

ОТЗЫВ

Официального оппонента на диссертационную работу Москалева Михаила Евгеньевича «Закономерности формирования и механизмы обменного смещения в поликристаллических плёнках Ni-Mn/Fe-Ni», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Актуальность работы

Эффект обменного смещения, заключающийся в сдвиге петли гистерезиса по оси поля, используется в системах магнитной записи, а также в магнитных датчиках. Это явление характерно для композиционных материалов с обменно-связанными ферро- и антиферромагнитной фазами. Несмотря на значительный срок применения материалов с обменным смещением, остается множество нерешенных вопросов о деталях механизма обменного смещения, а также о влиянии структуры материалов, демонстрирующих этот эффект, на его величину и температурное поведение. Недостаток такого понимания затрудняет прогресс в технологиях, использующих эффект обменного смещения. В этой связи тема работы, связанная с изучением закономерностей формирования и механизмов обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni представляется весьма актуальной. Пленки с обменно-связанными ферромагнитными и антиферромагнитными слоями являются удобным объектом для изучения эффекта обменного смещения, поскольку позволяют жестко контролировать пространственное положение фаз, их форму и размеры. Приготовление и исследование магнитных пленок с обменно-связанными ферромагнитными (Fe-Ni) и антиферромагнитными (Ni-Mn) слоями описанное в диссертации, требует решения ряда материаловедческих и экспериментальных задач. Исследование и оптимизация эффекта обменного смещения таких элементов, делают эту работу весьма актуальной.

Оценка проведенного исследования и полученных результатов

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы.

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы ее задачи, отмечена новизна, научное и практическое значение результатов, а также приведены сведения об апробации работы.

В 1-й главе представлен обзор сведений, касающихся эффекта обменного смещения. Рассмотрены различные модели, используемые для описания обменного смещения в тонких магнитных плёнках. Даны основные сведения

о структуре и свойствах сплавов Ni-Mn, необходимые для дальнейшего понимания эффекта обменного смещения в плёнках со слоем Ni-Mn. Показано, что плёнка пермаллоя на подслое Ni-Mn способна проявлять стабильный эффект обменного смещения. В итоге становится ясной необходимость детального экспериментального исследования корреляций данного эффекта со структурой слоев, и температурой.

Во 2-й главе описаны детали приготовления исследуемых в работе пленочных структур Ni-Mn/Fe-Ni методом магнетронного распыления. Даны детали термообработки для наведения обменного смещения. Описаны приготовленные серии пленок. Приведены методы и детали контроля химического состава слоев, их толщины и рельефа. Описаны методики исследования структуры, включающие просвечивающую электронную микроскопию и рентгеноструктурный анализ. Показана методика исследования магнитных свойств образцов с помощью магнитооптического Керр-микроскопа, вибрационного магнитометра в широком диапазоне температур.

Также в главе детально описан измерительный протокол, позволяющий изучить распределение температур блокировки в системе антиферромагнитных гранул, обменно-связанных с ферромагнитным слоем пермаллоя. Протокол основан на представлении об определяющей роли тепловых флуктуаций в системе антиферромагнитных гранул на температурное поведение величины обменного смещения.

В 3-й главе исследована роль вспомогательного слоя Fe-Ni на структуру и обменное смещение в пленках $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ta}$. Здесь буферный слой тантала (5 нм) задает кристаллическую текстуру (111) в осажденном поверх него тонком вспомогательном слое пермаллоя (от 5 нм), на который, в свою очередь, осажден слой Ni-Mn (до 20 нм). Значительно более толстый слой пермаллоя (40 нм), осажденный на поверхность этой структуры являлся основным источником магнитного сигнала - индикатором обменного смещения. Приведены результаты исследования влияния условий отжига, наличия и толщины тонкого вспомогательного слоя пермаллоя, состава и толщины слоя Ni-Mn и температуры измерения на структуру и магнитные свойства, включая величину обменного смещения. Также изучено влияние на обменное смещение и коэрцитивную силу типа и толщины дополнительной прослойки между слоем Ni-Mn и основным слоем пермаллоя.

В результате исследований установлено следующее. Показано, что отжиг приводит к последовательному формированию гамма- Ni-Mn, а затем тета-Ni-Mn. Показано, что формированию последних способствует буферный слой Fe-Ni. Для исходных и отожженных пленок Ni-Mn разного состава установлено, что величина обменного смещения коррелирует с количеством фаз гамма- Ni-Mn и тета-Ni-Mn. Также

показано, что отжиг приводящей к формированию тета-Ni-Mn, изменяет температурную зависимость свойств. Оказалось, что свойства пленок немонотонно меняются с отжигом. В наиболее оптимальных образцах получено смещение 35-50 Э, а температуры до которых наблюдается эффект составляют 650-700 К. Увеличение толщины слоя Ni-Mn способствует увеличению поля обменного смещения и температуры исчезновения эффекта обменного смещения. Введение ультратонкой прослойки тантала, гадолиния, либо Al_2O_3 между слоем Ni-Mn и основным слоем пермаллоя ослабляет межслойное обменное взаимодействие и затрудняет формирование фазы тета-NiMn, что в конечном итоге приводит к уменьшению обменного смещения.

В фокусе 4-й главы подробное изучение структуры слоя Ni-Mn, играющего ключевую роль в эффекте обменного смещения. Основные данные здесь получены методами рентгеновской дифракции, а также сопоставлением их с данными по магнитным свойствам. Подробно исследованы как структуры Ta/Ni_xMn_{100-x}/Ta, не содержащие пермаллоя, так и пленки Fe-Ni/Ni-Mn/Fe-Ni.

Показано, что соседние слои пермаллоя способствуют кристаллизации и формированию текстуры в слое Ni-Mn (изначально рентгеноаморфном), способствуют формированию гамма- Ni-Mn и тета-Ni-Mn при тепловой обработке. Выполнено детальное количественное исследование стимулированных тепловой обработкой структурных превращений: рентгеноаморфный Ni-Mn → гамма-Ni-Mn → тета-Ni-Mn → распад тета-Ni-Mn. В сопоставлении с данными по магнитным свойствам это выглядит, количественным подтверждением общих закономерностей, предварительно и сформулированных в 3-й главе. В качестве одного из механизмов участвующих в процессе структурных преобразований обсуждается межслойная диффузия в составной пленочной структуре.

В 5-й главе автор сосредоточился на исследовании температурного поведения обменного смещения в плёнках Ni-Mn/Fe-Ni. Это исследование выполнено на образцах, демонстрирующих изначально наиболее выраженный эффект обменного смещения и демонстрирующих эффект смещения в наибольшем диапазоне температур.

Первоначально использован протокол измерений после охлаждения образца отожжённого в положительном (FC+) и отрицательном (FC-) поле из состояния с обратимым температурным поведением. Этот протокол близок по духу к известному протоколу ZFC-FC (отогрев образца после охлаждения в нулевом и конечном поле) направленном на разделение обратимых и необратимых процессов в магнитной подсистеме материала. Благодаря этому установлена температура (250 К) выше которой процессы в магнитной подсистеме могут рассматриваться как обратимые. Среднее арифметическое обменных смещений, полученных в

результате FC+ и FC- показывает протяженный по температуре (от 80 К до 375 К) участок линейного возрастания, совпадающий с обратимым ростом обменного смещения выше 250 К. Опираясь на представления о формировании обменного смещения в результате обменного взаимодействия пермаллоя с частицами антиферромагнетика с термически дестабилизированным перемангничиванием, автор использовал протокол измерений позволяющий детально восстановить распределения температур блокировки таких частиц. В результате этих измерений на серии пленок с различной толщиной слоя Ni-Mn определены медианные температуры блокировки частиц антиферромагнитного слоя и далее, с использованием структурных данных, оценена средняя эффективная константа магнитной анизотропии. Показано, что эти величины растут с увеличением толщины слоя Ni-Mn.

К наиболее **важным и новым научным результатам**, полученным диссертантом, можно отнести следующее:

Выявлена последовательность фазовых превращений слоя Ni-Mn в процессе тепловой обработки слоистой наноструктуры $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ta}$, приготовленной магнетронным напылением: рентгеноаморфный Ni-Mn $\rightarrow$ гамма-Ni-Mn $\rightarrow$ тета-Ni-Mn $\rightarrow$ распад тета-Ni-Mn.

Впервые достоверно установлено соответствие величины и особенностей температурного поведения поля обменного смещения в плёнках, содержащих обменно-связанные слои Ni-Mn и Fe-Ni с фазовым составом слоя Ni-Mn изменяющимся в процессе тепловой обработки.

Показано, что величина обменного смещения в слоистой структуре на основе Ni-Mn/Fe-Ni связана как с обратимыми изменениями в магнитной подсистеме, так и с необратимыми структурными превращениями.

Эти результаты вскрывают новые сложные взаимосвязи между свойствами и структурой, характерные для физики наноструктур. Неожиданность и новизна этих находок подчеркивают непреходящую важность экспериментальных исследований в физике магнитных материалов.

Практическая значимость работы

В результате обширного исследования выявлены параметры слоистой наноструктуры $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ni}_x\text{Mn}_{100-x}/\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}/\text{Ta}$ демонстрирующей максимальную величину и наилучшую температурную стабильность обменного смещения. Это создает базу для установления технологических регламентов приготовления улучшенных функциональных элементов на основе обменного смещения используемых в системах обработки информации.

Решение проблемы оптимальной структуры, осуществленное в работе, оказалось возможным только благодаря проведению комплексных поисковых исследований, включающих разработки в области технологии получения пленок, а также новые подходы в области протоколов тепловой обработки и эксперимента. Сама же работа, помимо прочего, может рассматриваться как методический задел для дальнейших поисковых работ в этом направлении.

В качестве замечаний можно отметить следующее.

1. Интересной находкой работы является наблюдение рентгено-аморфного состояния слоя Ni-Mn. Получен ли здесь аморфный сплав Ni-Mn, либо нанокристаллический сплав с ультратонкими кристаллитами, отдельный интерес представляет исследование его свойств. Помимо общего интереса, вопрос структуры и свойств этой составляющей слоя Ni-Mn, по-видимому, выступающей как материал матрицы, в которой формируются кристаллиты гамма- Ni-Mn, важен для понимания явлений, происходящих в магнитной подсистеме исследуемых пленок. Является ли это состояние магнитно-упорядоченным, спин-стекольным, парамагнитным? К сожалению, ответов на эти вопросы в работе нет.
2. В качестве реперных точек по температуре автор ссылается на температуры Нееля фаз объемных сплавов Ni-Mn. В кристаллитах размером порядка единиц нанометра эти температуры могут быть значительно снижены. Это следует принимать во внимание при интерпретации температурного поведения нанослоя Ni-Mn.
3. В работе утверждается, что температурное поведение обменного смещения может определяться как явлениями в магнитной подсистеме, так и структурными превращениями. К сожалению, четкого разделения этих превращений не дано. Важно, что температурное поведение, связанное с магнитной подсистемой, как правило обратимо, а связанное со структурными превращениями в случае данной работы – нет. В этой связи представляется неудачным использование термина «температура блокировки» для обозначения температуры выше которой обменное смещение исчезает. Традиционно этот термин используется для температуры исчезновения магнитного гистерезиса в результате термически активированного перемангничивания наночастиц. Термин может быть уместен в рамках интерпретации измерений по авторскому протоколу, связанному с охлаждением от различных температур активации, но не для явлений, связанных с необратимыми структурными превращениями.

4. Эффективная константа анизотропии K_{eff} , оцененная из температуры блокировки по формуле 2.1 упоминается как характеристика всего антиферромагнитного слоя Ni-Mn. В обзорной же главе автор показывает, что это характеристика не слоя, а наночастиц антиферромагнитной фазы размещенных в слое. Для реализации термоактивационного перемагничивания частиц они должны быть обменно-изолированными. В качестве таких наночастиц автор принимает кристаллиты слоя Ni-Mn. На каком основании условие их обменной изоляции считается выполненным?
5. Величина K_{eff} , согласно (2.1) определяется величиной термоактивационного объема. Автор считает, что этот объем тождественен объему кристаллита Ni-Mn. Для численной оценки использованы неявные предположения что: кристаллит Ni-Mn имеет форму цилиндра, с диаметром равным размеру кристаллита в слое Fe-Ni и высотой равной толщине слоя Ni-Mn. Эти упрощения могут вносить значительные погрешности в итоговую величину K_{eff} .
6. Температурная зависимость K_{eff} , обсуждаемая в связи с рис. 5.7 представляется спорным результатом, поскольку по оси абсцисс дана измеряемая величина (равная T_b), а по оси ординат вычисленная из нее K_{eff} . На мой взгляд, смысл экспериментальной находки может иметь только такая корреляция двух величин, каждая из которых измерена независимо. Кроме того, термо-активационное перемагничивание частиц в теории Нееля, приводящее к формуле (2.1) предполагает, что константа анизотропии не зависит от температуры.

Данные замечания носят рекомендательный либо дискуссионный характер и не портят общего положительного впечатления от интересной и очень емкой работы.

Общий вывод

Анализ диссертации Москалева М.Е. позволяет сделать заключение о достаточно высоком научном уровне и практической значимости полученных в ней результатов. Материал подается автором в последовательности, продиктованной поставленной целью и раскрывающими ее задачами. Выполненные оценки и расчеты хорошо согласуются с экспериментальными данными, что указывает на их достоверность. Результаты работы хорошо опубликованы и прошли всестороннюю апробацию на российских и международных конференциях.

В целом, считаю, что работа Москалева М.Е. представляет собой самостоятельное законченное исследование, в котором содержится решение

важной научной задачи, связанной с установлением закономерностей и механизмов формирования обменного смещения, а также его температурного поведения в плёнках типа Ni-Mn/Fe-Ni, полученных методом магнетронного распыления.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации и представленные в ней выводы. Диссертационное исследование соответствует отрасли физико-математических наук пунктов 2 и 5 паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений, а по своему научному уровню, значению и достоверности результатов полностью соответствует требованиям пункта 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации №842 от 24 сентября 2013 г., предъявляемым к кандидатским диссертациям. Таким образом, Москалев Михаил Евгеньевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Официальный оппонент

доктор физико-математических наук, доцент,
заведующий лабораторией физики магнитных плёнок

Комогорцев Сергей Викторович

19.11.21 Дата

Институт физики им. Л. В. Киренского Сибирского отделения
Российской академии наук – обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН

Адрес: 660036, г. Красноярск, Академгородок, д. 50, стр. 38

Тел. +7(391) 243-26-35

Факс +7(391)243-89-23

E-mail: komogor@iph.krasn.ru

Ученый секретарь

Института физики им. Л. В. Киренского Сибирского отделения Российской
академии наук – обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН

к.ф.-м.н.



Злотников А.О.

С отзывом ознакомлен
(Москалев М.Е.)
03.12.2021

**СВЕДЕНИЯ
об официальном оппоненте**

Фамилия, Имя, Отчество (полностью)	Место основной работы - полное наименование организации (с указанием полного почтового адреса, телефона (при наличии), адреса электронной почты (при наличии)), должность, занимаемая им в этой организации (полностью с указанием структурного подразделения)	Ученая степень (с указанием отрасли наук, шифра и наименования научной специальности, по которой им защищена диссертация в соответствии с действующей Номенклатурой специальностей научных работников)	Ученое звание
Комогорцев Сергей Викторович	Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Федеральный исследовательский центр «Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» (ФИЦ КНЦ СО РАН) Институт Физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук – обособленное подразделение ФИЦ КНЦ СО РАН (Российская Федерация, 660036, г. Красноярск, Академгородок, 50, строение № 38 Телефон: +7(391) 243-26-35 Факс : +7(391) 243-89-23, dir@iph.krasn.ru, http://kirensky.ru), заведующий лабораторией физики магнитных пленок	Доктор физико-математических наук по специальности 01.04.11 – Физика магнитных явлений	доцент по специальности «Физика магнитных явлений»

Основные публикации по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не более 15 публикаций):

Список работ имеющих отношение к теме диссертации

1. S.V. Komogortsev, S.V. Stolyar, L.A. Chekanova, R.N. Yaroslavtsev, O.A. Bayukov, D.A. Velikanov, M.N. Volochaev, P.E. Eroshenko, R.S. Iskhakov, Square plate shaped magnetite nanocrystals, J. Magn. Magn. Mater. 527 (2021) 167730.
2. V.A. Fel'k, S. V. Komogortsev, Ferromagnetic resonance in a microtube, J. Appl. Phys. 129 (2021) 183904.
3. S. V. Komogortsev, D.A. Balaev, A.A. Krasikov, S. V Stolyar, R.N. Yaroslavtsev, V.P. Ladygina, R.S. Iskhakov, Magnetic hysteresis of blocked ferrihydrite nanoparticles, AIP Adv. 11 (2021) 015329.
4. V.V. Balashev, K.S. Ermakov, A.Y. Samardak, A.V. Ognev, A.S. Samardak, S.V. Komogortsev, M.N. Volochaev, A.S. Tarasov, V.V. Korobtsov, Crystal texture-dependent magnetic and magnetotransport properties of half-metallic Fe₃O₄ films grown on oxidized Si substrates by reactive deposition, J. Alloys Compd. 815 (2020) 152398.
5. S. V. Komogortsev, G.S. Krainova, N. V. Il'in, V.S. Plotnikov, L.A. Chekanova, I. V. Nemtsev, G.Y. Yurkin, R.S. Iskhakov, D.A. Yatmanov, Features of the Ferromagnetic

