфное состояние неотожжённых образцов также подтверждается данными ПЭМ. Светлопольное изображение образца $\text{Ni}_{15}\text{Mn}_{85}$ в

исходном состоянии, приведённое на Рисунке 4.2, показывает наличие зёрен латерального размера порядка единиц нанометра в аморфной матрице.

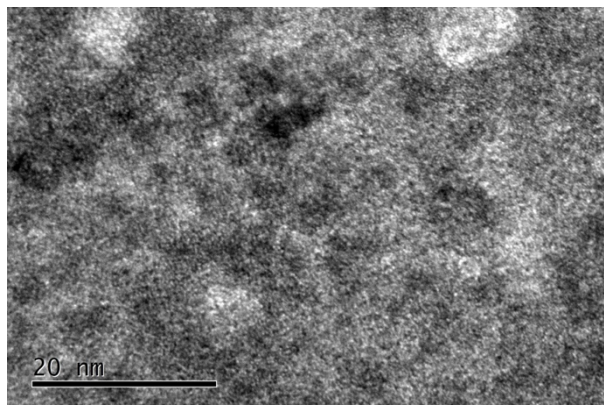


Рисунок 4.2 – Светлопольное изображение участка образца $\text{Ni}_{15}\text{Mn}_{85}$ в исходном состоянии, полученное методом просвечивающей электронной микроскопии.

Изменения в кристаллической структуре образцов в результате отжига оказываются крайне слабовыраженными. Тем не менее отжиг способствует некоторой кристаллизации образцов. Свидетельством этого являются несколько более выраженные пики, соответствующие слою Ni-Mn, наблюдаемые на рентгеновских спектрах отожжённых образцов, приведённых на Рисунке 4.3. Наибольшее различие в спектрах исходного состояния и после отжига наблюдается в случае образца $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$, соответствующего составу равновесной фазы θ -NiMn. Положение пиков после отжига оказывается между положениями, соответствующими пикам (111) γ -Ni-Mn и θ -NiMn. Это может свидетельствовать о сосуществовании двух фаз из-за незавершённого структурного превращения. Приведённое на Рисунке 4.4 светлопольное изображение плёнки $\text{Ni}_{15}\text{Mn}_{85}$, отожжённой при $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$, показывает, что в некоторых участках образца могут наблюдаться более крупные кристаллиты, чем это было в исходном состоянии плёнки. На приведённом рисунке также можно увидеть признаки двойникования, характерного для растущих зёрен θ -NiMn.

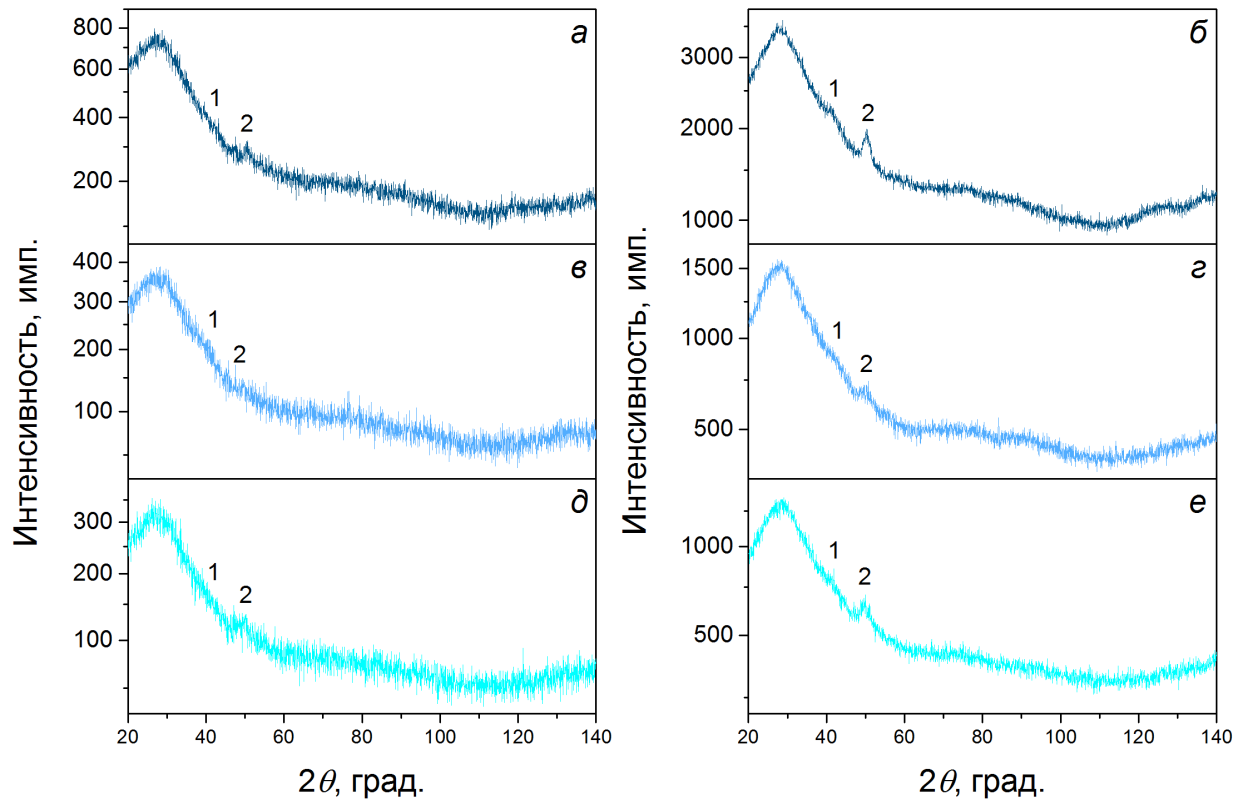


Рисунок 4.3 – Рентгеновские дифрактограммы образцов $\text{Ni}_9\text{Mn}_{91}$ (a, б), $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (в, з), $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$ (д, е) после часового отжига при 300 °С, полученные в стандартной геометрии θ - 2θ (левый столбец) и геометрии скользящего падения первичного пучка GIXRD (правый столбец). Использовано излучение $\text{Co } K_\alpha$, шкала интенсивности дана в масштабе квадратного корня. Цифрами 1 и 2 на рисунках обозначены пики, соответствующие плоскостям (011) β -Ta и (111) θ -NiMn соответственно.

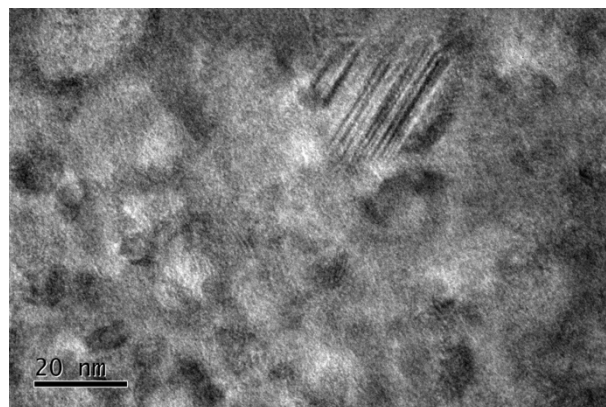


Рисунок 4.4 – Светлопольное изображение участка образца $\text{Ni}_{15}\text{Mn}_{85}$ после часового отжига при $T = 300$ °С, полученное методом просвечивающей электронной микроскопии.

4.2 Исследование структурных преобразований в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C

В данном параграфе представлено исследование магнитных и структурных свойств плёнок Fe-Ni (5 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) и Fe-Ni (40 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (5 нм), которые далее по тексту также будут называться плёнками со стандартной и обратной конфигурациями соответственно. Данное исследование было поставлено с целью установить влияние отжига при относительно низкой температуре $T = 250$ °C длительностью 1 ч на формирование обменного смещения. Сравнение же плёнок стандартной и обратной конфигурации позволяет получить дополнительную информацию о роли буферного слоя Fe-Ni и порядка осаждения слоёв в процессе формирования антиферромагнитной фазы θ -NiMn.

4.2.1 Магнитные свойства плёнок Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C

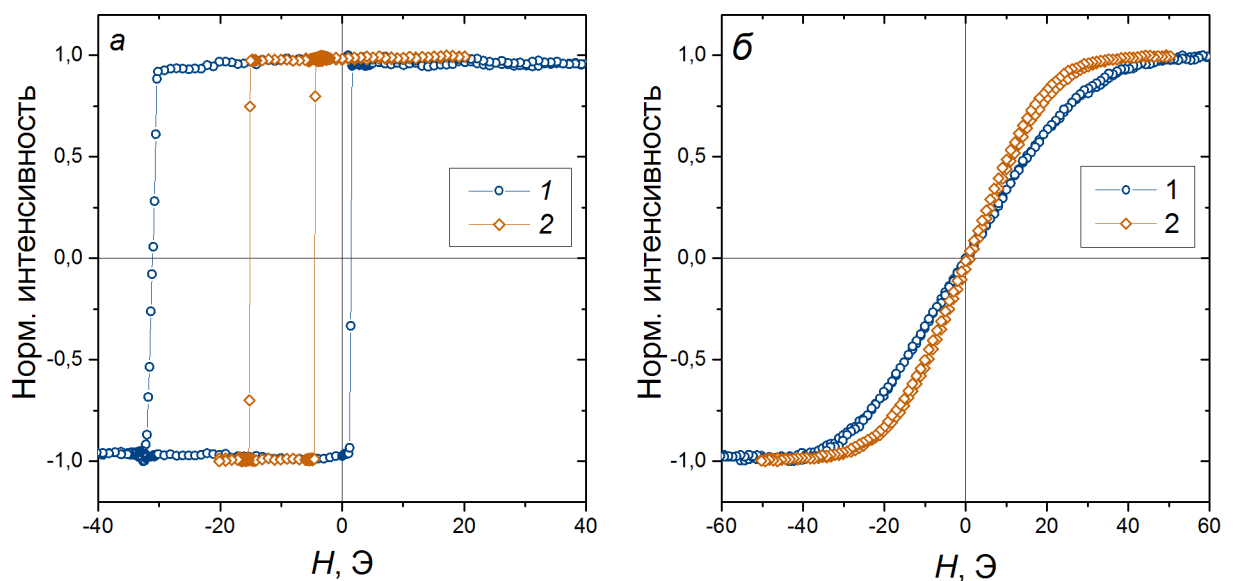


Рисунок 4.5 – Магнитооптические петли гистерезиса образцов Fe-Ni (5 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) (1) и Fe-Ni (40 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (5 нм) (2) вдоль лёгкого направления (а) и перпендикулярно ему (б). Образцы были отожжены при 250 °C в течение 1 ч.

Магнитооптические петли гистерезиса образцов, измеренные вдоль направления технологического поля, в процессе отжига, формировавшего направление лёгкого намагничивания, как показано на Рисунке 4.5, а характеризуются прямоугольной формой и соответствуют сигналу от слоя Fe-Ni толщиной 40 нм. В случае образца стандартной конфигурации измерения проводились со стороны плёнки, в то время как в случае образца обратной конфигурации – со стороны стекла. Поле обменного смещения и коэрцитивная сила

двух образцов оказываются существенно различными. Для образца стандартной конфигурации величины $H_{ex} = 15$ Э и $H_c = 14$ Э оказываются заметно больше, чем для образца обратной конфигурации – $H_{ex} = 10$ Э, $H_c = 6$ Э. Важно отметить, что ни в случае измерения петель гистерезиса в больших полях, ни в случае измерения с другой стороны плёнки, также, как и в случае измерения с помощью вибромагнитометра, магнитный сигнал от тонкого слоя Fe-Ni толщиной 5 нм не регистрируется.

Магнитооптические петли гистерезиса, измеренные вдоль трудной оси, как показано на Рисунке 4.5, б оказываются практически безгистерезисными и характеризуются различным углом наклона и полем анизотропии для двух образцов. В случае образца стандартной конфигурации последнее оказывается несколько выше, чем у образца обратной конфигурации (~38 Э и ~52 Э соответственно), что также свидетельствует о более сильной однонаправленной анизотропии в первом.

4.2.2 Температурное поведение обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C

Температурное поведение гистерезисных свойств двух образцов позволяет получить дополнительную информацию о структурных преобразованиях, происходящих в образцах во время отжига при 250 °C. Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c в случае образца стандартной конфигурации, представленные на Рисунке 4.6, оказываются отличными как от таковых для образца в исходном состоянии, так и после отжига при 300 °C (см. Рисунки 3.6 и 3.7). В то время как H_{ex} монотонно спадает вплоть до достижения температуры блокировки $T_b = 540$ К, H_c обнаруживает максимум при температуре $T = 320$ К, локальный максимум же вблизи T_b , характерный для поликристаллических плёнок, отсутствует. Возможно, наиболее интересным оказывается значение T_b , являющееся промежуточным между таковым как для плёнок в исходном состоянии ($T_b \approx 400$ К ÷ 450 К), так и для плёнок после часового отжига при 300 °C ($T_b \approx 650$ К). Данные факты в совокупности позволяют предположить, что в ходе часового отжига при 250 °C структурное преобразование γ -Ni-Mn в θ -NiMn оказывается неполным, что, вероятно, приводит к сосуществованию зёрен двух фаз.

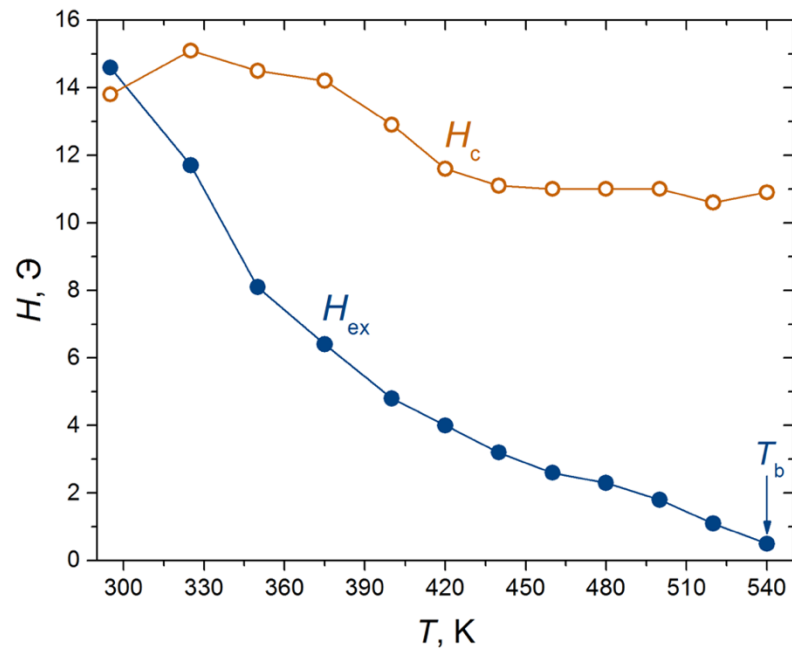


Рисунок 4.6 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c образца Fe-Ni (5 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм).

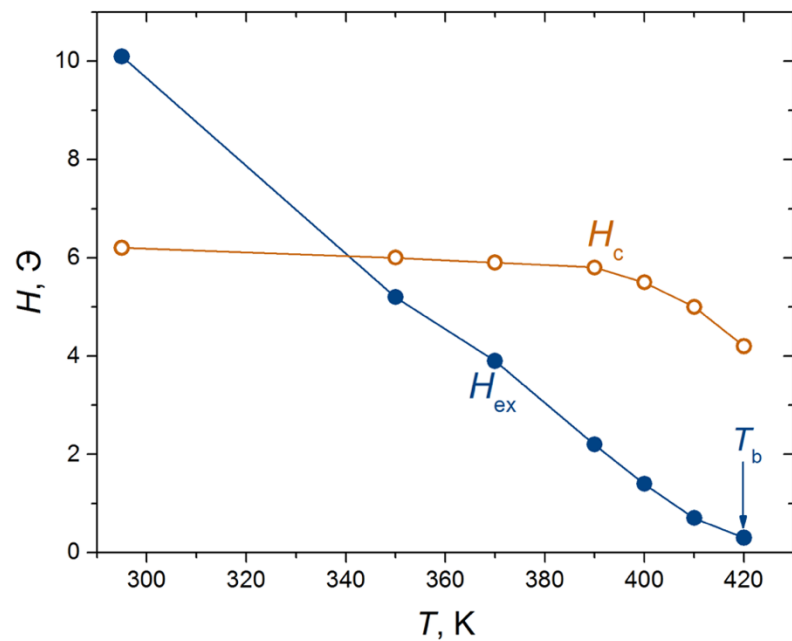


Рисунок 4.7 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c образца Fe-Ni (40 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (5 нм).

Значение $T_b = 540$ К, по-видимому, является следствием того, что зёрна θ -NiMn либо не обладают достаточным объёмом, чтобы закреплять намагниченность Fe-Ni при более высоких температурах, либо являются недостаточно упорядоченными в рамках сверхструктуры $L1_0$, что

может ослаблять магнитную анизотропия антиферромагнетика. Наиболее правдоподобным вариантом кажется комбинация этих двух факторов.

Температурные зависимости H_{ex} и H_c образца обратной конфигурации, представленные на Рисунке 4.7, проявляют характер практически идентичный таковому для неотожжённых образцов Fe-Ni (5 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм). Обе величины монотонно спадают с ростом температуры, температура блокировки образца оказывается равной $T_b = 420$ К, что хорошо согласуется с поведением обменного смещения, связанного с наличием антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn. Значение T_b совпадает с температурой Нееля γ -Ni-Mn при данной концентрации равной $T_N \approx 420$ К. Существенное отличие от неотожжённых плёнок Fe-Ni (5 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) заключается в отсутствии максимума H_c вблизи T_b . Подобное наблюдение справедливо и для температурной зависимости H_c образца стандартной конфигурации (см. Рисунок 4.6). Значение $H_c \approx 4$ Э при $T = 420$ К, по меньшей мере в два раза превышающее значение, характерное для плёнки Ta/Fe-Ni (40 нм)/Ta, наиболее вероятно свидетельствует о сохранении антиферромагнитного упорядочения в слое Ni-Mn. Это оказывается вполне возможным, если допустить существование малых по размеру и неполностью упорядоченных зёрен θ -NiMn.

4.2.3 Структурные свойства плёнок Ni-Mn/Fe-Ni после отжига при 250 °C

Результаты рентгеноструктурного анализа (РСА) подтверждают выдвинутую ранее гипотезу о сосуществовании двух антиферромагнитных фаз Ni-Mn в образцах после часового отжига при 250 °C. Разложение спектров образцов на составляющие в представлении о существовании трёх магнитных фаз – Fe-Ni, γ -Ni-Mn и θ -NiMn – изображены на Рисунках 4.8 и 4.9

Согласно результатам РСА, как в том, так и в другом образце структурное преобразование γ -Ni-Mn в θ -NiMn оказывается неполным. В случае образца стандартной конфигурации соотношение интегральных площадей пиков (111) двух фаз Ni-Mn позволяет оценить процентное содержание γ -Ni-Mn и θ -NiMn в слое Ni-Mn как 41,6 % и 58,4 % соответственно. В случае образца обратной конфигурации содержание двух антиферромагнитных фаз γ -Ni-Mn и θ -NiMn может быть оценено как 87,1 % и 12,9 % соответственно.

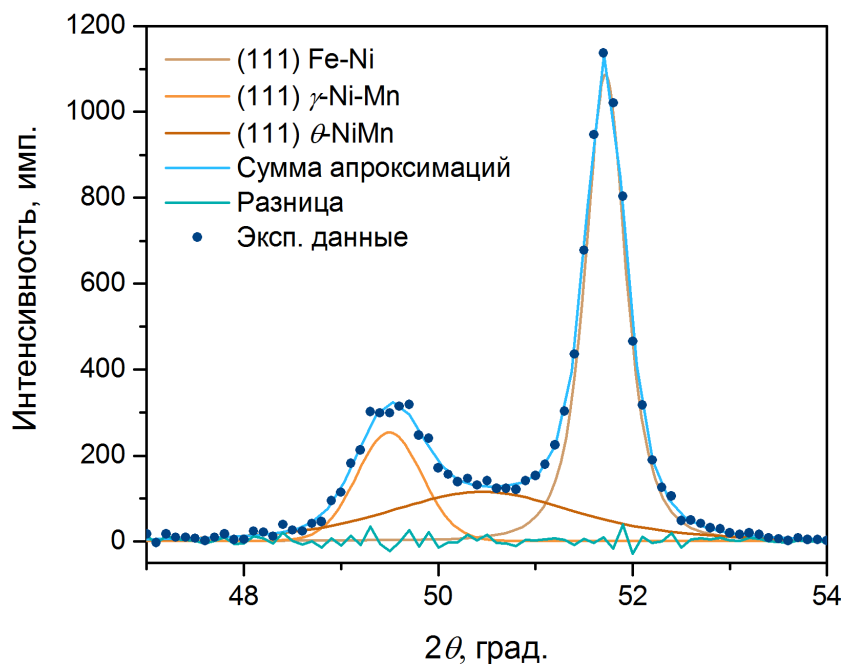


Рисунок 4.8 – Рентгеновская дифрактограмма образца Fe-Ni (5 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм). Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Co } K_\alpha$.

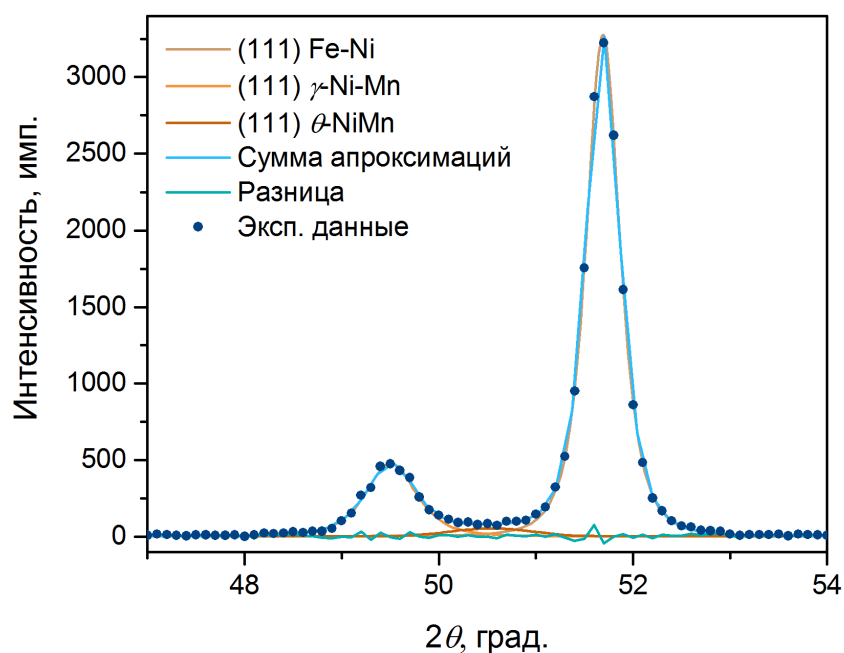


Рисунок 4.9 – Рентгеновская дифрактограмма образца Fe-Ni (40 нм)/Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (5 нм). Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Co } K_\alpha$.

Таким образом, содержание упорядоченной антиферромагнитной фазы θ -NiMn напрямую коррелирует с магнитными свойствами образцов. Чем больше оказывается объём фазы θ -NiMn,

тем выше значения H_{ex} , H_c и T_b . Степень завершённости преобразования γ -Ni-Mn в θ -NiMn вероятнее всего связана с силой эпитаксиальной связи между слоями Ni-Mn и Fe-Ni. Кристаллическая структура ГЦК, характеризующая γ -Ni-Mn, передаётся слою Ni-Mn посредством эпитаксиального роста зёрен. При стандартной конфигурации образца эта связь оказывается слабее, так как буферный слой Fe-Ni толщиной 5 нм ещё не обладает тем уровнем текстуры, который формируется при достижении им толщины 40 нм. Слой же Ni-Mn сохраняет свою структуру лишь в силу этой эпитаксиальной связи. Тем самым сила такой эпитаксиальной связи с осаждаемым на него слоем Fe-Ni толщиной 40 нм также оказывается слабее, чем в случае образца обратной конфигурации.

4.3 Роль структурных преобразований в формировании и исчезновении обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni

Существование множества противоречивых данных об условиях отжига, необходимого для формирования антиферромагнитной фазы θ -NiMn, является не единственным мотивом для исследования структурных преобразований в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni. На Рисунке 4.10 представлены петли гистерезиса образцов $Ni_{29}Mn_{71}$ (20 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм) с буферным слоем Fe-Ni толщиной 5 нм (левая колонка) и без него (правая колонка).

В исходном состоянии сдвиг петли гистерезиса наблюдается лишь у образца, в котором присутствует буферный слой Fe-Ni. Более того, петля гистерезиса образца без буферного слоя обладает коэрцитивной силой $H_c = 2,5$ Э, скорее характерной для однослойной плёнки Fe-Ni. Несмотря на существенно различные свойства в исходном состоянии, после часового отжига при 300°C образцы проявляют сопоставимые значения поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы $H_c - H_{ex} = 22,4$ Э, $H_c = 12,2$ Э для образца с буферным слоем Fe-Ni и $H_{ex} = 22,0$ Э, $H_c = 13,8$ Э для образца без такового. Что ещё более поразительно, после последующего накапливающегося отжига образцов при температурах до 375°C , что примерно соответствует значению их температуры блокировки T_b , петли гистерезиса двух образцов становятся практически идентичными. Обменное смещение после такого отжига не наблюдается, а коэрцитивная сила заметно возрастает и принимает значение $H_c = 26,7$ Э.

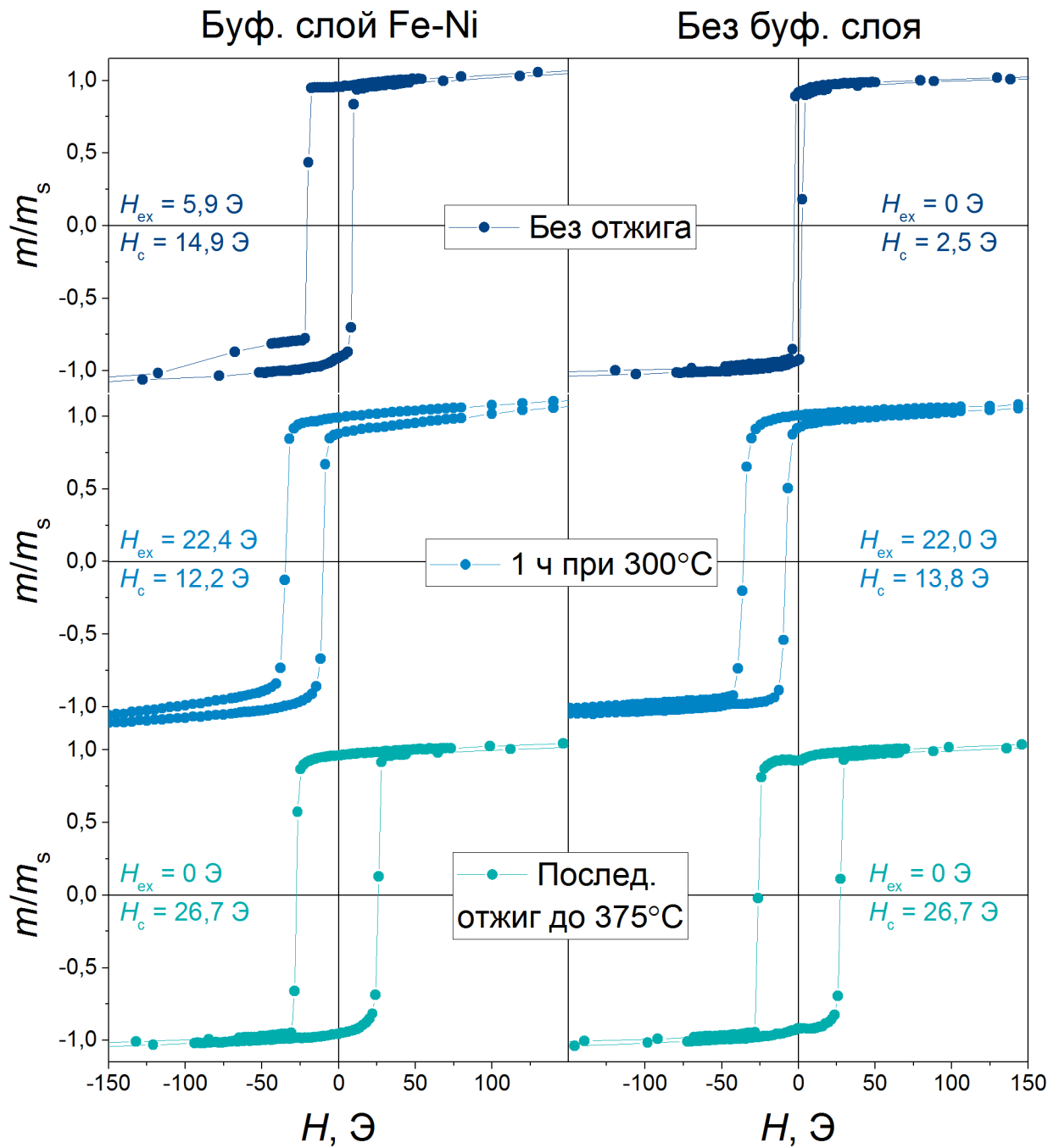


Рисунок 4.10 – Магнитометрические петли гистерезиса образцов $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) с буферным слоем Fe-Ni толщиной 5 нм (левая колонка) и без него (правая колонка). На рисунке приведены значения поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c , а также параметры отжига образцов.

Данное наблюдение наталкивает на предположение, что необратимое исчезновение обменного смещения в плёнках Ni-Mn при достижении ими T_b связано со структурными преобразованиями, происходящими в плёнках. В пользу данной гипотезы свидетельствует и температурное поведение гистерезисных свойств образцов. На Рисунке 4.11 представлены температурные зависимости H_{ex} , H_c и спонтанной намагниченности m_s , нормированной на своё

значение при комнатной температуре, образцов Ni-Mn (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм). Образцы отличаются составом слоя Ni-Mn и наличием буферного слоя Fe-Ni толщиной 5 нм.

Образцы показывают различный уровень H_{ex} и H_c в зависимости от своей конфигурации, различие в характеристиках коррелирует с составом слоя Ni-Mn. При подробном рассмотрении можно заметить присутствие следующих закономерностей в температурном поведении данных характеристик. Так пик H_c вблизи $T = 520$ К, наблюдаемый для образцов с антиферромагнитными слоями Ni₉Mn₉₁ и Ni₂₉Mn₇₁, отсутствует в образцах со слоем Ni₄₈Mn₅₂, в которых эффект обменного смещения выражен существенно слабее. По-видимому, данный пик H_c связан с поликристаллической природой образцов. Данная температура приблизительно соответствует середине наклонного участка зависимости $H_{ex}(T)$ при $T > 400$ К, таким образом, при данной температуре максимальное количество антиферромагнитных зёрен в силу возрастающих термических флуктуаций вносят вклад не в H_{ex} , а в H_c , уже достигнув своего значения T_b , но всё ещё являясь антиферромагнитными.

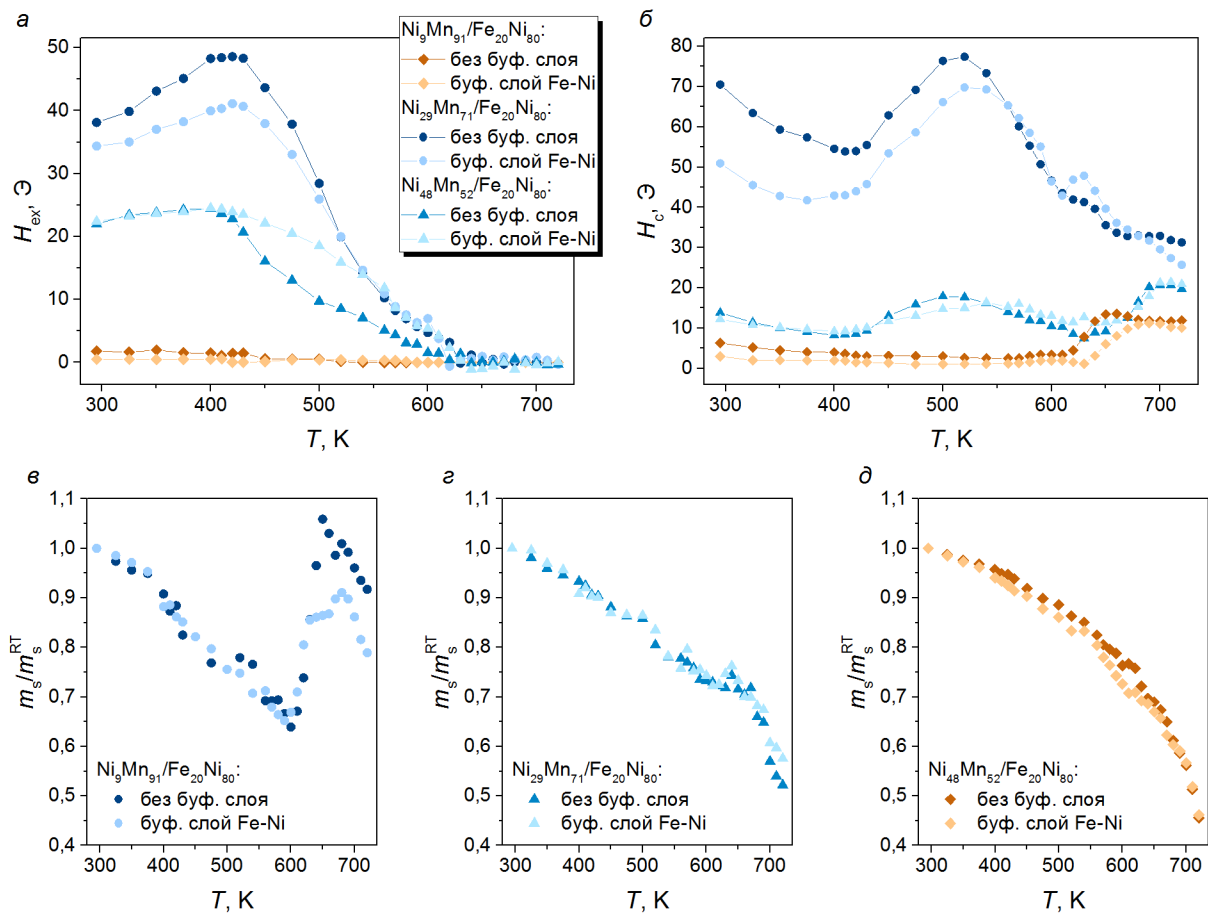


Рисунок 4.11 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} (а), коэрцитивной силы H_c (б) и спонтанной намагниченности m_s , нормированной на своё значение при комнатной температуре, (в, г, д) образцов Ni-Mn (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм). Состав слоя Ni-Mn и наличие буферного слоя Fe-Ni толщиной 5 нм отмечены на рисунке.

Наблюдаемый в области исчезновения обменного смещения при $T > 600$ К рост H_c коррелирует с наблюдаемым на температурных зависимостях m_s ростом намагниченности. Последний особенно ярко выражен в случае образцов с антиферромагнитным слоем $\text{Ni}_9\text{Mn}_{91}$. Так в случае образца $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) значение m_s при $T = 650$ К даже превосходит таковое при комнатной температуре. Любопытно, что подобный рост присутствует даже у образцов со слоем $\text{Ni}_{48}\text{Mn}_{52}$. Эти факты, вероятнее всего, свидетельствуют о структурных преобразованиях, происходящих при данных температурах и, как следствие, сопровождающихся изменениями магнитных свойств образцов.

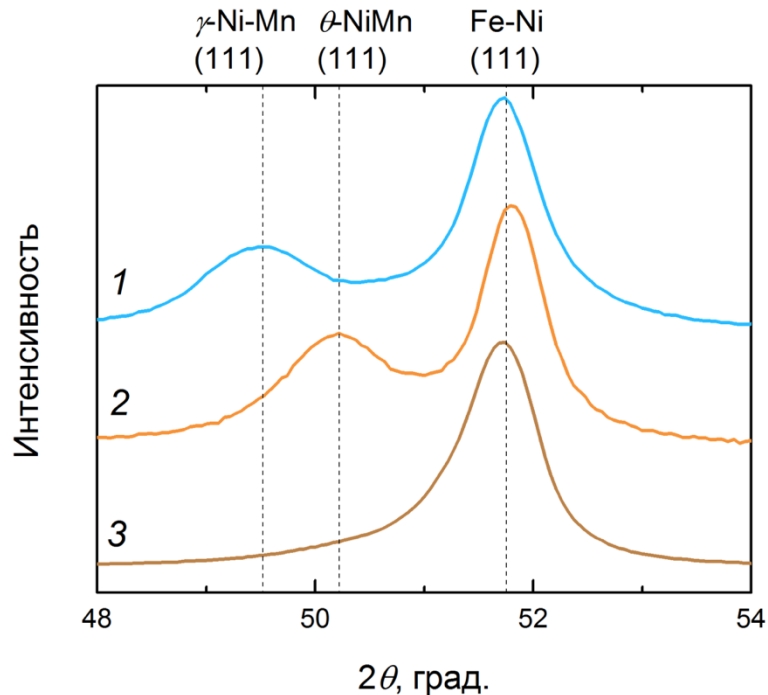


Рисунок 4.12 – Рентгеновские дифрактограммы образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (5 нм)/ $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) в исходном состоянии (1), после часового отжига при 300°C (2) и часового отжига при 350°C (3). Шкала интенсивности дана в логарифмическом масштабе. Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Co } K_\alpha$.

Данные рентгеноструктурного анализа образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (5 нм)/ $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), приведённые на Рисунке 4.12, свидетельствуют в пользу данной гипотезы. Как видно из рисунка, характерный для отожжённого при $T = 300^\circ\text{C}$ образца пик (111) $\theta\text{-NiMn}$, формирующийся путём структурного преобразования из (111) $\gamma\text{-Ni-Mn}$, отсутствует на спектре образца, отожжённого при $T = 350^\circ\text{C}$. Пик, соответствующий плоскости (111) Fe-Ni , оказывается очевидно асимметричным. Наблюдаемая картина свидетельствует о существовании некоторой дополнительной фазы, которая, возможно, образуется в результате декомпозиции $\theta\text{-NiMn}$.

С целью установить роль структурных преобразований в формировании и декомпозиции $\theta\text{-NiMn}$, и, как следствие, в возникновении и исчезновении обменного смещения в

поликристаллических плёнках Ni-Mn/Fe-Ni с помощью рентгеновской дифрактометрии и вибрационной магнитометрии при повышенных температурах был проведён следующий *in situ* эксперимент. Полученная в результате эксперимента временная эволюция рентгеновских дифрактограмм образца Fe₂₀Ni₈₀ (5 нм)/Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм) представлена на Рисунке 4.13.

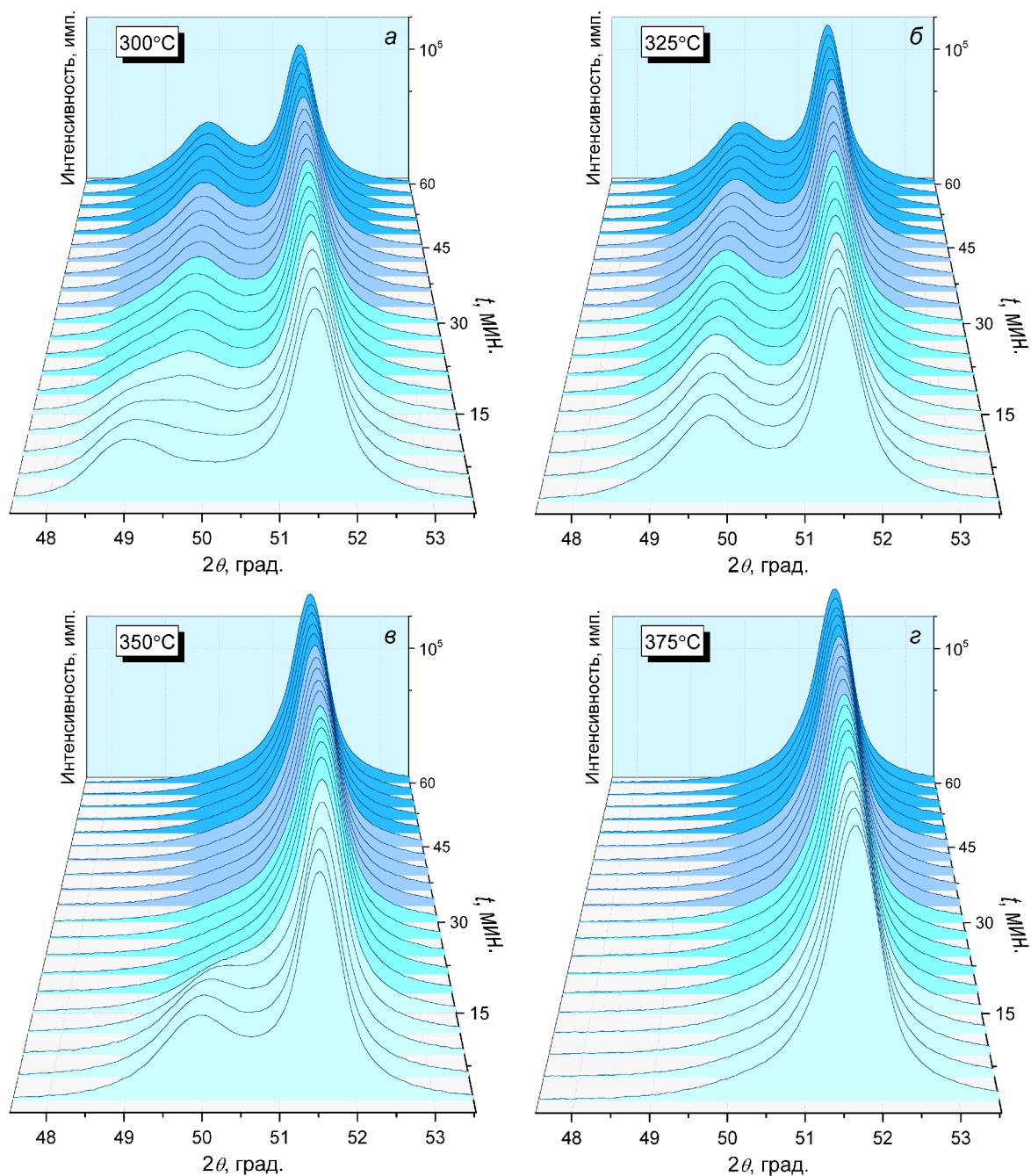


Рисунок 4.13 – Временная эволюция рентгеновских дифрактограмм образца Fe₂₀Ni₈₀ (5 нм)/Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм) при температурах 300 °C (а), 325 °C (б), 350 °C (в) и 375 °C (г). Шкала интенсивности приведена в логарифмическом масштабе. Использована геометрия θ - 2θ , излучение Co K_α .

Неотожжённые образцы $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) с буферным слоем Fe-Ni (5 нм) и без такового помещались в вакуумную камеру или шахту соответствующей установки, в которой непрерывно, без разгерметизации происходили измерения рентгеновских дифрактограмм и петель магнитного гистерезиса. Измерения проходили в течение 60 мин при каждой из последовательно возрастающих температур – 300 °C, 325 °C, 350 °C и 375 °C.

При рассмотрении Рисунка 4.13 можно заметить, что при $T = 300$ °C происходит смещение пика, соответствующего плоскости (111) неупорядоченной антиферромагнитной фазы $\gamma\text{-Ni-Mn}$, в положение, соответствующее такой плоскости упорядоченной антиферромагнитной фазы $\theta\text{-NiMn}$. Для получения количественных характеристик изменений в полученных спектрах, они были разложены на составляющие. Пример соответствующего разложения спектра образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (5 нм)/ $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) представлен на Рисунке 4.14.

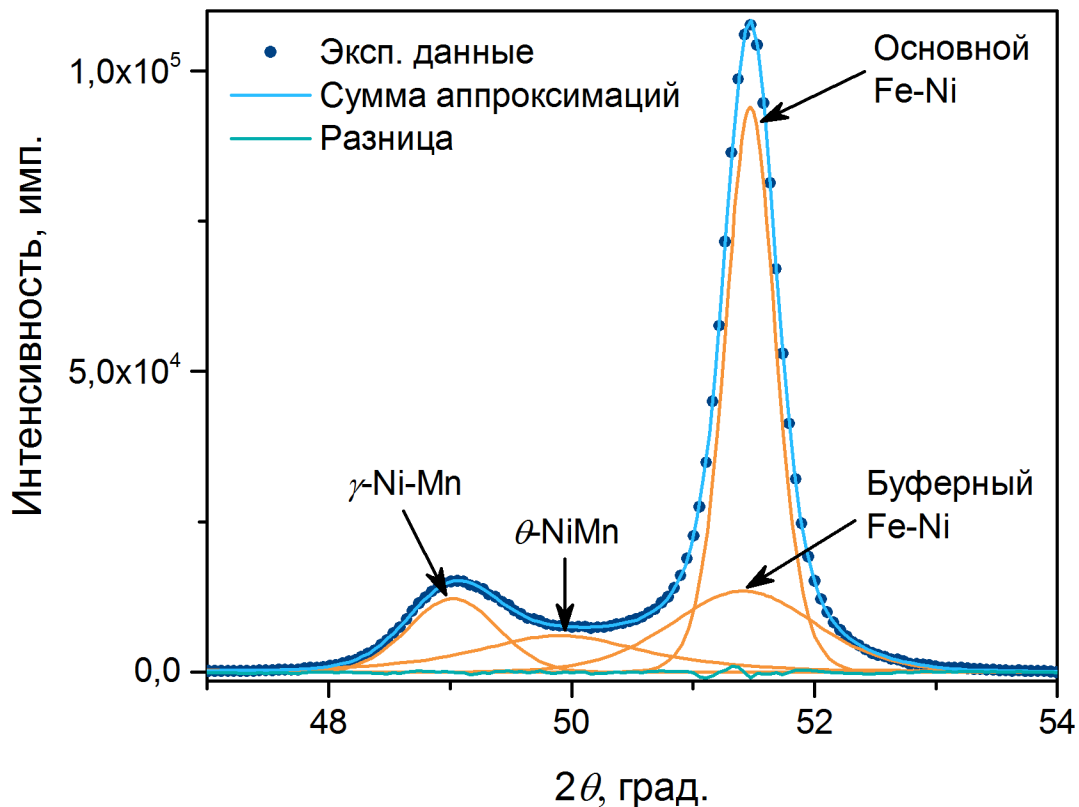


Рисунок 4.14 – Разложение рентгеновской дифрактограммы образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (5 нм)/ $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), полученной при температуре 300 °C первой по порядку в ходе *in situ* эксперимента. Использована геометрия θ - 2θ , излучение $\text{Co } K_\alpha$.

Высокая интенсивность сигнала от образца, обусловленная присутствием выраженной текстуры типа (111), позволила предположить, что на момент начала эксперимента спектр

образца в диапазоне углов 2θ от 40° до 60° формируется за счёт четырех фаз. Первоначально присутствующий в исходном образце γ -Ni-Mn уже на первом полученном при $T = 300^\circ\text{C}$ спектре сосуществует с фазой θ -NiMn, что говорит о том, что структурное преобразование γ -Ni-Mn в θ -NiMn ещё до достижения $T = 300^\circ\text{C}$. Пик, соответствующий слою Fe-Ni, складывается из двух пиков со схожим значением положения пика 2θ , но существенно различными максимальной интенсивностью, полушириной и, соответственно, интегральной площадью. Исходя из полученных данных было сделано предположение, что данные пики соответствуют двум слоям Fe-Ni – верхнему, основному и нижнему, буферному. Необходимо учитывать, что решающей характеристикой в выборе данной модели разложения спектров являлась точность описания экспериментальных данных с помощью суммы аппроксимирующих кривых.

Результаты *in situ* эксперимента для образца Fe₂₀Ni₈₀ (5 нм)/Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм) представлены на Рисунке 4.15. Изменение положения пиков показывает, что формирование антиферромагнитной фазы θ -NiMn сопровождается изменениями и в ферромагнитных слоях Fe-Ni, причём в буферном слое таковое оказывается существенно более выраженным. Вероятнее всего, это свидетельствует о межслойной диффузии. По-видимому, именно из-за подобной диффузии буферный слой Fe-Ni становится недетектируемым для магнитных измерений.

О важной роли диффузии в формировании θ -NiMn свидетельствует и тот факт, что эффект обменного смещения оказывается тем более выраженным, чем более пересыщен марганцем слой Ni-Mn. Сам процесс формирования θ -NiMn, как видно из Рисунка 4.15, б, происходит путём декомпозиции антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn. Об этом свидетельствует уменьшение полуширины пика (111) θ -NiMn с течением времени: в результате декомпозиции γ -Ni-Mn появляются зёрна θ -NiMn, чей последующий рост и проявляется как уменьшение полуширины соответствующего пика. Данные зависимости также подтверждают, что к моменту нагрева образца до $T = 300^\circ\text{C}$ превращение γ -Ni-Mn в θ -NiMn уже является как минимум наполовину завершённым несмотря на то, что время нагрева образца до $T = 300^\circ\text{C}$ не превышало 10 мин, а измерения начались сразу после стабилизации данной температуры.

Любопытно, что на начальном этапе эксперимента при $T = 300^\circ\text{C}$ полуширина рефлекса буферного слоя Fe-Ni заметно увеличивается, что могло бы свидетельствовать об уменьшении среднего размера зерна в этом слое, а если быть точнее, его толщины, так как дифрактограммы получены в геометрии θ - 2θ , что даёт информацию о зёрнах лишь в направлении нормальном к поверхности плёнки. К схожему эффекту может приводить присутствие внутренних напряжений.

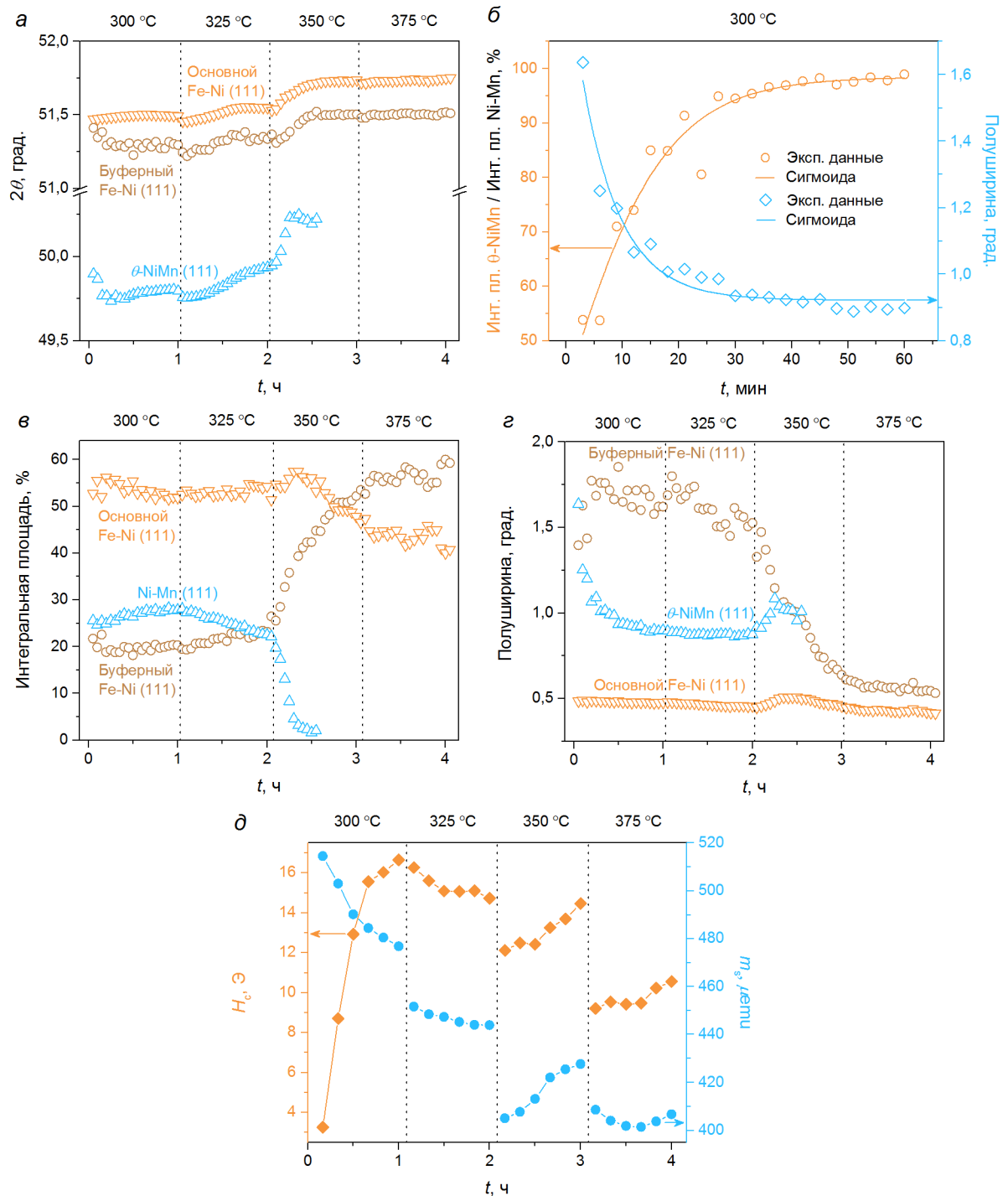


Рисунок 4.15 – Обобщённые временные зависимости параметров, характеризующих структурные (а, б, в, г) и магнитные (д) свойства образца $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (5 нм)/ $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), полученные в результате *in situ* эксперимента при последовательно возрастающей температуре. Вертикальными пунктирными линиями обозначены изотермические области, температура которых дана над соответствующей областью.

Другой интересной особенностью является рост суммарной интегральной площади пиков $\gamma\text{-Ni-Mn}$ и $\theta\text{-NiMn}$, обозначенной как Ni-Mn на Рисунке 4.15, в. По-видимому, это происходит за

счёт диффузии атомов из смежных слоёв Fe-Ni. Изменение магнитных свойств образца при данной температуре, в первую очередь снижение его m_s , также свидетельствуют о вероятной межслойной диффузии. В пользу этого может свидетельствовать и выраженный рост H_c , хотя это может быть связано с формированием антиферромагнитной фазы θ -NiMn, обладающей высокой температурой Нееля $T_N = 1070$ K, а следовательно, способной давать вклад в H_c при данной температуре.

При увеличении температуры образца до $T = 325$ °C рост интегральной площади пика θ -NiMn сменяется падением, заметно усиливающимся при дальнейшем увеличении температуры до $T = 350$ °C. Приблизительно к середине данного цикла измерений пик, соответствующий плоскости (111) θ -NiMn становится неразличимым, что свидетельствует о декомпозиции данной фазы. Данный процесс сопровождается ростом H_c , m_s , и в особенности, интегральной площади пика (111) буферного слоя Fe-Ni. Важно, что данная температура согласуется с характерным значением T_b образцов. Несмотря на то, что на первый взгляд декомпозиция равновесной упорядоченной фазы θ -NiMn при температурах существенно ниже температуры её превращения в высокотемпературную фазу β -NiMn может показаться контринтуитивной, подобное поведение может объяснено в рамках следующей модели. Согласно исследованию [77] кластеры зёрен упорядоченной фазы θ -NiMn, находящиеся в матрице α -Fe, в процессе старения при $T = 440$ °C преобразуются в неупорядоченные зёрна γ -Fe-Ni-Mn. Механизм преобразования оказывается следующим. Во время старения железо мигрирует в дефектные двойниковые границы, характерные для сверхструктур $L1_0$, к которым относится θ -NiMn. Это приводит к увеличению объёма дефектных двойников θ -NiMn за счёт объёмной диффузии в них железа. Такая диффузия нарушает упорядоченность сверхструктуры $L1_0$, что в конечном счёте приводит к исчезновению антиферромагнитного упорядочения. Данные дефектные зёрна растут за счёт трансформации граничащих с ними упорядоченных зёрен θ -NiMn. По-видимому, схожее преобразование происходит и в исследуемых в данной работе плёнках Ni-Mn/Fe-Ni.

Интересным образом в дальнейшем фаза буферного слоя Fe-Ni продолжает расти даже после полной декомпозиции θ -NiMn, вероятно, за счёт преобразования фазы основного слоя Fe-Ni. В пользу данной гипотезы свидетельствует поведение интегральных площадей пиков, отражающих соотношение объёмов фаз в составе плёнки.

Несколько отличная картина наблюдается для образца Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм), результаты *in situ* эксперимента для которого представлены на Рисунке 4.16. Так как в исходном состоянии слой Ni-Mn является аморфным, механизм формирования θ -NiMn оказывается следующим. В начале из аморфной фазы Ni-Mn возникают зёрна γ -Ni-Mn, которые в дальнейшем, достигая некоторого критического размера, трансформируются в зёрна θ -NiMn. Это

подтверждается изменением в положении пика, соответствующего слою Ni-Mn (см. Рисунок 4.16, б). Сигмоидальная аппроксимация зависимости показывает, что трансформация оказывается наполовину завершённой приблизительно к 17-й минуте отжига при $T = 300$ °С. Данный процесс также сопровождается ростом H_c и снижением m_s , а также некоторым изменением параметров, характеризующих пик (111) Fe-Ni, что может свидетельствовать о присутствии межслойной диффузии.

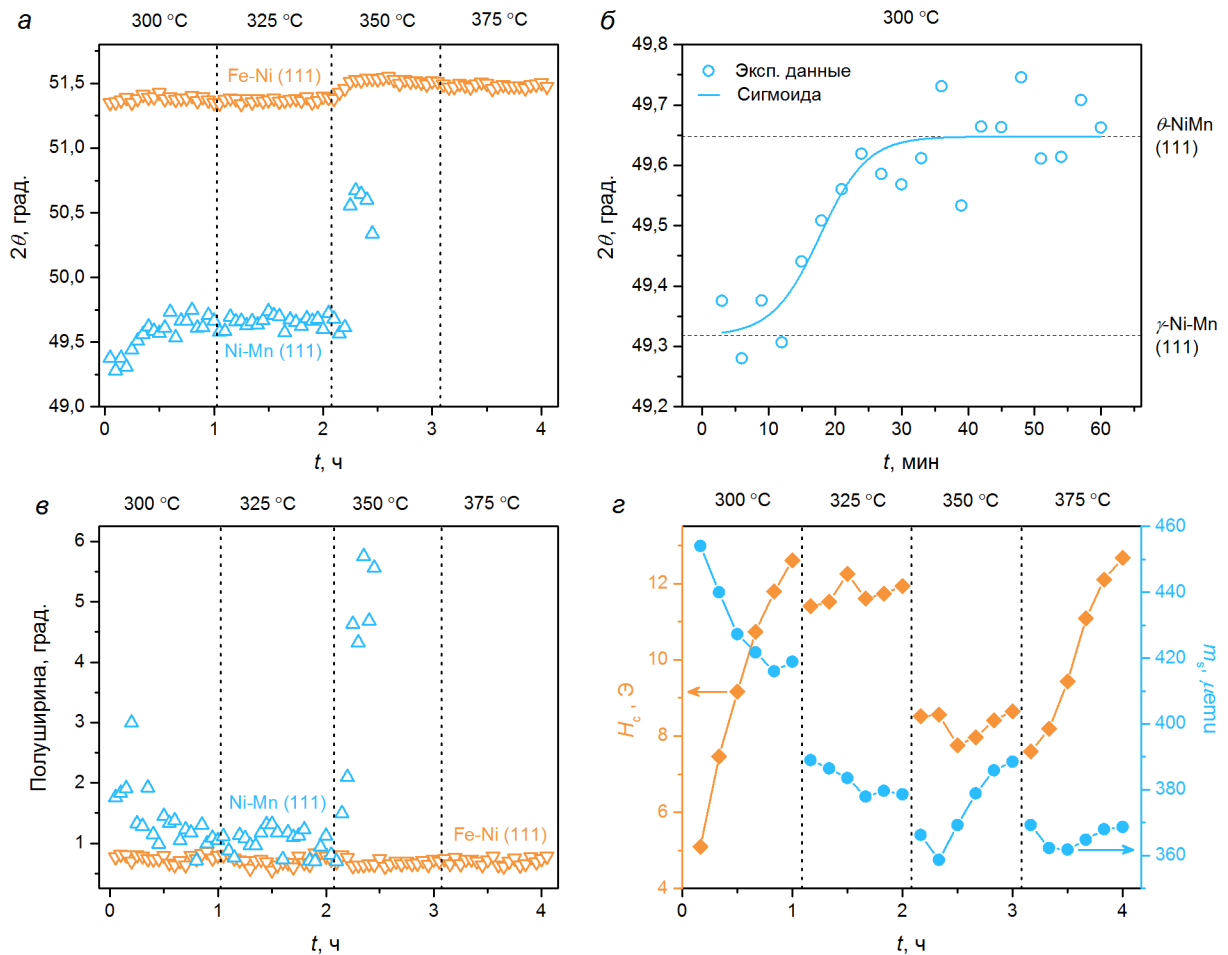


Рисунок 4.16 – Обобщённые временные зависимости параметров, характеризующих структурные (а, б, в) и магнитные (г) свойства образца $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), полученные в результате *in situ* эксперимента при последовательно возрастающей температуре. Вертикальными пунктирными линиями обозначены изотермические области, температура которых дана над соответствующей областью.

Следующие существенные изменения происходят при $T = 350$ °С. Отжиг при данной температуре, также, как и в случае образца с присутствующим буферным слоем Fe-Ni, приводит к декомпозиции θ -NiMn. По-видимому, в таких образцах этот процесс сопровождается активной диффузией преципитатов в основной слой Fe-Ni, что выражается в виде заметного смещения позиции соответствующего ему пика. Последующий рост H_c , а также рост H_c наблюдаемый на

зависимостях H_c (Т) при $T > 650$ К, приведённых на Рисунке 4.11, б, возможно связан с активной рекристаллизацией, сопровождающейся ростом среднего размера зерна. Как показано в множестве работ, H_c имеет тенденцию возрастать с увеличением размера зерна ферромагнетика [132].

Заключение к главе 4

В результате исследования структурных свойств плёнок Ta (5 нм)/Ni_xMn_{100-x} (50 нм)/Ta (5 нм) в исходном состоянии и после часового отжига $T = 300$ °С было установлено следующее.

1) В исходном состоянии образцы являются рентгеноаморфными. Присутствие некоторого количества нетекстурированных зёрен γ -Ni-Mn в аморфной матрице наблюдается лишь в наиболее богатых марганцем образцах. Аморфизации плёнок способствует присутствие буферного слоя тантала, охлаждение подложки и высокая скорость осаждения – наименьшей она была именно в случае образцов богатых марганцем.

2) Отжиг способствует относительно слабой кристаллизации образцов. После отжига образцов продолжает представлять из себя аморфную матрицу, в которой помимо зёрен γ -Ni-Mn появляются зёрна θ -NiMn.

В результате исследования магнитных и структурных свойств образцов Fe-Ni (5 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) и Fe-Ni (40 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (5 нм), отожжённых в течение 1 ч при $T = 250$ °С было установлено следующее.

1) Структурное преобразование неупорядоченной антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn в упорядоченную антиферромагнитную фазу θ -NiMn оказывается незавершённым. Так содержание θ -NiMn в двух образцах может быть оценено как 58,4 % и 12,9 % соответственно. Заметную роль в скорости преобразования, по-видимому, играет эпитаксиальная связь между слоем Ni-Mn и предшествующего ему слоя Fe-Ni. В случае образца Fe-Ni (5 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) она оказывается слабее, чем в случае плёнки Fe-Ni (40 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (5 нм), в силу меньшей толщины первого по порядку осаждения слоя Fe-Ni.

2) Магнитные свойства образцов, и в особенности температурное поведение обменного смещения, отражают незавершённость структурного преобразования γ -Ni-Mn в θ -NiMn. Так образец Fe-Ni (5 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) характеризуется большими значениями поля обменного смещения H_{ex} и коэрцитивной силы H_c , а также заметно более высоким значением температуры блокировки T_b . В случае образца Fe-Ni (5 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (40 нм) последняя составила $T_b = 540$ К, что выше значения T_b , характерной для подобных образцов в исходном состоянии (400 К – 450 К), но ниже такового для образцов, отожжённых при $T = 300$

°C (600 K – 650 K). Для образца же Fe-Ni (40 нм)/Ni₃₀Mn₇₀ (20 нм)/Fe-Ni (5 нм) данное значение совпадает с температурой Нееля T_N и оказывается равным 420 K. Приведённые данные хорошо коррелируют с оценкой процентного содержания упорядоченной фазы θ -NiMn в образцах. Данная фаза обладает существенно более высокой температурой Нееля $T_N = 1070$ K и, предположительно, константой магнитной анизотропии K_{AFM} .

В результате *in situ* эксперимента по исследованию структурных и магнитных преобразований в образцах Fe₂₀Ni₈₀ (5 нм)/Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм) и Ni₂₉Mn₇₁ (20 нм)/Fe₂₀Ni₈₀ (40 нм) при повышенных температурах было установлено следующее.

1) Формирование упорядоченной равновесной антиферромагнитной фазы θ -NiMn происходит путём декомпозиции промежуточной антиферромагнитной фазы γ -Ni-Mn. Последняя, в свою очередь, кристаллизуется из аморфного состояния в случае плёнок Ni-Mn/Fe-Ni, либо уже присутствует в образце в исходном состоянии, как в случае плёнок Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni. Значительную роль в процессе преобразования γ -Ni-Mn в θ -NiMn, по-видимому, играет межслойная диффузия, приводящая к изменению структурных и магнитных свойств смежных слоёв Fe-Ni.

2) Активная межслойная диффузия также является наиболее вероятной причиной декомпозиции θ -NiMn при $T = 350$ °C. Предполагаемый механизм этого процесса в некоторой степени аналогичен наблюдаемому в процессе старения кластеров θ -NiMn в матрице α -Fe [77] и заключается в следующем. В процессе отжига железо из смежных слоёв Fe-Ni диффундирует в дефекты упаковки, характерные для θ -NiMn. В дальнейшем это приводит к разупорядочению структуры двойниковых зёрен θ -NiMn и их превращению в аустенит γ -Fe-Ni-Mn. С течением времени весь объём θ -NiMn преобразуется в γ -Fe-Ni-Mn, в результате чего наблюдается необратимое исчезновение обменного смещения при достижении образцами температуры блокировки.

Результаты исследований, описанные в данной главе диссертации, были опубликованы в работе [A4] списка публикаций по теме диссертации.

5 АНАЛИЗ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОВЕДЕНИЯ ОБМЕННОГО СМЕЩЕНИЯ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЁНКАХ Ni-Mn/Fe-Ni

Температурное поведение обменного смещения в плёнках с антиферромагнитным слоем Ni-Mn является, вероятно, наиболее сложным из всех систем, проявляющих данный эффект. В качестве иллюстрации данного тезиса на Рисунке 5.1 приведена температурная зависимость поля обменного смещения H_{ex} образца $Ni_{29}Mn_{71}$ (20 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм), отожжённого при 300 °C в течение 1 ч.

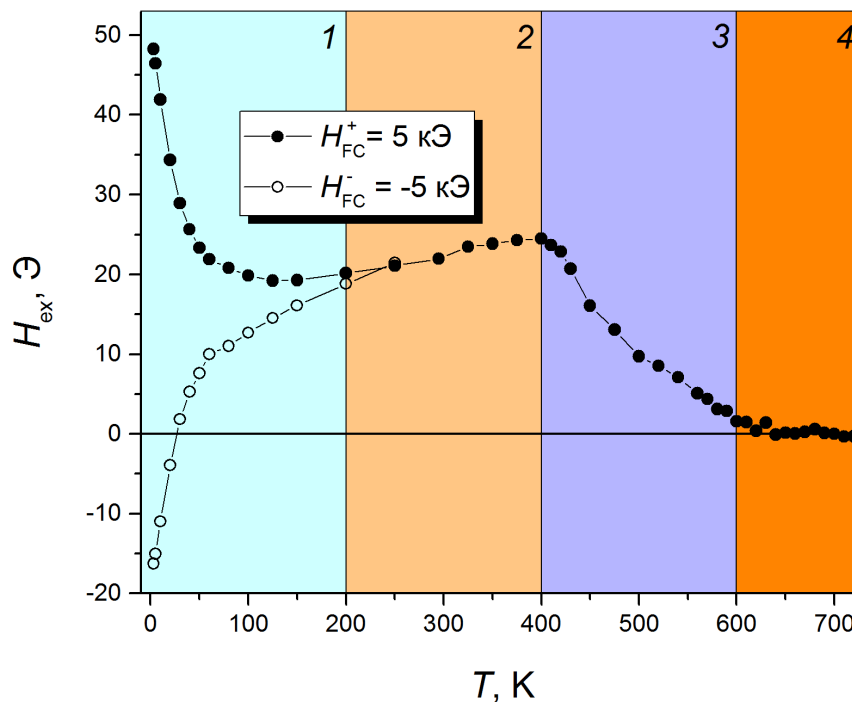


Рисунок 5.1 – Температурная зависимость поля обменного смещения H_{ex} образца $Ni_{29}Mn_{71}$ (20 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм), отожжённого при 300 С в течение 1 ч. На графике присутствуют две кривые, характеризующие зависимость $H_{ex}(T)$ ниже комнатной температуры, полученные при охлаждении образца до температуры $T = 3$ К в поле $H_{FC}^+ = 5$ кЭ и $H_{FC}^- = -5$ кЭ. Цифрами 1 – 4 обозначены участки, выделенные разными цветами, характеризующиеся различными доминирующими процессами, ответственными за наблюдаемое поведение обменного смещения.

Всю температурную зависимость можно условно разбить на четыре участка, как продемонстрировано на рисунке с помощью цвета фона. Участок 1 от минимальной температуры измерений, в нашем случае равной 3 К, до примерно 200 К наблюдается достаточно быстрое снижение величины сдвига петли H_{ex} с ~ 48 Э при $T = 3$ К до ~ 19 Э при $T = 125$ К. При данной

температуре наблюдается локальный минимум H_{ex} в диапазоне температур от 3 К вплоть до температуры $T = 450$ К. В следующем далее участке 2 поле обменного смещения H_{ex} лишь возрастает с ростом температуры и достигает локального максимума во всём диапазоне температур выше 40 К. Свыше температуры $T = 400$ К на участке 3 наблюдается характерное снижение H_{ex} с ростом температуры. На участке 4, в области температур свыше 600 К обменное смещение приходит к своему нулевому значению, достигая так называемой температуры блокировки T_b . Важно отметить, что охлаждение в поле до комнатной температуры после достижения T_b не приводит к наблюдению эффекта обменного смещения, другими словами, исчезновение обменного смещения по достижении T_b является необратимым.

В предыдущей главе с помощью рентгеноструктурного и магнитометрического *in situ* экспериментов было показано, что исчезновение обменного смещения при достижении T_b вероятнее всего связана со структурными преобразованиями – в первую очередь с декомпозицией антиферромагнитной фазы θ -NiMn. Данный раздел диссертации посвящён выяснению природы других особенностей температурного поведения обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni, в частности, роли анизотропии антиферромагнетика, распределения температур блокировок, а также низкотемпературной фазы, подобной спиновому стеклу.

5.1 Разделение вкладов низкотемпературной фазы спинового стекла и антиферромагнитной фазы в температурное поведение обменного смещения

В рамках современной парадигмы обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках резкое снижение H_{ex} с ростом температуры в диапазоне температур от 2 К – 4 К до 200 К – 250 К принято связывать с присутствием в объёме слоёв вблизи интерфейса фрустрированной фазы, подобной спиновому стеклу, чья температура замерзания T_f варьируется в зависимости от материалов ФМ и АФМ слоёв. Данная фазы также предположительно имеет некоторое распределение по размеру зёрен, в силу которого и наблюдается снижение H_{ex} с ростом температуры. С целью проверки данной гипотезы были проведены измерения петель гистерезиса с последовательным повышением температуры измерений после охлаждения отожжённого образца $Ni_{29}Mn_{71}$ (20 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм) в положительном и отрицательном полях $H_{FC}^+ = 5$ кЭ и $H_{FC}^- = -5$ кЭ до $T = 3$ К, начиная с которой и проходили измерения. Результаты эксперимента представлены на Рисунке 5.1. Эксперимент показал, что в исследуемой плёнке действительно присутствует дополнительная по отношению к антиферромагнитному θ -NiMn фаза, способная обеспечивать закрепление ферромагнитного слоя Fe-Ni и имеющая распределение температур блокировок, а, следовательно, и распределение по размеру зерна. При

охлаждении в поле $H_{FC}^+ = 5$ кЭ, сонаправленном вектору однонаправленной анизотропии образца, H_{ex} при $T = 3$ К принимает своё максимальное значение $H_{ex} \approx 48$ Э и затем постепенно снижается. В случае охлаждения в поле противоположного знака H_{FC}^- петля гистерезиса образца при $T = 3$ К оказывается смещённой в сторону положительных полей с $H_{ex} \approx 16$ Э, а H_{ex} показывает рост с увеличением температуры, постепенно перемещаясь в сторону отрицательных полей, соответствующих положительному значению H_{ex} . Разница между кривыми с ростом температуры уменьшается и при $T = 250$ К становится сравнимой с погрешностью измерений.

Столь существенное различие между двумя кривыми говорит о том, что низкотемпературная фаза, ответственная за значительный вклад в обменное смещение при низких температурах, вносит вклад в сдвиг петли гистерезиса ферромагнитного слоя лишь ниже $T = 250$ К и имеет соответствующее распределение по температурам блокировок. В противном случае, кривые, полученные после охлаждения в полях противоположного знака, оказывались бы идентичными. Таким образом, наблюдаемое на участке *I* (см. Рисунок 5.1) понижение H_{ex} с ростом температуры связано с существованием низкотемпературной фазы, способной закреплять магнитный момент слоя Fe-Ni. Описанный выше эксперимент позволяет разделить вклады низкотемпературной фазы и антиферромагнитной фазы в обменное смещение при низких температурах. Для этого было получено среднее арифметическое значений H_{ex} , полученных при измерении после охлаждения в положительном и отрицательном полях H_{FC}^+ и H_{FC}^- соответственно. Полученная зависимость, объединённая со значениями от комнатной температуры до 450 К представлена на Рисунке 5.2 под цифрой *I*.

На графике зависимости *I* можно выделить весьма продолжительный участок линейного возрастания H_{ex} . В диапазоне температур от 80 К до 375 К кривая оказывается наиболее приближенной к линии, о чём свидетельствует соответствующая аппроксимация, представленная на Рисунке 5.2. Возрастание H_{ex} с увеличением температуры является достаточно нетипичным для систем АФМ/ФМ с обменным смещением, хотя ранее уже наблюдалось в плёнках с закрепляющим слоем Ni-Mn [5,95,105], а также в монокристаллических плёнках FeF₂/Fe-Ni [133]. В последнем случае авторами в качестве возможного объяснения была выдвинута гипотеза о перемещении доменной стенки между ферромагнитным и антиферромагнитными слоями из ферромагнитного в антиферромагнитный слой с ростом температуры, вызванное изменением соотношения их констант анизотропии и силой межслойного обменного взаимодействия. Вариация зависимости *I* ниже 80 К может быть следствием вариаций в состоянии антиферромагнетика и по величине не является существенной. Падение же H_{ex} свыше $T = 400$ К, как будет показано ниже, связано с присутствием распределения температур блокировок в плёнке. Исследование данных распределений также поможет оценить величину эффективной константы анизотропии антиферромагнетика K_{Ni-Mn}^{eff} и её температурное поведение.

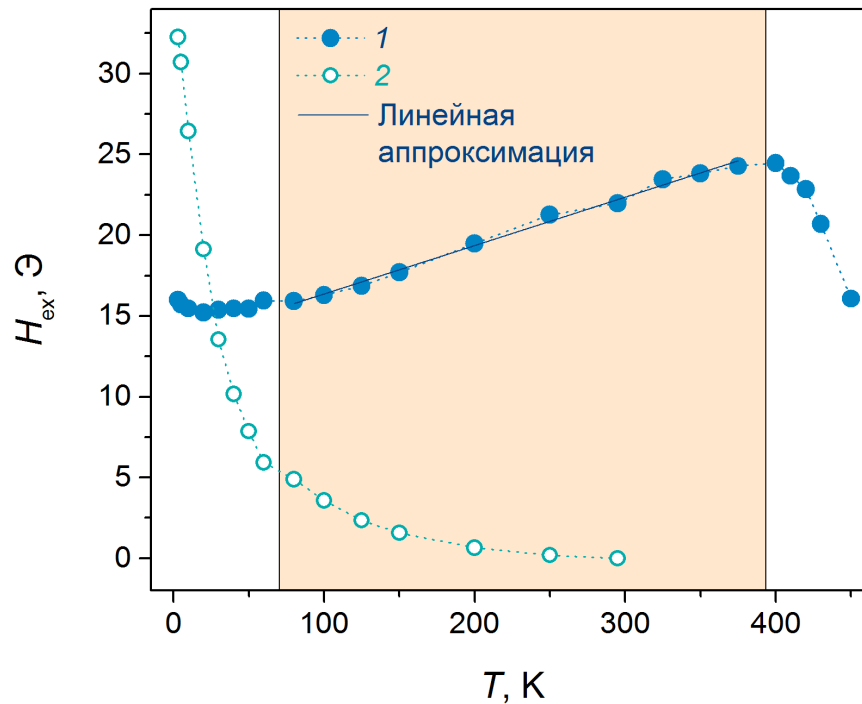


Рисунок 5.2 – Температурные зависимости поля обменного смещения H_{ex} образца $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), отожжённого при 300 С в течение 1 ч. Цифрой 1 обозначены значения H_{ex} , являющиеся средним арифметическим между значениями, полученными при охлаждении в положительном и отрицательном полях H_{FC}^+ и H_{FC}^- соответственно. Данные значения были объединены со значениями H_{ex} при температурах свыше 300 К. Цифрой 2 обозначена полуразность значений H_{ex} , полученная при охлаждении в полях H_{FC}^+ и H_{FC}^- .

Выделенный вклад низкотемпературной фазы в температурное поведение обменного смещения, равный полуразности значений H_{ex} , полученных при охлаждении в полях H_{FC}^+ и H_{FC}^- , обозначен цифрой 2 на Рисунке 5.2. Данная зависимость оказывается достаточно быстро спадающей в интервале температур от 3 К до 125 К, после чего постепенно подходит к почти нулевому значению при $T = 250$ К. Данное значение температуры, скорее всего, является максимальным значением температуры замерзания T_f присутствующих кластеров спинового стекла. Логично предположить, что данная низкотемпературная фаза по своему составу является локально неоднородной, что вкупе с естественным распределением по размеру зёрен приводит к существованию распределения температур блокировок, что на эксперименте и выражается как достаточно резко спадающая температурная зависимость H_{ex} . Таким образом, на фоне практически неизменного в области температур от 3 К до 125 К вклада антиферромагнитной фазы суммарное значение H_{ex} определяется вкладом низкотемпературной фазы. Существование

низкотемпературной фазы, способной обеспечивать обменное смещение при низких температурах, и, следовательно, бимодального распределения блокировок, было подтверждено рядом экспериментов, использующих различные протоколы температурных измерений петель гистерезиса плёнок ФМ/АФМ [121,134-136].

5.2 Распределения температур блокировок в поликристаллических плёнках Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной слоя Ni-Mn

С целью установить роль распределения температур блокировок и анизотропии антиферромагнетика в температурном поведении обменного смещения была исследована серия отожжённых в течение 1 ч при 300 °С образцов Ni-Mn ($h_{\text{Ni-Mn}}$)/Fe-Ni (40 нм), где толщина слоя Ni-Mn $h_{\text{Ni-Mn}}$ варьировалась от 8 нм до 20 нм. Измерение распределение температур блокировок в плёнках АФМ/ФМ с обменным смещением происходит путём последовательных измерений петель гистерезиса образца при постоянной температуре измерений T_m . Перед началом измерений изначально отожжённые образцы выдерживались при температуре $T = 440$ К в магнитном поле $H = 5$ кЭ в течение 30 мин. В дополнение к первоначальному отжигу это позволяет установить направление обменного смещения, максимизируя количество антиферромагнитных зёрен, дающих вклад в наблюдаемый эффект. Не изменяя напряжённость магнитного поля образцы были охлаждены до $T_m = 100$ К. Данное значение было выбрано в предположении, что при данной температуре антиферромагнитные зёрна в своём подавляющем большинстве термически устойчивы, а низкотемпературная фаза спинового стекла не вносит существенного вклада. Далее происходит измерение петли гистерезиса, начиная из отрицательных полей. Переключение поля позволяет существенно снизить влияние эффекта тренировки, заключающегося в уменьшении H_{ex} при последовательном измерении петель гистерезиса после охлаждения в поле или после получения образца [4]. Следующие петли гистерезиса измеряются при $T_m = 100$ К после выдержки при последовательно увеличивающейся температуре активации T_{act} в поле $H = -5$ кЭ в течение 30 мин. Охлаждение образцов до T_m от T_{act} также осуществлялось в $H = -5$ кЭ. Важно отметить, что петля, полученная после первоначального охлаждения от $T = 440$ К в $H = 5$ кЭ, обозначается как полученная при $T_{\text{act}} = 100$ К.

На Рисунке 5.3 представлены петли гистерезиса образца с толщиной слоя Ni-Mn 12 нм, выполненные в рамках измерения распределения температур блокировок. Можно заметить, что с увеличением T_{act} центр петли постепенно перемещается из стороны отрицательных полей, соответствующих положительному направлению вектора однонаправленной анизотропии

(относительно направления магнитного поля), в сторону положительных полей, соответствующих отрицательному направлению вектора однонаправленной анизотропии. Это происходит в силу того, что при выдержке в поле противоположного знака и при последующем охлаждении происходит так называемая переустановка вклада антиферромагнитных зёрен – часть зёрен, чья индивидуальная температура блокировки оказывается ниже T_{act} меняет направление сдвига петли, в которое они вносят вклад. В силу пренебрежимо слабого обменного взаимодействия между антиферромагнитными зёрнами и наличия распределения по размеру зёрен в антиферромагнетике с повышением T_{act} всё большая часть антиферромагнитных зёрен меняет знак своего вклада.

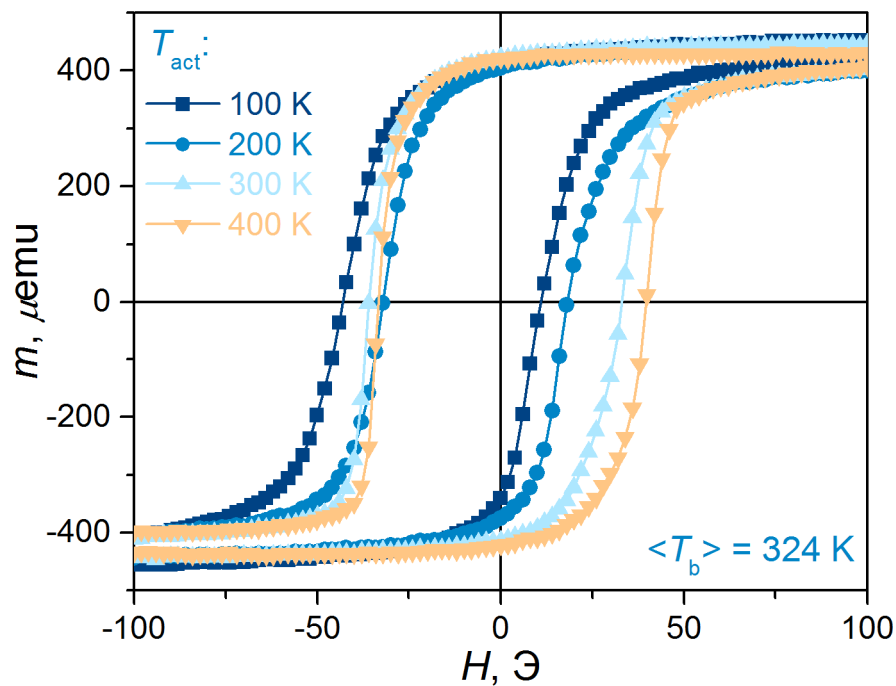


Рисунок 5.3 – Петли гистерезиса образца Ni-Mn (12 нм)/Fe-Ni (40 нм), полученные в ходе измерений распределения температур блокировок при температуре измерений $T_m = 100$ К.

На Рисунке 5.4 представлены зависимости поля смещения H_{ex} от температуры активации T_{act} образцов Ni-Mn ($h_{\text{Ni-Mn}}$)/Fe-Ni (40 нм), иначе известные как распределения температур блокировок. Толщина антиферромагнитного слоя Ni-Mn указана на графике. На графиках также указано значение медианной температуры блокировки $\langle T_b \rangle$, при котором H_{ex} становится равен нулю.

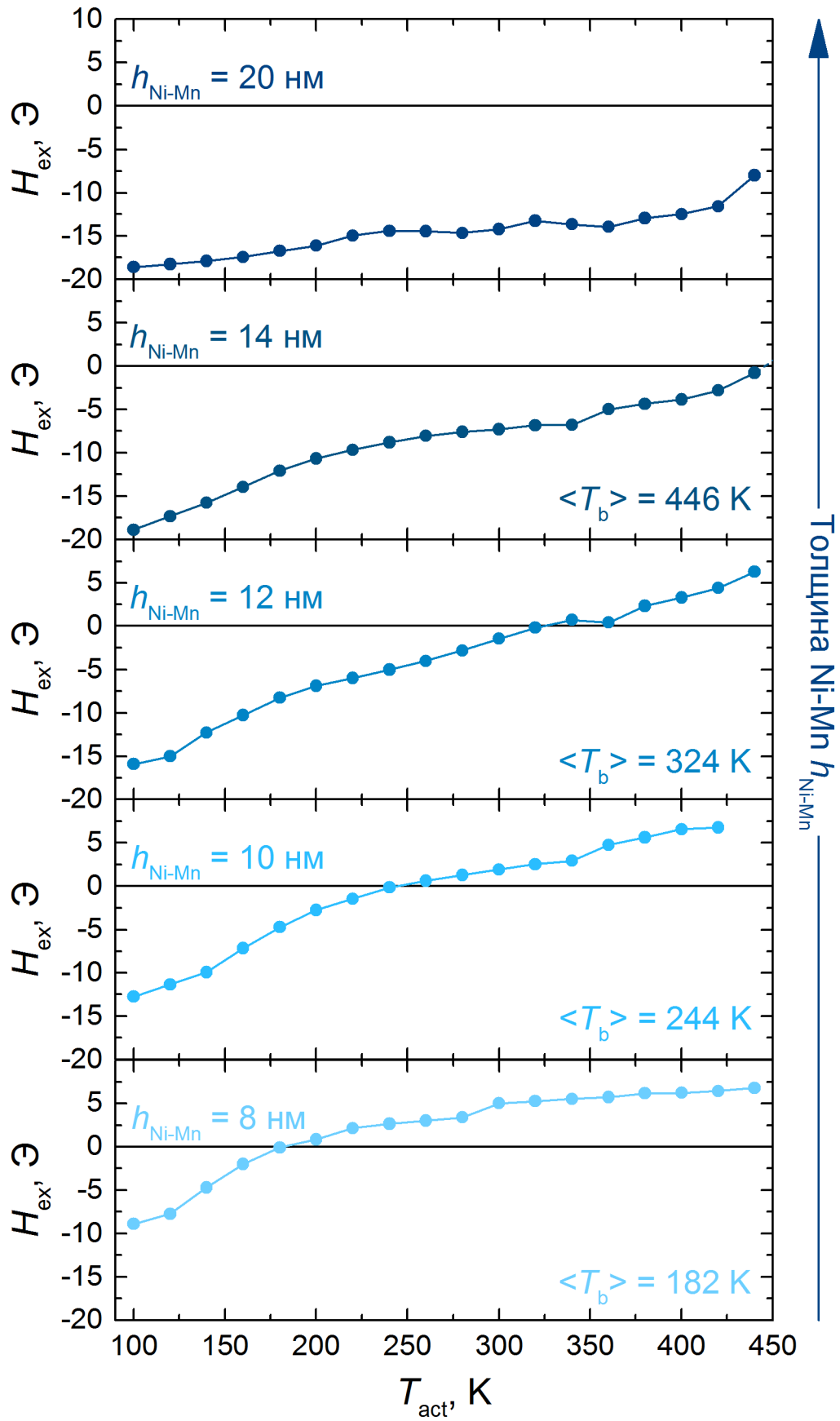


Рисунок 5.4 – Распределения температур блокировок образцов Ni-Mn/Fe-Ni с различной толщиной антиферромагнитного слоя Ni-Mn h_{Ni-Mn} . Значение медианной температуры блокировки $\langle T_b \rangle$ для $h_{Ni-Mn} = 14$ нм получено экстраполированием.

Как видно из графиков, распределение температур блокировок существенно меняется с понижением толщины слоя Ni-Mn. Отметим, что здесь знак H_{ex} взят в явном виде, то есть сдвигу петли в сторону отрицательных полей соответствует отрицательное значение H_{ex} и наоборот. Рассмотрим подробнее кривую, соответствующую образцу Ni-Mn (20 нм)/Fe-Ni (40 нм), для которого также были получены зависимости, приведённые на Рисунках 5.1 и 5.2. В полученном распределении температур блокировок данного образца можно выделить несколько участков. Первоначальный рост H_{ex} при увеличении T_{act} до 240 К, по-видимому, обусловлен изменением вклада низкотемпературной фазы спинового стекла. Это подтверждается тем, что выше данной температуры наступает участок относительного стабильного уровня H_{ex} , что хорошо согласуется с ранее полученным значением $T = 250$ К, соответствующим максимальной T_b низкотемпературной фазы и, вполне вероятно, температуре замерзания спинового стекла T_f при допущении такой природы данной фазы (см. 2 на Рисунке 5.2). В свою очередь сам отрезок, характеризующийся слабо изменяющимся H_{ex} вплоть до $T_{act} = 400$ К, соответствует тому участку, в котором антиферромагнитные зёрна в своём большинстве термически стабильны. Свыше $T_{act} = 400$ К H_{ex} начинает довольно резко снижаться, однако, максимально доступной при выполнении данного эксперимента температуры измерений оказывается недостаточно, чтобы достичь значения медианной температуры блокировки $\langle T_b \rangle$.

Таким образом, в совокупности с результатами стандартных температурных измерений (см. Рисунки 5.1 и 5.2) можно резюмировать следующее. Понижение H_{ex} , наблюдаемое при температурах свыше 400 К, соответствующее участку 3 на Рисунке 5.1 обусловлено уменьшением количества термически устойчивых антиферромагнитных зёрен в слое Ni-Mn.

5.3 Определение константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn по медианным температурам блокировок плёнок Ni-Mn/Fe-Ni

В плёнках с более тонким слоем Ni-Mn температурного интервала измерений хватает для определения медианной температуры блокировки $\langle T_b \rangle$. Согласно современной парадигме обменного смещения с использованием данной величины становится возможным оценить значение эффективной константы анизотропии антиферромагнетика K_{AFM} по формуле 2.1. Другой необходимой для оценки K_{AFM} характеристикой является средний размер зерна антиферромагнетика. Для оценки последнего был использован метод рентгеноструктурного анализа (РСА). Результаты исследований образца $Ni_{29}Mn_{71}$ (20 нм)/ $Fe_{20}Ni_{80}$ (40 нм) приведены на Рисунке 5.5. Образец характеризуется слабой текстурой типа (111) в обоих слоях, о чём свидетельствует кривая качания, представленная на вставке на Рисунке 5.5.

В первом приближении зёрна в поликристаллических тонких плёнках могут быть аппроксимированы цилиндрами высотой h , примерно соответствующей толщине слоя. Средний объём зерна тогда можно принять равным объёму цилиндра, который даётся известным выражением

$$V = \frac{\pi}{4} d^2 h, \quad (5.1)$$

где d – диаметр цилиндра, который в нашем случае соответствует среднему латеральному размеру зерна, а его высота h в нашем случае равна толщине слоя Ni-Mn $h_{\text{Ni-Mn}}$. Для получения d можно воспользоваться следующим допущением. Столбчатая структура, в силу которой и выдвигается предположение о цилиндрических зёрнах в плёнках, связана с эпитаксиальным ростом зёрен в плёнках. В наших образцах осаждение слоя Fe-Ni происходило на изначально рентгеноаморфный слой Ni-Mn.

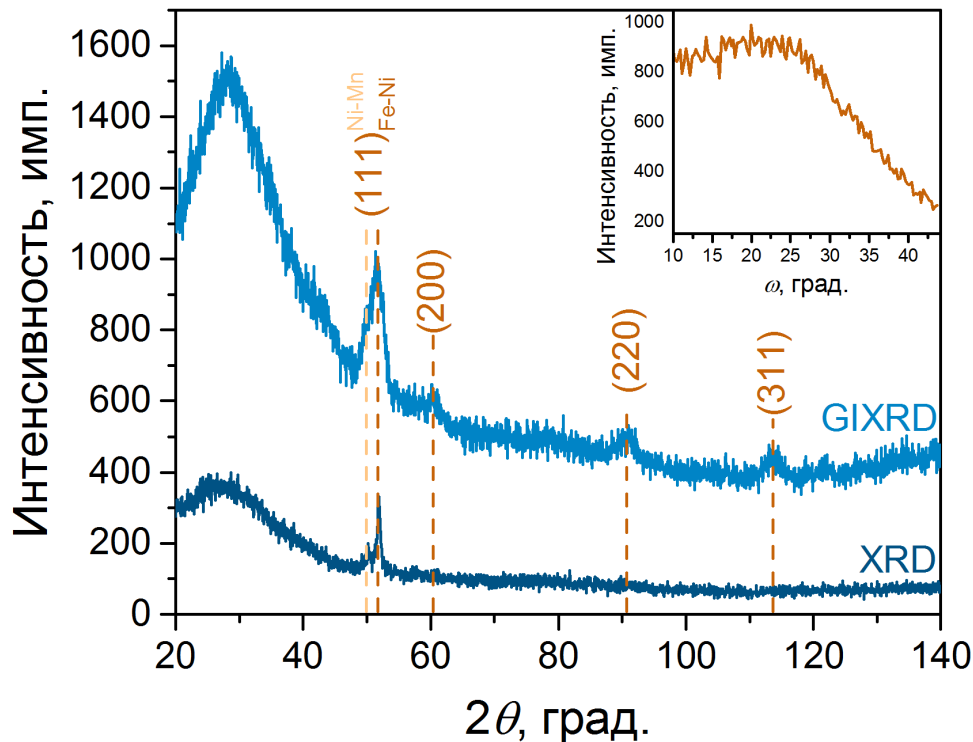


Рисунок 5.5 – Рентгеновские спектры образца $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм), полученные в стандартной геометрии θ - 2θ (XRD) и геометрии скользящего падения первичного пучка (GIXRD), при котором угол последнего был зафиксирован на значении $\omega = 5^\circ$. На вставке представлена кривая качания, полученная при фиксировании 2θ на значении, соответствующем рефлексу (111) слоя Fe-Ni, и изменении угла падения первичного пучка ω . Данные получены в излучении $\text{Co } K_\alpha$.

Тем не менее в процессе отжига в образцах в слое Ni-Mn формируется некоторая текстура типа (111). Наиболее вероятный механизм её формирования является следующим. В процессе отжига Ni-Mn кристаллизуется вблизи слоя Fe-Ni, который несмотря на осаждение на рентгеноаморфный слой Ni-Mn обладает некоторой степенью текстуры. Таким образом, интерфейсная поверхность зёрен Fe-Ni выступает центром нуклеации для зёрен Ni-Mn. Тогда можно допустить, что латеральный размер зёрен Ni-Mn в приблизительно может быть оценён равным таковому для зёрен Fe-Ni. Последний же можно оценить методом Вильямсона-Холла, позволяющий при наличии нескольких пиков разделить вклады малости размера структурных доменов и внутренних напряжений в уширение дифракционных линий на рентгеновском спектре. Подобное вычисление по результатам PCA в геометрии GIXRD позволило оценить латеральный размер зерна в слое Fe-Ni $\langle d \rangle = 5,1$ нм. Так как слой Ni-Mn изначально является рентгеноаморфным, то влиянием его толщины на текстуру осаждаемого на него слоя Fe-Ni можно пренебречь, как следствие данное значение будет справедливо для исследуемых плёнок всех толщин. Используя данную величину для оценки среднего объёма зёрен Ni-Mn, была получена зависимость эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$ от его толщины $h_{\text{Ni-Mn}}$. Полученная зависимость, а также зависимость $\langle T_b \rangle$ от $h_{\text{Ni-Mn}}$ представлены на Рисунке 5.6.

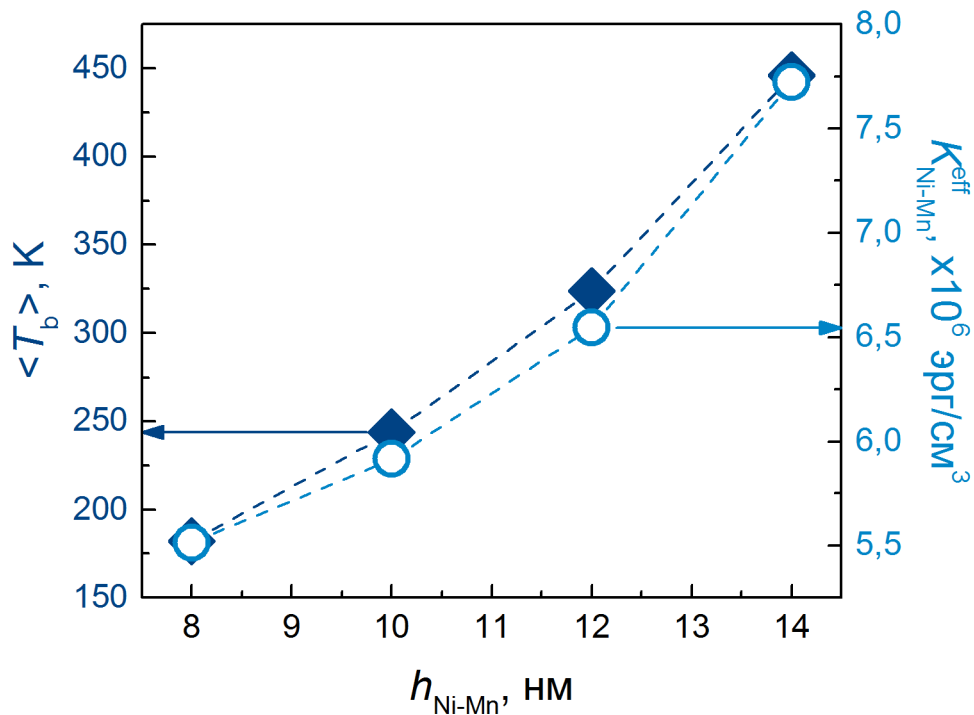


Рисунок 5.6 – Зависимости медианной температуры блокировки $\langle T_b \rangle$ и эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$ от его толщины $h_{\text{Ni-Mn}}$.

Экспериментальная погрешность представлена размером точек на графике.

Обе характеристики показывают рост с увеличением $h_{\text{Ni-Mn}}$. Рост $\langle T_b \rangle$ с увеличением толщины антиферромагнитного слоя является ожидаемым, так как с увеличением толщины антиферромагнитного слоя растёт и средний объём кристаллитов в нём V и соответственно энергия магнитной анизотропии, равная $K_{\text{AFM}} V$. Рост же $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$ с увеличением $h_{\text{Ni-Mn}}$ может быть следствием так называемого эффекта масштабирования, при котором величины, характеризующие свойства нано-объектов, уменьшаются с уменьшением их линейных размеров [122,137]. Природа данного явления заключается в том, что такие характеристики как, к примеру, температура магнитного упорядочения или константа магнитной анизотропии являются коллективными, а значит зависят от количества соседей атомов такого объекта, которое при уменьшении линейных размеров нано-объекта до единиц нанометров может оказаться критически малым. Другим возможным объяснением может служить известный эффект увеличения доли межзёренного пространства при понижении среднего размера кристаллитов. Однако в нашем исследовании последнее кажется маловероятным, так как изменение размера кристаллитов преимущественно происходит за счёт изменения их высоты приблизительно равной толщине слоя.

Так или иначе, в совокупности с ранее приведённой на Рисунках 5.1 и 5.2 в данной работе предлагается другой механизм поведения магнитной анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn. Согласно модели обменного смещения в поликристаллических плёнках, предложенной авторами использованной в данной работе методики, формула 2.1 даёт значение $K_{\text{AFM}}^{\text{eff}}$ при некотором значении $\langle T_b \rangle$. Таким образом, исследование плёнок Ni-Mn ($h_{\text{Ni-Mn}}$)/Fe-Ni (40 нм) позволяет путём изменения среднего объёма антиферромагнитных зёрен получить информацию о величине константы анизотропии при некоторой температуре, равной медианной температуре блокировки $T = \langle T_b \rangle$ данного образца. Несмотря на существование ранее упомянутого эффекта масштабирования в нано-объектах, его значимость при толщинах слоя порядка десятка нанометра кажется весьма низкой, в особенности с учётом того, что снижение упорядоченности сверхструктуры $\theta\text{-NiMn}$ при понижении толщины является маловероятным.

С учётом представленных предположений, становится возможным построить температурную зависимость $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$. Такая зависимость представлена на Рисунке 5.7. Весьма необычным оказывается рост $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$ с повышением температуры. Данный феномен может являться следствием изменения спиновой конфигурации антиферромагнетика с увеличением температуры. Как следствие это может приводить к изменению спиновой конфигурации, присутствующей на интерфейсе АФМ/ФМ, что как было показано в работах [16] является фундаментальным для наблюдаемой величины H_{ex} .

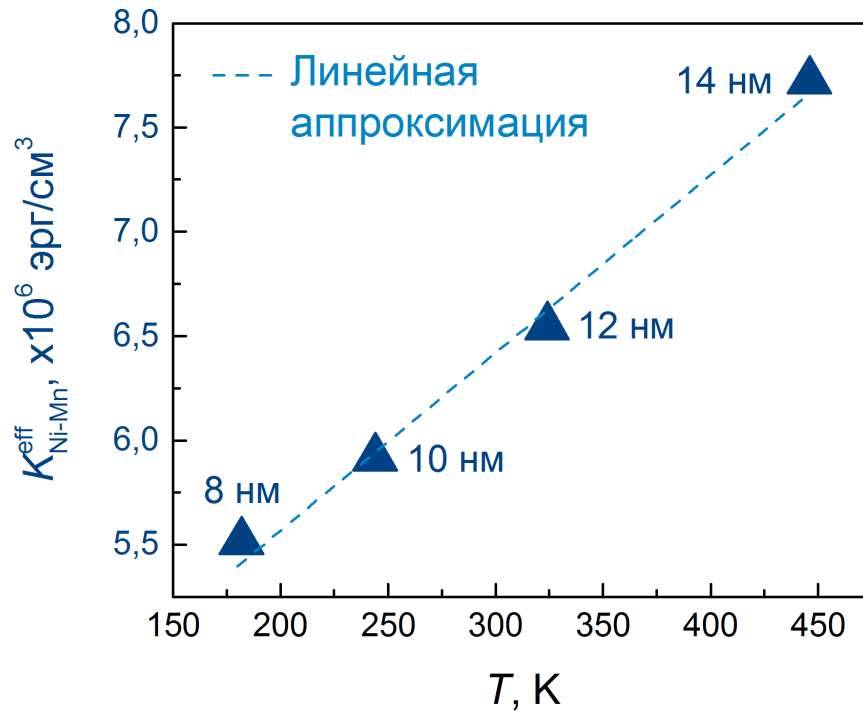


Рисунок 5.7 – Температурная зависимость эффективной константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$. Экспериментальная погрешность представлена размером точек на графике.

Полученная зависимость с высокой точностью описывается линейным законом, и, что вероятно наиболее значимо, именно в температурной области линейного возрастания H_{ex} , представленного на Рисунке 5.2. Данная закономерность может служить подтверждением пропорциональности двух характеристик $H_{\text{ex}} \propto K_{\text{AFM}}$. Вместе с этим наблюдение данной закономерности показывает достоверность современной парадигмы обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках.

Методом интерполяции линейной зависимости, использованной для описания $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}(T)$ на Рисунке 5.7, было оценено значение данной характеристики при $T = 295 \text{ K}$, составившее $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}} = (6,4 \pm 0,2) \times 10^6 \text{ эрг/см}^3$. Это значение оказывается сравнимым со значениями $K_{\text{AFM}}^{\text{eff}}$, полученными данным методом на других системах. К примеру, величина константы анизотропии наиболее широко используемого в промышленных и научных целях антиферромагнетика Ir-Mn в одном из исследований авторов методики была оценена как $K_{\text{Ir-Mn}}^{\text{eff}} = (2,0 \pm 0,5) \times 10^7 \text{ эрг/см}^3$ при комнатной температуре в составе структуры $\text{Ir}_{22}\text{Mn}_{78}$ (10 нм)/ $\text{Fe}_{10}\text{Co}_{90}$ (3 нм). В недавнем исследовании Н. А. Кулеша и соавторов в результате схожего эксперимента было получено значение эффективной константы анизотропии антиферромагнитного сплава $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$ в составе

структуры $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$ (40 нм), составившее $K_{\text{Fe-Mn}}^{\text{eff}} = 1,3 \times 10^6$ эрг/см³ при $\langle T_b \rangle = 415$ К [138].

Заключение к главе 5

Основные выводы анализа температурной зависимости обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni сформулированы в следующих пунктах.

1) Исследование температурных зависимостей поля обменного смещения H_{ex} , полученных после охлаждения образца $\text{Ni}_{29}\text{Mn}_{71}$ (20 нм)/ $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (40 нм) в положительном и отрицательном полях, позволило разделить вклады низкотемпературной фазы, вероятно, представляющей собой спиновое стекло, и антиферромагнитных зёрен в температурное поведение обменного смещения. Вкладом низкотемпературной фазы обусловлено резкое снижение H_{ex} при температурах до $T = 125$ К. Дальнейший рост H_{ex} , наблюдающийся до $T = 400$ К, связан с изменением свойств антиферромагнитного слоя.

2) Полученные распределения температур блокировок образцов позволяют сделать вывод, что снижение H_{ex} при температурах свыше $T = 400$ К связан с поликристаллической природой плёнок и наличием соответствующего распределения по размеру кристаллитов и, следовательно, вызвано достижением температуры блокировки отдельными зёрнами Ni-Mn.

3) По медианным температурам блокировок образцов с различной толщиной антиферромагнитного слоя Ni-Mn была произведена оценка величины константы анизотропии данного слоя $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}$, и, как следствие, получена зависимость данной характеристики от толщины антиферромагнитного слоя. Средний размер зерна, необходимый для проведения вычислений, был получен с использованием приближения цилиндрических зёрен, формирующихся в рамках столбчатой структуры поликристаллических образцов. Высота цилиндров была принята равной толщине слоя, их латеральный размер был оценён с помощью метода Вильямсона-Холла по дифракционной картине, полученной в геометрии скользящего падения первичного пучка.

Оказалось, что зависимость $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}}(T)$ показывает линейный рост в интервале температур от 180 К до 445 К. Данный результат может свидетельствовать о том, что наблюдаемый в интервале температур от 125 К до 400 К рост величины поля обменного смещения является следствием роста константы анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn. Помимо этого, подобная корреляция может служить верификацией современной модели обменного смещения в поликристаллических тонких плёнках. Методом было оценено значение эффективной константы магнитной анизотропии антиферромагнитного слоя Ni-Mn при $T = 295$ К, составившее $K_{\text{Ni-Mn}}^{\text{eff}} = (6,4 \pm 0,2) \times 10^6$ эрг/см³.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Установлено, что обменное смещение в плёнках на основе Ni-Mn и Fe-Ni может быть реализовано благодаря присутствию одной из двух антиферромагнитных фаз: неупорядоченной фазы γ -Ni-Mn или упорядоченной фазы θ -NiMn. Температуры блокировки для данных фаз равны ~ 450 К и ~ 650 К соответственно.

2. Определены закономерности образования антиферромагнитных фаз в двухслойных (Ni-Mn/Fe-Ni) и трёхслойных (Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni) плёночных структурах. Формирование фазы γ -Ni-Mn обусловлено эпитаксиальным характером роста данного слоя на буферном слое Fe-Ni, обладающем ГЦК-структурой со схожим значением параметра решётки и текстурой (111). Формирование фазы θ -NiMn происходит под воздействием отжига при температурах свыше 250 °С. В плёнках без буферного слоя Fe-Ni данная фаза возникает из рентгеноаморфного состояния путём декомпозиции промежуточной фазы γ -Ni-Mn, возникающей в процессе структурных преобразований. В плёнках, где присутствует буферный слой Fe-Ni, фаза θ -NiMn формируется путём декомпозиции неравновесной фазы γ -Ni-Mn, присутствующей в плёнках в исходном состоянии.

3. Показано, что критически важным условием эффективных структурных преобразований в слое Ni-Mn является наличие по крайней мере одного сопряжённого слоя пермаллоя. В отсутствие таковых формирование фазы θ -NiMn требует значительно более продолжительного отжига.

4. Определены закономерности изменения поля обменного смещения при варьировании толщины закрепляющего слоя на основе фазы θ -NiMn и введении прослоек различных материалов. В частности, показана возможность минимизации температурной чувствительности поля обменного смещения, которая достигается за счёт толщинного регулирования размера кристаллитов антиферромагнетика, приводящего к сбалансированности энергий магнитной анизотропии зёрен и тепловых флуктуаций их магнитных моментов.

5. Обнаружено, что температурные зависимости поля обменного смещения $H_{ex}(T)$, которые реализуются в плёнках, содержащих фазы γ -Ni-Mn и θ -NiMn, качественно различны. В первом случае это поле монотонно уменьшается при увеличении температуры, что является естественным следствием возрастающей роли тепловых флуктуаций магнитных моментов кристаллитов. Во втором – оно в определённом температурном интервале (от 125 К до 400 К) демонстрирует рост, что является нетипичным для сред с обменным смещением на основе антиферромагнетиков. Показано, что наиболее вероятной причиной обнаруженной

температурной особенности $H_{ex}(T)$ является соответствующее температурное изменение константы магнитной анизотропии фазы θ -NiMn.

6. Установлено, что эффект обменного смещения, реализованный на основе фазы θ -NiMn, при достижении температур свыше 600 К претерпевает нарастающие необратимые изменения. Путём совместного анализа структурных и магнитных свойств плёнок показано, что эти изменения связаны с декомпозицией равновесной антиферромагнитной фазы θ -NiMn, происходящей в том числе за счёт межслойной диффузии компонентов. Таким образом, температура блокировки, формально определённая для такого рода плёночных структур, фактически соответствует температуре необратимого исчезновения эффекта обменного смещения.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

$1Q, 2Q, 2Q', 3Q$ – спиновые структуры типа волн спиновой плотности

A – обменная жёсткость

A_{AFM} – обменная жёсткость антиферромагнетика

A_{FM} – обменная жёсткость ферромагнетика

d – диаметр зерна в приближении столбчатой структуры

$\langle d \rangle$ – средний латеральный размер зерна

D_{AFM} – энергия одноосной анизотропии антиферромагнетика

E – энергия, энергия тепловых флуктуаций

E_{bias} – энергия обменного смещения

E_F – свободная энергия

E_{wall} – энергия доменной стенки

f – структурный фактор, характеризующий долю фрустрированных спинов на интерфейсе

f_0 – характеристическая частота переключения спинов

h – толщина слоя

h_s – толщина прослойки между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями

H – магнитное поле

H_c – коэрцитивная сила

H_{c1} – первая коэрцитивная сила для петель с обменным смещением

H_{c2} – вторая коэрцитивная сила для петель с обменным смещением

H_{ex}^{eff} – эффективное поле смещения

H_{ex} – поле смещения

H_{FC} – поле охлаждения

J – константа обменной связи

J_{AFM} – обменный параметр антиферромагнетика

J_1 – константа межслойной обменной связи

K – константа анизотропии

K_a – константа одноосной анизотропии

K_{AFM} – константа анизотропии антиферромагнетика

k_B – константа Больцмана

K_d – константа однонаправленной анизотропии

K_{AFM}^{eff} – эффективная константа анизотропии

K_{FM} – константа анизотропии ферромагнетика

L – вектор Нееля

M – намагниченность

M_1, M_2 – намагниченности подрешёток двухпорешётчного антиферромагнетика

M_s, m_s – спонтанная намагниченность

p – коэффициент разбавления атомных вакансий на интерфейсе

S_{AFM}, S_{FM} – макроспины антиферромагнитной и ферромагнитной частей системы

T – температура

t – время

T_a – температура отжига

T_{act} – температура активации

T_b – температура блокировки

$\langle T_b \rangle$ – медианная температура блокировки

T_C – температура Кюри

T_f – температура замерзания спинового стекла

T_{fg} – температура перехода ферромагнетик-спиновое стекло

T_m – температура измерений

T_N – температура Нееля

ν – плотность дефектов на интерфейсе

V – средний объём зерна

V_{AFM} – объём антиферромагнитного зерна

x – концентрация

μ – магнитный момент, приходящийся на атом

μ_B – магнетон Бора

τ_{act} – время активации

АФМ – антиферромагнетик, антиферромагнитный

ГЦТ – гранецентрированный тетрагональный

ГЦК – гранецентрированный кубический

ОЦК – объёмноцентрированный кубический

ПК – простой кубический

РККИ – обменное взаимодействие по механизму Рудермана-Киттеля-Косуйи-Йосиды

РСА – рентгеноструктурный анализ

ЭДС – электродвижущая сила

ФМ – ферромагнетик, ферромагнитный

CALPHAD – (аббр. от англ. CALculation of Phase Diagrams) метод расчёта фазовых диаграмм

GIXRD – (аббр. от англ. Grazing-Incidence X-Ray Diffraction) геометрия скользкого падения первичного пучка

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Magnetoresistive sensor development roadmap (non-recording applications) [Text] / C. Zheng, K. Zhu, S. C. De Freitas [et al.] // IEEE Transactions on Magnetics. – 2019. – Vol. 55, №. 4. – P. 1-30.
2. Recent developments of magnetoresistive sensors for industrial applications [Text] / L. Jogschies, D. Klaas, R. Kruppe [et al.] // Sensors. – 2015. – Vol. 15, №. 11. – P. 28665-28689.
3. Blachowicz, T. Exchange bias in thin films—An update [Text] / T. Blachowicz, A. Ehrmann // Coatings. – 2021. – Vol. 11, №. 2. – P. 122.
4. Radu, F. Exchange bias effect of ferro-/antiferromagnetic heterostructures // Magnetic Heterostructures / F. Radu, H. Zabel – Berlin: Springer-Verlag, 2008. – Chap. 3. – P. 97-184.
5. Improved exchange coupling between ferromagnetic Ni-Fe and antiferromagnetic Ni-Mn-based films [Text] / T. Lin, D. Mauri, N. Staud [et al.] // Applied Physics Letters. – 1994. – Vol. 65, №. 9. – P. 1183-1185.
6. Wienecke, A. Relationship between thermal stability and layer-stack/structure of NiMn-based GMR systems [Text] / A. Wienecke, L. Rissing // IEEE Transactions on Magnetics. – 2015. – Vol. 51, №. 1. – P. 1-4.
7. NiMn/FeNi exchange biasing systems—magnetic and structural characteristics after short annealing close to the phase transition point of the AFM layer [Text] / S. Groudeva-Zotova, D. Elefant, R. Kaltofen [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2004. – Vol. 278, №. 3. – P. 379-391.
8. Mao, S. NiMn-pinned spin valves with high pinning field made by ion beam sputtering [Text] / S. Mao, S. Gangopadhyay, N. Amin, E. Murdock // Applied Physics Letters. – 1996. – Vol. 69, №. 23. – P. 3593-3595.
9. Communication from the Commission to the European Parliament, the Council, the European Economic and Social Committee and the Committee of the Regions. Critical Raw Materials Resilience: Charting a Path towards greater Security and Sustainability [Electronic resource] // An official website to the European Union. – 2020, 3 Sept. – URL: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=CELEX:52020DC0474> (дата обращения: 30.09.2021).
10. The 2017 magnetism roadmap [Text] / D. Sander, S. O. Valenzuela, D. Makarov [et al.] // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2017. – Vol. 50, №. 36. – P. 363001.
11. Meiklejohn, W. H. New magnetic anisotropy [Text] / W. H. Meiklejohn, C. P. Bean // Physical Review. – 1956. – Vol. 102, №. 5. – P. 1413.
12. Meiklejohn, W. H. New magnetic anisotropy [Text] / W. H. Meiklejohn, C. P. Bean // Physical Review. – 1957. – Vol. 105, №. 3. – P. 904.
13. Jacobs, I. S. Fine Particles, Thin Films and Exchange Anisotropy (Effects of Finite Dimensions and Interfaces on the Basic Properties of Ferromagnets) [Text] // Spin Arrangements and Crystal Structure,

- Domains, and Micromagnetics: A Treatise on Modern Theory and Materials / I. S. Jacobs, C. P. Bean – N.Y.: Academic Press Inc., 2013. – Chap. 6. – P. 271-350.
14. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate [Text] / D. Mauri, H. C. Siegmann, P. S. Bagus, E. Kay // Journal of Applied Physics. – 1987. – Vol. 62, №. 7. – P. 3047-3049.
 15. Malozemoff, A. P. Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces [Text] / A. P. Malozemoff // Physical Review B. – 1987. – Vol. 35, №. 7. – P. 3679.
 16. Koon, N. C. Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interfaces [Text] / N. C. Koon // Physical Review Letters. – 1997. – Vol. 78, №. 25. – P. 4865.
 17. Nishioka, K. Grain size effect on ferro-antiferromagnetic coupling of NiFe/FeMn systems [Text] / K. Nishioka, C. Hou, H. Fujiwara, R. D. Metzger // Journal of Applied Physics. – 1996. – Vol. 80, №. 8. – P. 4528-4533.
 18. Tsunoda, M. Field independent rotational hysteresis loss on exchange coupled polycrystalline Ni-Fe/Mn-Ir bilayers [Text] / M. Tsunoda, M. Takahashi // Journal of Applied Physics. – 2000. – Vol. 87, №. 9. – P. 6415-6417.
 19. Nogués, J. K. Exchange bias [Text] / J. Nogués, I. K. Schuller // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – Vol. 192, №. 2. – P. 203-232.
 20. Berkowitz, A. E. Exchange anisotropy—a review [Text] / A. E. Berkowitz, K. Takano // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – Vol. 200, №. 1-3. – P. 552-570.
 21. Stamps, R. L. Mechanisms for exchange bias [Text] / R. L. Stamps // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2000. – Vol. 33, №. 23. – P. R247.
 22. Kiwi, M. Exchange bias theory [Text] / M. Kiwi // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2001. – Vol. 234, №. 3. – P. 584-595.
 23. Coehorh, R. Giant Magnetoresistance and Magnetic Interactions in Exchange-Biased Spin Valves [Text] // Handbook of Magnetic Materials / R. Coehorn. – Amsterdam: Elsevier B.V., 2003. – Vol. 15. – Chap. 1. – P. 1-198.
 24. Exchange bias in ferromagnetic nanoparticles embedded in an antiferromagnetic matrix [Text] / J. Nogués, J. Sort, V. Langlais [et al.] // International Journal of Nanotechnology. – 2005. – Vol. 2, №. 1-2. – P. 23-42.
 25. Exchange bias in nanostructures [Text] / J. Nogués, J. Sort, V. Langlais [et al.] // Physics Reports. – 2005. – Vol. 422, №. 3. – P. 65-117.
 26. Meiklejohn, W. H. Exchange anisotropy—A review [Text] / W. H. Meiklejohn // Journal of Applied Physics. – 1962. – Vol. 33, №. 3. – P. 1328-1335.

27. Néel, L. Étude théorique du couplage ferro-antiferromagnétique dans les couches minces [Text] / L. Néel // *Annales de Physique*. – 1967. – Vol. 14, №. 2. – P. 61-80.
28. Imry, Y. Random-field instability of the ordered state of continuous symmetry [Text] / Y. Imry, S. Ma // *Physical Review Letters*. – 1975. – Vol. 35, №. 21. – P. 1399.
29. Malozemoff, A. P. Heisenberg-to-Ising crossover in a random-field model with uniaxial anisotropy [Text] / A. P. Malozemoff // *Physical Review B*. – 1988. – Vol. 37, №. 13. – P. 7673.
30. Malozemoff, A. P. Mechanisms of exchange anisotropy [Text] / A. P. Malozemoff // *Journal of Applied Physics*. – 1988. – Vol. 63, №. 8. – P. 3874-3879.
31. Berkowitz, A. E. Exchange anisotropy—a review [Text] / A. E. Berkowitz, K. Takano // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1999. – Vol. 200, №. 1-3. – P. 552-570.
32. Role of interfacial uncompensated antiferromagnetic spins in unidirectional anisotropy in Ni 81 Fe 19/CoO bilayers [Text] / K. Takano, R. H. Kodama, A. E. Berkowitz [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 1998. – Vol. 83, №. 11. – P. 6888-6892.
33. Diluted antiferromagnets in exchange bias: Proof of the domain state model [Text] / P. Miltényi, M. Gierlings, J. Keller [et al.] // *Physical Review Letters*. – 2000. – Vol. 84, №. 18. – P. 4224.
34. Nowak, U. Domain state model for exchange bias [Text] / U. Nowak, A. Misra, K. D. Usadek // *Journal of Applied Physics*. – 2001. – Vol. 89, №. 11. – P. 7269-7271.
35. Large exchange bias and its connection to interface structure in FeF₂–Fe bilayers [Text] / J. Nogués, D. Lederman, T. J. Moran [et al.] // *Applied Physics Letters*. – 1996. – Vol. 68, №. 22. – P. 3186-3188.
36. Schulthess, T. C. First-principles exchange interactions between ferromagnetic and antiferromagnetic films: Co on NiMn, a case study [Text] / T. C. Schulthess, W. H. Butler // *Journal of Applied Physics*. – 1998. – Vol. 83, №. 11. – P. 7225-7227.
37. Schulthess, T. C. Coupling mechanisms in exchange biased films [Text] / T. C. Schulthess, W. H. Butler // *Journal of Applied Physics*. – 1999. – Vol. 85, №. 8. – P. 5510-5515.
38. Xi, H. A theoretical study of interfacial spin flop in exchange-coupled bilayers [Text] / H. Xi, R. M. White // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 2000. – Vol. 36, №. 5. – P. 2635-2637.
39. Mitsumata, C. Mechanism of the exchange-bias field in ferromagnetic and antiferromagnetic bilayers [Text] / C. Mitsumata, A. Sakuma, K. Fukamichi // *Physical Review B*. – 2003. – Vol. 68, №. 1. – P. 014437.
40. Schulthess, T. C. Consequences of spin-flop coupling in exchange biased films [Text] / T. C. Schulthess, W. H. Butler // *Physical Review Letters*. – 1998. – Vol. 81, №. 20. – P. 4516.
41. Villain, J. Order as an effect of disorder [Text] / J. Villain, R. Bidaux, J. P. Carton, R. Conte // *Journal de Physique*. – 1980. – Vol. 41, №. 11. – P. 1263-1272.
42. Henley, C. L. Ordering by disorder: Ground-state selection in fcc vector antiferromagnets [Text] / C. L. Henley // *Journal of Applied Physics*. – 1987. – Vol. 61, №. 8. – P. 3962-3964.

43. Long, M. W. Effects that can stabilise multiple spin-density waves [Text] / M. W. Long // Journal of Physics: Condensed Matter. – 1989. – Vol. 1, №. 17. – C. 2857.
44. Angular dependence and interfacial roughness in exchange-biased ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers [Text] / J. V. Kim, R. L. Stamps, B. V. McGrath, R. E. Camley // Physical Review B. – 2000. – Vol. 61, №. 13. – P. 8888.
45. Exchange bias: Interface imperfections and temperature dependence [Text] / J. V. Kim, L. Wee, R. L. Stamps, R. Street // IEEE Transactions on Magnetics. – 1999. – Vol. 35, №. 5. – P. 2994-2997.
46. Wee, L. Temperature dependence of domain-wall bias and coercivity [Text] / L. Wee, R. L. Stamps, R. E. Camley // Journal of Applied Physics. – 2001. – Vol. 89, №. 11. – P. 6913-6915.
47. Kim, J. V. Defect-modified exchange bias [Text] / J. V. Kim, R. L. Stamps // Applied Physics Letters. – 2001. – Vol. 79, №. 17. – P. 2785-2787.
48. Sakurai, Y. Numerical simulation of unidirectional anisotropy in ferro (F)/antiferromagnetic (AF) exchange coupled layers with a compensated AF-interface [Text] / Y. Sakurai, H. Fujiwara // Journal of Applied Physics. – 2003. – Vol. 93, №. 10. – P. 8615-8617.
49. Geshev, J. Analytical solutions for exchange bias and coercivity in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers [Text] / J. Geshev // Physical Review B. – 2000. – Vol. 62, №. 9. – P. 5627.
50. Matsuyama, H. Microscopic imaging of Fe magnetic domains exchange coupled with those in a NiO (001) surface [Text] / H. Matsuyama, C. Haginoya, K. Koike // Physical Review Letters. – 2000. – Vol. 85, №. 3. – P. 646.
51. Fulcomer, E. Temperature and frequency dependence of exchange anisotropy effects in oxidized NiFe films [Text] / E. Fulcomer, S. H. Charap // Journal of Applied Physics. – 1972. – Vol. 43, №. 10. – P. 4184-4190.
52. Fulcomer, E. Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling [Text] / E. Fulcomer, S. H. Charap // Journal of Applied Physics. – 1972. – Vol. 43 №. 10. – P. 4190-4199.
53. Stoner, E. C. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys [Text] / E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth // Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences. – 1948. – Vol. 240, №. 826. – P. 599-642.
54. Exchange-induced anisotropies at ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces above and below the Néel Temperature [Text] / M. Grimsditch, A. Hoffmann, P. Vavassori [et al.] // Physical Review Letters. – 2003. – Vol. 90, №. 25. – P. 257201.
55. Tsunoda, M. Field independent rotational hysteresis loss on exchange coupled polycrystalline Ni-Fe/Mn-Ir bilayers [Text] / M. Tsunoda, M. Takahashi // Journal of Applied Physics. – 2000. – Vol. 87, №. 9. – P. 6415-6417.

56. Grain size effect on ferro-antiferromagnetic coupling of NiFe/FeMn systems [Text] / K. Nishioka, C. Hou, H. Fujiwara, R. D. Metzger // *Journal of Applied Physics*. – 1996. – Vol. 80, №. 8. – P. 4528-4533.
57. Effect of exchange coupling of polycrystalline antiferromagnetic layers on the magnetization behavior of soft magnetic layers [Text] / H. Fujiwara, C. Hou, M. Sun [et al.] // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1999. – Vol. 35, №. 5. – P. 3082-3087.
58. O'Grady, K. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films [Text] / K. O'Grady, L. E. Fernandez-Outon, G. Vallejo-Fernandez // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2010. – Vol. 322, №. 8. – P. 883-899.
59. Sinclair, J. Thermal stability of exchange bias systems based on MnN [Text] / J. Sinclair, A. Hirohata, G. Vallejo-Fernandez // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2019. – Vol. 476. – P. 278-283.
60. Harres, A. A polycrystalline model for magnetic exchange bias [Text] / A. Harres, J. Geshev // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 2012. – Vol. 24, №. 32. – P. 326004.
61. Enhancement of the magnetic interfacial exchange energy at a specific interface in NiFe/CoO/Co trilayer thin films via ion-beam modification [Text] / D. L. Cortie, Y. W. Ting, P. S. Chen [et al.] // *Journal of Applied Physics*. – 2014. – Vol. 115, №. 7. – P. 073901.
62. Wijn, H. P. J. Ternary alloys between Fe, Co, or Ni and one or more of the Ti, V, Cr or Mn elements [Text] // *3d, 4d and 5d Elements, Alloys and Compounds* / H. P. J. Wijn. – Berlin: Springer-Verlag, 1997. – Chap. 1.2.4. – P. 201-202.
63. Exchange bias using a spin glass [Text] / M. Ali, P. Adie, C. H. Marrows [et al.] // *Nature Materials*. – 2007. – Vol. 6, №. 1. – P. 70-75.
64. McCord, J. Nonlinear exchange coupling and magnetic domain asymmetry in ferromagnetic/IrMn thin films [Text] / J. McCord, C. Hamann, R. Schäfer // *Physical Review B*. – 2008. – Vol. 78, №. 9. – P. 094419.
65. Emergence of noncollinear anisotropies from interfacial magnetic frustration in exchange-bias systems [Text] / E. Jiménez, J. Camarero, J. Sort [et al.] // *Physical Review B*. – 2009. – Vol. 80, №. 1. – P. 014415.
66. Okazaki, T. Soft magnetic properties in nano-scale inhomogeneous Ni₃Mn alloys [Text] / T. Okazaki, K. Sawaguchi, M. Homma // *Materials Transactions, JIM*. – 2000. – Vol. 41, №. 9. – P. 1150-1153.
67. Shull, C. G. Neutron diffraction studies of the magnetic structure of alloys of transition elements [Text] / C. G. Shull, M. K. Wilkinson // *Physical Review*. – 1955. – Vol. 97, №. 2. – P. 304.
68. Yokoyama, Y. Magnetic Phases in Ordered Ni₃Mn [Text] / Y. Yokoyama T. Satoh // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1976. – Vol. 3, №. 4. – P. 337-346.

69. Masumoto, H. On a New High-Magnetic Permeability Alloy “Nimalloy” in the Nickel and Manganese System [Text] / H. Masumoto, T. Kobayashi, Y. Murakami // Transactions of the Japan Institute of Metals. – 1967. – Vol. 8, №. 1. – P. 49-53.
70. Structures and phase transformations in the Mn-Ni system near equiatomic concentration [Text] / E. Krén, E. Nagy, I. Nagy [et al.] // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1968. – Vol. 29, №. 1. – P. 101-108.
71. Kasper, J. S. The antiferromagnetic structure of NiMn [Text] / J. S., Kasper, J. S. Kouvel // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1959. – Vol. 11, №. 3-4. – P. 231-238.
72. Umetsu, R. Y. Magnetic anisotropy energy of antiferromagnetic L 1 0-type equiatomic Mn alloys [Text] / R. Y. Umetsu, A. Sakuma, K. Fukamichi // Applied Physics Letters. – 2006. – Vol. 89, №. 5. – P. 052504.
73. Structural origin of magnetic biased field in NiMn/NiFe exchange coupled films [Text] / B. Y. Wong, C. Mitsumata, S. Prakash [et al.] // Journal of Applied Physics. – 1996. – Vol. 79, №. 10. – P. 7896-7904.
74. Adachi, K. Tempering effects in θ -phase martensite in Ni-Mn alloys [Text] / K. Adachi, C. M. Wayman // Metallography. – 1984. – Vol. 17, №. 4. – P. 419-437.
75. Magnetic and electrical properties of practical antiferromagnetic Mn alloys [Text] // Handbook of Magnetic Materials / K. Fukamichi [et al.]. – Amsterdam: Elsevier B.V., 2006. – Vol. 16. – Chap. 4. – P. 209-401.
76. Transformation Mechanism of Preprecipitation NiMn Nanostructures [Text] / M. R. M. Garabagh, S. H. Nedjad, H. H. Zargari, M. N. Ahmadabadi // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2014. – Vol. 45, №. 2. – P. 1057-1067.
77. Heo, Y. U. Transformation of ordered face-centered tetragonal θ -MnNi phase to face-centered cubic austenite during isothermal aging of an Fe–Mn–Ni alloy [Text] / Y. U. Heo, M. Kim, H. C. Lee // Acta Materialia. – 2008. – Vol. 56, №. 6. – P. 1306-1314.
78. Abdul-Razzaq, W. Magnetic phase diagram of disordered Ni-Mn near the multicritical point [Text] / W. Abdul-Razzaq, J. S. Kouvel // Physical Review B. – 1987. – Vol. 35, №. 4. – P. 1764.
79. Kouvel, J. S. A ferromagnetic-antiferromagnetic model for copper-manganese and related alloys [Text] / J. S. Kouvel // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1963. – T. 24. – №. 7. – C. 795-822.
80. Kouvel, J. S. Exchange anisotropy in disordered nickel-manganese alloys [Text] / J. S. Kouvel, C. D. Graham Jr. // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1959. – Vol. 11, №. 3-4. – P. 220-225.
81. Kouvel, J. S. Exchange Anisotropy in Disordered Ni 3 Mn [Text] / J. S. Kouvel, C. D. Graham Jr. // Journal of Applied Physics. – 1959. – Vol. 30, №. 4. – P. 312-313.

82. Spin textures induced by quenched disorder in a reentrant spin glass: Vortices versus “frustrated” skyrmions [Text] / I. Mirebeau, N. Martin, M. Deutsch [et al.] // *Physical Review B*. – 2018. – Vol. 98, №. 1. – P. 014420.
83. Moze, O. The variation of sublattice moment with composition for antiferromagnetic nickel-manganese alloys [Text] / O. Moze, T. J. Hicks, P. von Blanckenhagen // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1984. – Vol. 42, №. 1. – P. 103-106.
84. Honda, N. Lattice distortion and elastic properties of antiferromagnetic γ Mn–Ni alloys [Text] / N. Honda, Y. Tanji, Y. Nakagawa // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1976. – Vol. 41, №. 6. – P. 1931-1937.
85. Long, M. W. Spin waves in multiple-spin-density-wave systems [Text] / M. W. Long, W. Yeung // *Journal of Physics C: Solid State Physics*. – 1986. – Vol. 19, №. 9. – P. 1409.
86. Long, M. W. Multiple spin density waves of an itinerant antiferromagnet [Text] / M. W. Long, W. Yeung // *Journal of Physics F: Metal Physics*. – 1986. – Vol. 16, №. 6. – P. 769.
87. Long, M. W. Spin-orientation phase transitions in itinerant multiple spin-density-wave systems [Text] / M. W. Long, W. Yeung // *Journal of Physics C: Solid State Physics*. – 1987. – Vol. 20, №. 34. – P. 5839.
88. Bacon, G. E. Multiphase structures in manganese rich Mn-Ni alloys [Text] / G. E. Bacon, N. Cowlam, A. G. Self // *Journal of Physics F: Metal Physics*. – 1973. – Vol. 3, №. 1. – P. 6.
89. Effect of N, C, and B interstitials on the structural and magnetic properties of alloys with Cu₃Au structure [Text] / I. Opahle, H. K. Singh, J. Zemen [et al.] // *Physical Review Research*. – 2020. – Vol. 2, №. 2. – P. 023134.
90. Lin, T. Exchange-coupled Ni-Fe/Fe-Mn, Ni-Fe/Ni-Mn and NiO/Ni-Fe films for stabilization of magnetoresistive sensors [Text] / T. Lin, C. Tsang, R. E. Fontana, J. K. Howard // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1995. – Vol. 31, №. 6. – P. 2585-2590.
91. Nývlt, J. The Ostwald rule of stages [Text] / J. Nývlt // *Crystal Research and Technology*. – 1995. – Vol. 30, №. 4. – P. 443-449.
92. Multiphase transformation and Ostwald’s rule of stages during crystallization of a metal phosphate [Text] / S. Y. Chung, Y. M. Kim, J. G. Kim, Y. J. Kim // *Nature Physics*. – 2009. – Vol. 5, №. 1. – P. 68-73.
93. Lederman, M. Performance of metallic antiferromagnets for use in spin-valve read sensors [Text] / M. Lederman // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1999. – Vol. 35, №. 2. – P. 794-799.
94. Devasahayam, A. J. A study of the NiFe/NiMn exchange couple [Text] / A. J. Devasahayam, M. H. Kryder // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1996. – Vol. 32, №. 5. – P. 4654-4656.

95. Exchange coupling of radio frequency sputtered NiMn/NiFe and NiFe/NiMn bilayers [Text] / Z. Qian, J. M. Sivertsen, J. H. Judy [et al.] // Journal of Applied Physics. – 1999. – Vol. 85, №. 8. – P. 6106-6108.
96. Magnetic and structural characteristics of exchange biasing systems based on NiMn antiferromagnetic films [Text] / S. Groudeva-Zotova, D. Elefant, R. Kaltofen [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2003. – Vol. 263, №. 1-2. – P. 57-71.
97. Structural origin of magnetic biased field in NiMn/NiFe exchange coupled films [Text] / B.Y. Wong, C. Mitumata, S. Prakash [et al.] // Journal of Applied Physics. – 1996. – Vol. 79, №. 10. – P. 7896-7904.
98. Huang, M. Phase transformations in sputter deposited NiMn thin films [Text] / M. Huang, P. F. Ladwig, Y. A. Chang // Thin Solid Films. – 2005. – Vol. 478, №. 1-2. – P. 137-140.
99. Structural characterization of MnNi and MnPt antiferromagnetic materials for spintronic applications [Text] / J. M. Teixeira, J. Ventura, J. P. Araujo [et al.] // Journal of Non-Crystalline Solids. – 2008. – Vol. 354, №. 47-51. – P. 5275-5278.
100. Temperature dependence of transport properties and exchange field of NiMn based spin valves [Text] / J. M. Teixeira, J. Ventura, B. Negulescu [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2007. – Vol. 316, №. 2. – P. 973-976.
101. Approach to optimize the pinning effect of a NiMn layer with reduced thickness under a much shortened annealing process [Text] / B. Dai, J. W. Cai, W. Y. Lai [et al.] // Applied Physics Letters. – 2003. – Vol. 82, №. 21. – P. 3722-3724.
102. From ferromagnetic–ferromagnetic to ferromagnetic–antiferromagnetic exchange coupling in NiFe/MnNi bilayers [Text] / D. Spenato, J. B. Youssef, H. Le Gall, J. Ostoréro, // Journal of Applied Physics. – 2001. – Vol. 89, №. 11. – P. 6898-6900.
103. Anderson, G. W. Spin-valve thermal stability: The effect of different antiferromagnets [Text] / G. W. Anderson, Y. Huai, M. Pakala // Journal of Applied Physics. – 2000. – Vol. 87, №. 9. – P. 5726-5728.
104. Tsunoda, M. Enhanced exchange anisotropy of Ni–Fe/Mn–Ni bilayers fabricated under the extremely clean sputtering process [Text] / M. Tsunoda, K. Uneyama, T. Suzuki // Journal of Applied Physics. – 1999. – Vol. 85, №. 8. – P. 4919-4921.
105. Yang, T. Exchange coupling and thermostability in NiFe/NiMn bilayers [Text] / T. Yang, W. Y. Lai // Journal of Physics D: Applied Physics. – 1999. – Vol. 32, №. 22. – P. 2856.
106. Microstructure and magnetic domain structure of Co/NiFe/MnNi systems [Text] / X. Portier, A. K. Petford-Long, S. Mao [et al.] // IEEE Transactions on Magnetism. – 1999. – Vol. 35, №. 5. – P. 3091-3093.

107. Effects of phase transformation and interdiffusion on the exchange bias of NiFe/NiMn [Text] / C. H. Lai, W. C. Lien, F. R. Chen [et al.] // Journal of Applied Physics. – 2001. – Vol. 89, №. 11. – P. 6600-6602.
108. Влияние термомагнитной обработки на магнитные свойства двухслойных пленок пермаллой/марганец [Текст] / И. В. Блинов, Т. П. Криницина, С. А. Матвеев [и др.] // Физика Металлов и Металловедение. – 2011. – Т. 112, №. 4. – С. 372-377.
109. Образование упорядоченной антиферромагнитной фазы NiFeMn в бислоях пермаллой/марганец в процессе термомагнитной обработки [Текст] / И. В. Блинов, Т. П. Криницина, А. В. Королев [и др.] // Физика Металлов и Металловедение. – 2014. – Т. 115, №. 4. – С. 360-367.
110. Меньшиков, А. З. Аморфный магнетизм в железоникельмарганцевых сплавах [Текст] / А. З. Меньшиков, В. А. Казанцев, Н. Н. Кузьмин // Письма в ЖЭТФ. – 1976. – Т. 23, №. 1. – С. 6-10.
111. Lee, H. C. Electron microscopy study on the grain-boundary precipitation during aging of Fe-10Ni-5Mn steel [Text] / H. C. Lee, S. H. Mun, D. McKenzie // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2003. – Vol. 34, №. 11. – P. 2421-2428.
112. Anisotropy in antiferromagnets [Text] / K. O'Grady, J. Sinclair, K. Elphick [et al.] // Journal of Applied Physics. – 2020. – Vol. 128, №. 4. – P. 040901.
113. Measurement of the attempt frequency in antiferromagnets [Text] / G. Vallejo-Fernandez, N. P. Aley, J. N. Chapman, K. O'Grady // Applied Physics Letters. – 2010. – Vol. 97, №. 22. – P. 222505.
114. Moze, O. Atomic correlations and magnetic defect disturbances in antiferromagnetic γ -MnNi alloys [Text] / O. Moze, T. J. Hicks // Journal of Physics F: Metal Physics. – 1981. – Vol. 11, №. 7. – P. 1471.
115. Correlation between disordered magnetic phases in ferromagnetic/antiferromagnetic thin films and device-to-device variability of exchange bias in spintronic applications [Text] / K. Akmaldinov, L. Frangou, C. Ducruet [et al.] // IEEE Magnetics Letters. – 2015. – Vol. 6. – P. 1-4.
116. Microstructure of antiferromagnetic layer affecting on magnetic exchange coupling in trilayered Ni-Fe/25 at% Ni-Mn/Ni-Fe films [Text] / M. Tsunoda, Y. Tsuchiya, M. Konoto, M. Takahashi // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1997. – Vol. 171, №. 1-2. – P. 29-44.
117. Hobbs, D. Understanding the complex metallic element Mn. I. Crystalline and noncollinear magnetic structure of α -Mn [Text] / D. Hobbs, J. Hafner, D. Spišák // Physical Review B. – 2003. – Vol. 68, №. 1. – P. 014407.
118. Improved exchange bias of PtCr antiferromagnets with FeMn or Mn addition [Text] / B. Dai, Y. Lei, X. P. Shao, J. Ni // Journal of Alloys and Compounds. – 2010. – Vol. 490, №. 1-2. – P. 427-430.
119. Multilevel interaction between layers in layered film structures [Text] / V. O. Vas'kovskii, P. A. Savin, V. N. Lepalovskii, A. A. Ryazantsev // Physics of the Solid State. – 1997. – Vol. 39, №. 12. – P. 1958-1960.

120. Distribution of blocking temperature in bilayered Ni₈₁Fe₁₉/NiO films [Text] / S. Soeya, T. Imagawa, K. Mitsuoka, S. Narishige, // Journal of Applied Physics. – 1994. – Vol. 76, №. 9. – P. 5356-5360.
121. Bimodal distribution of blocking temperature in exchange-biased ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers [Text] / V. Baltz, B. Rodmacq, A. Zarefy [et al.] // Physical Review B. – 2010. – Vol. 81, №. 5. – P. 052404.
122. Mishra, S. K. Dual behavior of antiferromagnetic uncompensated spins in NiFe/IrMn exchange biased bilayers [Text] / S. K. Mishra, F. Radu, S. Valencia // Physical Review B. – 2010. – Vol. 81, №. 21. – P. 212404.
123. Impact of blocking temperature distribution on the thermal behavior of MnIr and MnPt magnetoresistive stacks [Text] / H. Lv, D. C. Leitaio, K. Pruegl [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – Vol. 477. – P. 68-73.
124. Ali, M. Controlled enhancement or suppression of exchange biasing using impurity δ layers [Text] / M. Ali, C. H. Marrows, B. J. Hickey // Physical Review B. – 2008. – Vol. 77, №. 13. – P. 134401.
125. Моргунов, Р. Б. Уменьшение обменного смещения, вызванное ростом эффективной толщины слоя меди в гетероструктурах NiFe/Cu/IrMn [Текст] / Р. Б. Моргунов, М. В. Бахметьев, А. Д. Таланцев // Физика Твёрдого Тела. – 2020. – Т. 62, №. 11. – С. 1774-1780.
126. Talantsev, A. Effect of NiFeCr seed and capping layers on exchange bias and planar Hall voltage response of NiFe/Au/IrMn trilayer structures [Text] / A. Talantsev, A. Elzwawy, C. G. Kim // Journal of Applied Physics. – 2018. – Vol. 123, №. 17. – P. 173902.
127. Unveiling the Mechanisms Governing the Exchange Coupling and Coercivity Modifications in Annealed or Ion-Irradiated Ir– Mn/Fe/Co and Ir– Mn/Ni– Fe/Co films [Text] / J. B. Salazar, L. G. Pereira, P. L. Grande [et al.] // Physical Review Applied. – 2018. – Vol. 10, №. 6. – P. 064021.
128. Обменные взаимодействия в гетероструктурах NiFe/Ta/IrMn в условиях дефицита Ta [Текст] / Р. Б. Моргунов, А. Д. Таланцев, М. В. Бахметьев, Н. В. Грановский // Физика Твёрдого Тела. – 2020. – Т. 62, №. 6. – С. 915-920.
129. High thermal stability of magnetic tunnel junctions with oxide diffusion barrier layers [Text] / Y. Fukumoto, K. Shimura, A. Kamijo [et al.] // Applied Physics Letters. – 2004. – Vol. 84, №. 2. – P. 233-235.
130. Kocaman, B. Dependence of exchange bias and coercive field on Cu spacer thickness in oblique deposited Co/Cu/CoO multilayers [Text] / B. Kocaman, K. Y. Aktaş, A. C. Basaran // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2021. – Vol. 530. – C. 167926.
131. Portier, X. HREM study of spin valves with MnNi pinning layer [Text] / X. Portier, A. K. Petford-Long, T. C. Anthony // IEEE Transactions on Magnetics. – 1997. – Vol. 33, №. 5. – P. 3679-3681.

132. Herzer, G. Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets [Text] / G. Herzer // IEEE Transactions on Magnetics. – 1990. – Vol. 26, №. 5. – P. 1397-1402.
133. Exchange-bias phenomenon: the role of the ferromagnetic spin structure [Text] / R. Morales, A. C. Basaran, J. E. Villegas [et al.] // Physical Review Letters. – 2015. – Vol. 114, №. 9. – P. 097202.
134. McCord, J. Separation of low-and high-temperature contributions to the exchange bias in Ni₈₁Fe₁₉-NiO thin films [Text] / J. McCord, S. Mangin // Physical Review B. – 2013. – Vol. 88, №. 1. – P. 014416.
135. Baltz, V. Thermally driven asymmetric responses of grains versus spin-glass related distributions of blocking temperature in exchange biased Co/IrMn bilayers [Text] / V. Baltz // Applied Physics Letters. – 2013. – Vol. 102, №. 6. – P. 062410.
136. Bimodal distribution of blocking temperature for exchange-bias ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers: a granular Monte Carlo study with less stable magnetic regions spread over the interface [Text] / G. Lhoutellier, D. Ledue, R. Patte [et al.] // Journal of Physics D: Applied Physics. – 2015. – Vol. 48, №. 11. – P. 115001.
137. Jenkins, S. Enhanced finite size and interface mixing effects in iridium manganese ultra thin films [Text] / S. Jenkins, R. F. L. Evans // Journal of Applied Physics. – 2018. – Vol. 124, №. 15. – P. 152105.
138. Микромагнитный анализ температурных зависимостей гистерезисных свойств поликристаллических пленок с обменным смещением [Текст] / Н. А. Кулеш, М. Е. Москалев, В. О. Васьковский [и др.] // Физика Металлов и Металловедение. – 2021. – Т. 122, №. 9. – С. 917-923.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в рецензируемых изданиях, включённых в перечень ВАК и индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus

- A1. Crystal structure and exchange bias of Ni-Mn-based films [Text] / V. O. Vas'kovskiy, M. E. Moskalev, V. N. Lepalovskij, A. V. Svalov, A. Larrañaga, K. G. Balymov, N. A. Kulesh // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Vol. 777. – P. 264-270.
- A2. Влияние буферного слоя пермаллоя на структурное состояние и гистерезисные свойства многослойных пленок FeNi/NiMn/FeNi [Текст] / М. Е. Москалев, В. Н. Лепаловский, Л. И. Наумова, В. О. Васьковский // Известия Российской Академии Наук. Серия физическая. – 2019. – Т. 83, №. 7. – С. 953-955.
- A3. Tuning of Exchange-Biased Ni-Mn/Fe-Ni Films With High Blocking Temperatures [Text] / M. E. Moskalev, E. V. Kudyukov, V. O. Vas'kovskiy, V. N. Lepalovskij // IEEE Magnetics Letters. – 2019. – Vol. 10. – P. 1-5.
- A4. Structural investigation of magnetron sputtered Ta/Ni_xMn_{100-x}/Ta thin films [Text] / M. E. Moskalev, V. N. Lepalovskij, A. A. Yushkov, V. Y. Kolosov, V. O. Vas'kovskiy // AIP Conference Proceedings. – 2018. – Vol. 2015, №. 1. – P. 020062.

Публикации в сборниках тезисов и материалах российских и зарубежных международных конференций

- B1. Moskalev, M. E. Effect of annealing on exchange bias in Ni_xMn_{100-x}/Fe₂₀Ni₈₀ films [Text] / M. E. Moskalev, V. N. Lepalovskij // 54th International Students Scientific Conference ISSC-2016 : Proceedings. – Novosibirsk, Russia, 2016. – P. 7.
- B2. Реализация обменного смещения в тонких пленках Ni_xMn_{100-x}/Fe₂₀Ni₈₀ [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // Двадцать вторая Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых ВНКФС-22 : материалы Всеросс. конф. – Ростов-на-Дону, 2016. – С. 253-254.
- B3. Moskalev, M. E. Annealing dependence of exchange bias in Ni_xMn_{100-x}/Fe₂₀Ni₈₀ thin films [Text] / M. E. Moskalev, V. N. Lepalovskij, V. O. Vas'kovskiy //, III Международная молодежная научная конференция «Физика. Технологии. Инновации» ФТИ-2016 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2016 – С.49-50.
- B4. Features of exchange coupling in Ni-Mn/Fe₂₀Ni₈₀ films [Text] / V. Lepalovskij [et al.] // VI Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG-2016: Book of Abstracts. – Krasnoyarsk, Russia, 2016. – P. 490.

- B5. Москалев, М. Е. Обменное смещение в многослойных пленках на основе Ni-Mn [Текст] / М. Е. Москалев, В. Н. Лепаловский, В. О. Васьковский // XVII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС-17 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2016. – С. 70.
- B6. Структурные и магнитные свойства пленок Ni-Mn/FeNi [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // Двадцать третья Всероссийская научная конференция студентов-физиков и молодых ученых ВНКФС-23 : материалы Всеросс. конф. – Екатеринбург, 2017. – С. 242-244.
- B7. Effect of annealing on hysteresis properties and crystalline structure of $\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ thin films [Text] / М. Е. Moskalev [et al.] // Moscow International Symposium on Magnetism MISM-2017 : Book of Abstracts. – Moscow, Russia, 2017. – P. 148.
- B8. Особенности обменного смещения в многослойных пленках $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_{30}\text{Mn}_{70}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // XVIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС-18: тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2017. – С. 55.
- B9. Исследование структурного состояния пленок $\text{Ta}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Ta}$, полученных магнетронным распылением [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // V Международная молодежная научная конференция, посвященная памяти Почетного профессора УрФУ В.С. Кортova: «Физика. Технологии. Инновации» ФТИ-2018 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2018. – С. 138-139.
- B10. Влияние буферного слоя пермаллоя на структурное состояние и гистерезисные свойства многослойных плёнок FeNi/NiMn/FeNi [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // XXIII Международная конференция «Новое в магнетизме и магнитных материалах» HMMM XXIII : тез. докл. междунар. конф. – М., 2018. – С. 591.
- B11. Temperature effect in exchange bias in films with a NiMn pinning layer [Text] / М. Е. Moskalev [et al.] // 8th Baikal International Conference «Magnetic Materials. New Technologies» BICMM-2018 : Book of Abstracts. – Иркутск, 2018. – С. 122.
- B12. Exchange bias due to different antiferromagnetic phases of NiMn in NiMn/FeNi thin films [Text] / М. Е. Moskalev [et al.] // 9th Joint European Magnetic Symposia JEMS-2018 : Book of Abstracts. – Mainz, Germany, 2018. – P. 84.
- B13. Partial Structural Transformation of NiMn in Exchange Biased $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_{30}\text{Mn}_{70}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ Thin Films [Text] / М. Е. Moskalev [et al.] // VI Международной молодежной научной конференции: «Физика. Технологии. Инновации» ФТИ-2019 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2019. – С. 150-151.

- B14. Tuning of exchange-biased Ni-Mn/Fe-Ni films with high blocking temperature [Text] / M. E. Moskalev [et al.] // Magnetic Frontiers-2019. Magnetic Sensors : Book of Abstracts. – Lisbon, Portugal, 2019. – P. 124-125.
- B15. Thickness-dependent training effect in exchange-biased NiMn/FeNi thin films [Text] / M. E. Moskalev [et al.] // VII Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism» EASTMAG–2019 : Book of Abstracts. – Ekaterinburg, Russia, 2019. – P. 299-300.
- B16. Микромагнитное моделирование эффекта обменного смещения в поликристаллических тонких пленках [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // VII Международная конференция «Физика. Технологии. Инновации» ФТИ-2020 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2020. – С. 261-263.
- B17. Emergence and Disappearance of Exchange Bias in Ni-Mn/Fe-Ni Thin Films Due to Structural Transformations [Text] / M. E. Moskalev [et al.] // 65th Annual Conference on Magnetism and Magnetic Materials MMM-2020 Virtual Conference : Book of Abstracts. – Palm Beach, USA, 2020. – P. 87.
- B18. Estimating the Anisotropy Constant in an Antiferromagnet Through Exchange Bias in Polycrystalline Ni-Mn/Fe-Ni Films [Text] / M. E. Moskalev [et al.] // IEEE International Magnetism Virtual Conference INTERMAG-2021: Book of Abstracts. – Lyon, France, 2021. – P. 1151.
- B19. Распределение температур блокировок в поликристаллических пленках Ni-Mn/Fe-Ni [Текст] / М. Е. Москалев [и др.] // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред РНИКС-2021 : тез. докл. междунар. конф. – Екатеринбург, 2021. – С. 133.

БЛАГОДАРНОСТИ

Выполнение исследований, лежащих в основе данной диссертации, не было бы возможным без помощи талантливых, профессиональных и отзывчивых людей.

Я глубоко благодарен моему научному руководителю д.ф.-м.н., профессору Владимиру Олеговичу Васьковскому за предложенную тематику исследований, за предоставленную возможность личного и профессионального роста в успешном коллективе мирового уровня, за многочисленные обсуждения результатов и направлений дальнейших исследований, их координирование, за помощь в формулировании ключевых пунктов диссертации и её рецензирование.

Я выражаю искреннюю благодарность к.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Владимиру Николаевичу Лепаловскому за помощь в освоении технологий и методов получения, обработки и аттестации образцов, а также за формирование научно-исследовательского фундамента в мои студенческие годы, в которые Владимир Николаевич являлся моим научным руководителем.

Я крайне признателен сотрудникам Отдела магнетизма твёрдых и Кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов к.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Константину Геннадьевичу Балымову, к.ф.-м.н., научному сотруднику Александру Николаевичу Горьковенко, младшему научному сотруднику Егору Владимировичу Кудюкову, к.ф.-м.н., заведующей сектором Елене Александровне Степановой за проведение температурных измерений, к.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Никите Александровичу Кулешу и д.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Андрею Владимировичу Свалову за координацию исследований и ценную критику, к.ф.-м.н., ведущему научному сотруднику Владимиру Юрьевичу Колосову и младшему научному сотруднику Антону Александровичу Юшкову за проведение исследований методом электронной микроскопии.

Я выражаю благодарность сотрудникам Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН младшему научному сотруднику Денису Игоревичу Девятерикову, д.ф.-м.н., главному научному сотруднику Евгению Алексеевичу Кравцову, к.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Марине Викторовне Макаровой, д.ф.-м.н., главному научному сотруднику Михаилу Анатольевичу Миляеву, к.ф.-м.н., старшему научному сотруднику Ларисе Ивановне Наумовой, а также сотруднику Университета Страны Басков (г. Бильбао, Испания) Ph.D. Aitor Larrañaga Varga за проведение исследований методом рентгеновской дифракции.

Я благодарю своих родителей за поддержку и посвящаю данную работу Софье Валерьевне Антроповой.