

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

На правах рукописи

Чупраков Станислав Александрович

СТРУКТУРА И ИНТЕРФЕЙСЫ КОБАЛЬТСОДЕРЖАЩИХ
СВЕРХРЕШЁТОК И НАНОПРОВОЛОК ПО ДАННЫМ ЯДЕРНОГО
МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА

1.3.12. Физика магнитных явлений

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физико-математических наук
Оглобличев Василий Владимирович

Екатеринбург – 2023

Оглавление

Список сокращений и условных обозначений, использованных в диссертации.....	5
Введение.....	6
1 Литературный обзор	15
1.1 Эффект гигантского магнитосопротивления.....	15
1.2 Ядерный магнитный резонанс и сверхтонкие взаимодействия.....	18
1.3 ЯМР в сверхрешётках Co/Cu.....	24
1.3.1 Основы ЯМР в сверхрешётках Co/Cu.....	24
1.3.2 Кристаллические фазы и направление роста текстуры в сверхрешётках Co/Cu.....	27
1.3.3 Влияние методики приготовления и состава подложка/буфер на структуру сверхрешёток Co/Cu	31
1.3.4 Влияние термообработки на структуру сверхрешёток Co/Cu.....	37
1.4 Кобальтсодержащие нанопроволоки.....	40
1.5 Моделирование интерфейсов сверхрешёток Co/Cu	42
1.6 Краткие выводы.....	45
2 Образцы и методика эксперимента	47
2.1 Образцы.....	47
2.2 Методы приготовления образцов	47
2.2.1 Методика магнетронного распыления.....	47
2.2.2 Методика подготовки подложек	49
2.2.3 Термообработка	49
2.2.4 Методика приготовления нанопроволок	49
2.3 Методы исследования	50
2.3.1 Методика измерения магнитосопротивления	50
2.3.2 Методика исследования микроструктуры образцов	51
2.3.3 Рентгеноструктурные методы	52
2.3.4 Методика ядерного магнитного резонанса	53

3 Влияние числа бислоёв в сверхрешётках Co/Cu на состояние межслойных границ	62
3.1 Сверхрешётки Co/Cu с буферным слоем железо	62
3.1.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железо	63
3.1.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железо.....	63
3.1.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с буферным слоем железо	66
3.2 Сверхрешётки Co/Cu с композитным буферным слоем пермаллой-хром	68
3.2.1 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем пермаллой-хром	69
3.2.2 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с буферным слоем пермаллой-хром	71
3.3 Сравнение сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железо и пермаллой-хром	74
Выводы по главе 3.....	76
4 Влияние толщины немагнитного слоя Cu на состояние интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu	77
4.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешёток Co/Cu с различной толщиной медного слоя	78
4.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с различной толщиной медного слоя	78
4.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с различной толщиной медного слоя	81
Выводы по главе 4.....	84
5 Изменение состояния межслойных границ сверхрешёток [Co/Cu] ₁₀ после термообработки .	86
5.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешёток [Co/Cu] ₁₀ после термообработки	87
5.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток [Co/Cu] ₁₀ после термообработки	89
5.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках [Co/Cu] ₁₀ после термообработки.....	91

5.4 Вероятность рассеяния электронов на интерфейсах в сверхрешетках [Co/Cu] ₁₀ после термообработки	94
Выводы по главе 5	96
6 ЯМР спектроскопия кобальтсодержащих нанопроволок.....	98
6.1 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволоках из чистого Co.....	98
6.2 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволоках CoCu	99
6.3 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволок Co/Cu.....	100
Выводы по главе 6.....	102
7 3D-моделирование интерфейсов сверхрешёток Co/Cu и кобальтсодержащих нанопроволок	103
7.1 Оценка интенсивности линии на 218 МГц	103
7.2 Внедрение меди в кобальт, модель «остров»	104
7.3 Внедрение кобальта в медь, модель «остров».....	112
7.4 Внедрение меди в кобальт, модель «стена»	114
7.5 Кластеры меди в объёме кобальта.....	115
7.6 Внедрение меди в кобальт в нанопроволоках Co/Cu.....	120
Выводы по главе 7.....	122
Заключение	124
Список работ автора	125
Список литературы	127

Список сокращений и условных обозначений, использованных в диссертации

ГМС – эффект гигантского магнитосопротивления

ЯМР – ядерный магнитный резонанс

XRR – X-RAY reflectivity, рентгеновская рефлектометрия

МС – магнитосопротивление

ФМ – ферромагнитный

R_{ap} – сопротивление образца при антипараллельной ориентации намагниченности в соседних слоях.

R_p – сопротивление образца при параллельной ориентации намагниченности в соседних слоях.

$R(0)$ – сопротивление образца в нулевом магнитном поле.

$R(H)$ – сопротивление образца в магнитном поле H

H_{hf} – сверхтонкое поле

N – плотность состояний

E_F – энергия Ферми

l – средняя длина свободного пробега электронов.

МЛЭ – молекулярно-лучевая эпитаксия.

a – постоянная решётки.

РЧ-поле – радиочастотное поле.

V_B – напряжение сдвига

$T_{отж}$ – температура отжига

R_s – поле магнитного насыщения

Θ_k – критический угол отражения

τ_p – длительность РЧ-импульса

$t_{зад}$ – временной промежуток между импульсами

Введение

Актуальность темы исследования и степень ее разработанности

Работа направлена на решение фундаментальной проблемы физики магнитных явлений - природа спинового транспорта в многослойных наноструктурах, сформированных из магнитных и немагнитных слоёв. Магнитные слои представляют собой $3d$ -ферромагнитный металл или сплав (Co, Fe, CoFe), немагнитные слои - немагнитный металл или сплав (Cu, Ag, CuIn) [1-5]. Такие слоистые наноструктуры имеют широкое применение в различных технических приложениях (магнитные сенсоры, устройства спинтроники, автомобильная промышленность [6-10]) в связи с обнаружением в них необычных эффектов и свойств, в частности, эффекта гигантского магнитосопротивления (ГМС) [11, 12].

Согласно существующим сегодня представлениям природа необычных эффектов и свойств в наноструктурах Co/Cu связана с особенностями межслойного обменного взаимодействия и со специфической спиновой зависимостью рассеяния электронов проводимости от типа магнитного упорядочения как внутри слоев, так и на межслойных границах [13]. Особое значение имеет состояние и структура межслойных границ, которые оказывают влияние на магниторезистивные свойства многослойных структур [14-16]. Исследование интерфейсов и границ требует привлечения локальных методов исследования: мессбауэровской спектроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции, рентгеновской рефлектометрии, EXAFS [17-20]. Все методы являются взаимодополняющими, но при этом они не дают полной информации о структуре нанообъектов. Например, рентгеновская дифракция позволяет хорошо исследовать правильные упаковки объемного кобальта, в то время как при исследовании наноразмерных систем рефлексы в рентгенограмме сильно уширяются, и она становится малоинформативной. Состояние интерфейсов можно изучать и с помощью рентгеновской рефлектометрии, но данные, полученные этим методом, обрабатываются с помощью программного обеспечения с большим количеством параметров, что значительно увеличивает погрешность их определения. Модель, используемая в программном пакете для обработки рефлектограмм, имеет ограничения, связанные с толщинами слоёв и среднеквадратичной шероховатостью интерфейсов. Сложность применения рефлектометрии для исследования сверхрешёток Co/Cu обусловлена также низкой контрастностью рентгеновских свойств кобальта и меди. Мессбауэровская спектроскопия дает детальную информацию о состоянии интерфейсов только для многослойных систем, содержащих изотоп ионов железа ^{57}Fe [17, 18].

Среди локальных методов исследования важное место занимает метод ядерного магнитного резонанса, возможности которого были ранее многократно и успешно продемонстрированы при исследовании состава и структуры магнитоупорядоченных веществ как в объеме, так и на интерфейсах пленочных материалов [14-16].

В настоящее время опубликован ряд работ, посвящённых изучению интерфейсов в многослойных системах Co/Cu с использованием ядерного магнитного резонанса [21-23]. Однако результаты этих исследований, в большинстве своем, не системны относительно влияния различных параметров (материал подложки и буферного слоя [24-28], число пар слоёв [29, 30], толщина магнитных и немагнитных слоёв [24, 31, 32], режим термообработки [33, 34], методика и режим приготовления [35-37]) на строение интерфейсов и роли этих особенностей в эффекте ГМС. Перечисленные работы выполнены разными научными группами с использованием разного оборудования и методологическими особенностями, так что последовательное и систематическое исследование кобальтсодержащих сверхрешёток, при варьировании минимального числа параметров и сохранении постоянства условий эксперимента, является актуальным. Необходимо отметить, что в сверхрешётках Co/Cu, приготовленных в ИФМ УрО РАН, к началу работы над диссертацией, значение магнитосопротивления достигало 40 %. Исследования, изложенные в диссертации, шли параллельно с развитием технологии магнетронного распыления в ИФМ УрО РАН, которая позволила получить сверхрешётки Co/Cu с магнитосопротивлением свыше 60 %. Другим важным классом низкоразмерных систем являются нанопроволоки, где длина объекта значительно превосходит его диаметр. Нанопроволоки бывают следующих типов: гомогенные – состоящие из одного или нескольких металлов, гетерогенные – слоистые нанопроволоки, где чередуются слои различных металлов. Формирование и строение кобальтсодержащих нанопроволок до настоящего времени изучено мало, особенно методом ЯМР.

Значительный интерес представляет моделирование исследуемых наноструктур и интерфейсов в целях объяснения спектров ЯМР. В работах [24, 27, 38-40] были предложены двумерные модели межслойных границ в сверхрешётках Co/Cu. Принимая во внимание, что интерфейсы являются важным источником рассеяния электронов проводимости [14-16], а структура интерфейсов зависит от наличия и типа текстуры в сверхрешётке, задача трёхмерного моделирования интерфейсов и сопоставление результирующих модельных спектров ЯМР с экспериментальными является актуальной и важной.

Таким образом, применение метода ЯМР является основой для построения трёхмерных моделей наноструктур типа сверхрешётки и нанопроволоки, позволяющих подробно описать системы пониженной размерности.

Связь работы с научными программами и темами

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме “Спин” (2014-2016 г.г. № госрегистрации 01201463330, 2018-2020 № госрегистрации № АААА-А18-118020290104-2) при поддержке грантов президиума РАН № 12-П-2-1051, № 15-9-2-44, № 18-10-2-37, РФФИ (Российский фонд фундаментальных исследований) № 16-32-00128. Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (шифр «Функция» Г.р.№ АААА-А19-119012990095-0).

Целью работы является выявление особенностей структуры и интерфейсов кобальтсодержащих сверхрешёток и нанопроволок в зависимости от числа бислоёв, режима термообработки, типа буферного слоя и толщины немагнитного слоя методом ядерного магнитного резонанса.

Задачи работы заключаются в следующем:

1. Создать датчик и поставить методику исследования кобальтсодержащих сверхрешёток и нанопроволок методом ядерного магнитного резонанса;
2. Установить характер влияния состояния интерфейсов, по данным метода ядерного магнитного резонанса на ядре кобальта (^{59}Co), на величину эффекта гигантского магнитосопротивления посредством варьирования параметров сверхрешёток Co/Cu: число бислоёв, тип буферного слоя, температура отжига, толщина немагнитного слоя.
3. Выявить структурные особенности нанопроволок из чистого кобальта, гомогенных нанопроволок $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$, гетерогенных нанопроволок Co/Cu методом ядерного магнитного резонанса на ядре кобальта (^{59}Co);
4. Построить трёхмерные модели интерфейсов в кобальтсодержащих сверхрешётках и гетерогенных нанопроволоках, модель структуры гомогенных нанопроволок CoCu для интерпретации экспериментальных данных ядерного магнитного резонанса.

Объектами исследования являются кобальтсодержащие сверхрешётки и нанопроволоки.

Предметом исследования являются структурные особенности межслойных границ и структура слоев в сверхрешётках Co/Cu, а также структурные особенности кобальтсодержащих нанопроволок.

Научная новизна работы. В работе методом ЯМР впервые системно исследованы структурные особенности межслойных границ в сверхрешётках Co/Cu в зависимости от числа бислоёв, типа буферного слоя, температуры отжига, толщины немагнитного слоя при неизменных параметрах эксперимента, влияние состояния межслойных границ на величину ГМС, выявлены структурные особенности кобальтсодержащих нанопроволок. Впервые построены трёхмерные модели, которые позволили интерпретировать экспериментальные

спектры ЯМР кобальтсодержащих сверхрешёток и нанопроволок. Научная новизна диссертационной работы отражена в следующих **положениях, выносимых на защиту:**

1. При использовании в сверхрешётке Co/Cu буферного слоя Fe, увеличение числа пар слоёв более десяти, приводит к увеличению шероховатости межслойных границ, уменьшению доли высокосовершенных границ;
2. При использовании в сверхрешётке Co/Cu буферного слоя NiFeCr, увеличение числа бислоёв не приводит к уменьшению доли высокосовершенных границ, что позволяет получить сверхрешётки Co/Cu с высокими значениями магнитосопротивления;
3. Увеличение толщины медного слоя и повышение температуры термообработки приводит к увеличению шероховатости интерфейсов и уменьшению доли высокосовершенных границ;
4. В нанопроволоках из чистого Co формируется два типа кристаллической структуры: ГЦК и ГПУ, с преобладанием ГЦК фазы; в нанопроволоках Co₈₀Cu₂₀ доминирует ГЦК фаза кобальта, в которой формируются кластеры меди; в гетерогенных нанопроволоках Co/Cu шероховатость интерфейсов превосходит шероховатость интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu.

Научная и практическая значимость работы

1. Полученные в настоящей работе результаты дополняют и развивают современные представления об особенностях формирования и строения межслойных границ и влияния их на величину магнитосопротивления в магнитных сверхрешётках;
2. Продемонстрирована эффективность использования метода ЯМР для изучения особенностей строения межслойных границ в магнитных сверхрешётках, а также структурных особенностей кобальтсодержащих нанопроволок;
3. Построены трёхмерные модели интерфейсов сверхрешёток Co/Cu и кобальтсодержащих нанопроволок, позволяющие интерпретировать экспериментальные спектры ЯМР.

Методология и методы исследования

Сверхрешётки Co/Cu были приготовлены в лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН (г. Екатеринбург) на напылительной системе магнетронного распыления MPS-4000-C6 (Ulvac). Нанопроволоки приготовлены однованновым методом гальванического осаждения в ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН (г. Москва).

Измерение магниторезистивных характеристик выполнено на вибрационном магнитометре АВМ-1 в лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН. Основным методом исследования является метод ЯМР. Сигналы ЯМР детектировали методом спинового эха на модернизированном импульсном фазокогерентном спектрометре ЯМР SXP 4100 фирма “Bruker”. Электронно-микроскопические исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования отдела электронной микроскопии ИФМ УрО РАН на электронных просвечивающих микроскопах Philips «CM-30 SuperTwin» и Tecnaï Tecnaï «G2 30 Twin». Рентгеноструктурные исследования (дифракция, рефлектометрия) выполнены на рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2 в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН и на рентгеновском дифрактометре ДРОНЗ-М в лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН. Моделирование рефлектограмм выполнено в программном комплексе PANalytical X`Pert Reflectivity. Термообработка сверхрешёток Co/Cu выполнено в вакуумной установке, построенной на основе откачного поста ВОС Edwards, в лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН.

Достоверность полученных результатов обеспечивается применением широко апробированных методов приготовления и аттестации образцов, записи спектров ядерного магнитного резонанса и рентгеновских рефлектограмм, надёжной воспроизводимостью результатов, корректностью обработки экспериментальных данных. Результаты исследований, приведенные в диссертации, согласуются между собой и не противоречат известным научным представлениям и результатам.

Личный вклад автора

Постановка цели и задач исследования проведена диссертантом Чупраковым С.А. совместно с научным руководителем Оглобличевым В.В. Автор лично проводил регистрацию спектров ЯМР, моделирование спектров ЯМР, моделирование рефлектограмм, разработку трёхмерных моделей. Автор принимал непосредственное участие в обсуждении результатов, изложенных в диссертации, в формулировке ее основных положений и выводов, в обобщении и опубликовании полученных результатов. Датчик ЯМР разработан и изготовлен автором совместно с Верховским С.В. и Матвеевым С.А. Магнитометрические измерения были выполнены Банниковой Н.С. на оборудовании лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН. Электронно-микроскопические измерения проведены Кренициной Т.П. Запись рентгеновских дифрактограмм и рефлектограмм проведена Макаровой М.В. Все электронно-микроскопические и рентгеноструктурные измерения выполнены в Центре коллективного

пользования ИФМ УрО РАН. Нанопроволоки предоставлены Загорским Д.Л. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН). Обсуждение всех результатов исследований были выполнены автором совместно с научным руководителем Оглобличевым В.В., Поповым В.В., а также Миляевым М.А. и Устиновым В.В. Материал диссертации неоднократно докладывался автором лично на международных и российских конференциях.

Апробация результатов

Результаты работы были доложены на следующих международных и всероссийских конференциях: XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13) (Екатеринбург, 7-14 ноября 2012); 8-th International Symposium on Metallic Multilayers (MML 2013) (Japan, Kyoto, 19-24 May 2013); V Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism:Nanomagnetism» (EASTMAG-2013) (Владивосток, 15-21 сентября, 2013); International Conference «Nanotech.Advanced Materials & Application» (Nanotech-2014) (USA, Washington, DC, 15-18 июня, 2014); XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-15) (Екатеринбург, 13-20 ноября, 2014); 2-International Conference on Nanomagnetism and Spintronics (RTNSA-2015) (Spain, Ordizia, 30 июня - 3 июля, 2015); XVII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-17) (Екатеринбург, 15-22 ноября, 2016); International Conference on Magnetism and Spintronics (Sol-SkyMag 2017) (Spain, San Sebastian, 19-23 июня, 2017); Moscow International Symposium on Magnetism (MISM-2017) (Москва, 1-5 июля, 2017); Научная сессия ИФМ УрО РАН по итогам 2017 г. (Екатеринбург 2018 г.); VII Euro-Asian Symp. «Trends in MAGnetism» (EASTMAG-2019) (Екатеринбург, 8-13 сентября, 2019); XXVI Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника» (Нижний Новгород, 14-17 марта, 2022).

Соответствие паспорту специальности. Содержание диссертации соответствует пункту 3 «Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий», пункту 4 «Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств», пункту 5 «Исследование явлений, связанных с взаимодействием различного рода электромагнитных излучений и потоков элементарных частиц с магнитными моментами вещества или его структурных составляющих: атомов, атомных ядер, электронов (парамагнитный, ферромагнитный, ядерный магнитный, ядерный гамма резонансы и др.)», пункту 6 «Моделирование свойств и физических явлений в материалах с различными видами магнитного

упорядочения, а также в композитных структурах на их основе» паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Публикации по результатам работы. Результаты, представленные в данной диссертации, изложены в 8 статьях в рецензируемых журналах, включённых в Перечень ВАК и индексируемых в Web of Science [A1-A8]. Результаты работы были представлены на 11 российских и международных конференциях [A9 – A19].

Объем и структура диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, семи , заключения и списка цитируемой литературы, содержащего 111 наименований. Общий объем диссертации составляет 137 страниц, включая 10 таблиц, 98 рисунков.

Во введении обсуждается актуальность рассматриваемой проблемы.

В первой главе дано описание эффекта гигантского магнитосопротивления, приведен краткий обзор систем, где наблюдается этот эффект. Рассмотрено формирование сверхтонкого поля на ядрах кобальта, позволяющее выполнять эксперименты методом ЯМР в отсутствие внешнего магнитного поля. Представлен обзор современных представлений о применении метода ЯМР для определения структурных особенностей сверхрешёток Co/Cu. Дано описание нанопроволок.

Во второй главе приведено описание условий приготовления сверхрешёток: подготовка подложки, режим напыления методом магнетронного распыления. Описан метод приготовления кобальтсодержащих нанопроволок. Сделан обзор применяемых экспериментальных методов: измерение магниторезистивных характеристик, рентгеноструктурные методы (дифракция, рефлектометрия), метод просвечивающей электронной микроскопии, метод регистрации спектров ЯМР. Также в этой главе описывается используемое в работе оборудование.

В третьей главе приведены результаты исследования влияния числа бислоёв и типа буферного слоя в сверхрешётках Co/Cu на структурные особенности межслойных границ, а также влияние состояния границ на величину эффекта гигантского магнитосопротивления. Приведены данные исследований методом просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурными методами (дифракция, рефлектометрия), магниторезистивные характеристики. Показаны спектры ЯМР двух серий образцов: с буферным слоем Fe и композитным буферным слоем NiFeCr. Выполнено моделирование спектров ЯМР. Показано, что буферный слой Fe приводит к формированию текстуры <111>, ухудшению состояния интерфейсов при увеличении числа бислоёв, уменьшению эффекта ГМС. Композитный буферный слой NiFeCr позволяет сформировать текстуру <111>, сохранить высокое качество межслойных границ, что приводит к увеличению эффекта ГМС. Построены трёхмерные модели интерфейсов.

В четвертой главе приведены результаты исследования сверхрешёток Co/Cu с варьируемой толщиной медного слоя при постоянной толщине слоя кобальта. Приведены данные электронной просвечивающей микроскопии, результаты рентгеновской дифракции и рефлектометрии. Представлены спектры ЯМР и выполнено их моделирование. Установлено, что увеличение толщины медного слоя приводит к увеличению шероховатости межслойных границ, уменьшению доли высокосовершенных границ.

В пятой главе приведены результаты исследования сверхрешёток [Co/Cu]₁₀ при различных режимах термообработки. Отжиг продолжительностью 1 час выполняли при температурах $T_{отж} = 150, 200, 300^\circ\text{C}$. Приведены результаты измерений магниторезистивных характеристик, данные просвечивающей электронной микроскопии, результаты рентгеновской дифракции, спектры рефлектометрии и результат их моделирования, двумерная карта рассеяния, позволяющая сделать вывод об отсутствии коррелированной шероховатости интерфейсов. Приведены спектры ЯМР и данные, полученные в результате их моделирования. Установлено, что повышение температуры отжига приводит к уменьшению доли высокосовершенных границ, увеличению доли атомов Co, формирующих интерфейсы, возрастает шероховатость межслойных границ. Оценена вероятность единичного акта рассеяния электрона на интерфейсе и показано, что увеличение доли атомов Co, локализованных в интерфейсах, и шероховатости межслойных границ приводит к увеличению вероятности рассеяния электрона на интерфейсе, что, по-видимому, вызывает уменьшение величины эффекта ГМС.

Глава шесть посвящена ЯМР спектроскопии кобальтсодержащих гомогенных нанопроволок из чистого кобальта и нанопроволок состава Co₈₀Cu₂₀, гетерогенных нанопроволок Co/Cu. Показано, что в нанопроволоках из чистого Co формируются две кристаллические структуры: ГЦК и ГПУ с преобладанием ГЦК фазы. Установлено, что в нанопроволоках Co₈₀Cu₂₀ доминирует ГЦК фаза и формируется низкочастотная область спектра ЯМР, означающая существование атомов Co с 1-3 атомами Cu в координации. Определено на основе разработанной трёхмерной модели, что в гомогенных нанопроволоках Co₈₀Cu₂₀ формируются кластеры Cu. Установлено, что в нанопроволоках Co/Cu формируется ГЦК фаза.

В седьмой главе приведено описание создания трёхмерной модели интерфейсов сверхрешёток Co/Cu. Для этого рассмотрены различные типы взаимопроникновения слоёв кобальта и меди: внедрение меди в кобальт островного типа глубиной один атомный слой (случаи однородного и неоднородного периметра внедрения), внедрение кобальта в медь, внедрение меди в кобальт типа «стена». Для моделирования структуры гетерогенных нанопроволок рассмотрено кластерное внедрение атомов меди в сплошной объём кобальта. Установлено, что шероховатость интерфейсов в НП Co/Cu превосходит шероховатость интерфейсов в

сверхрешётках Co/Cu. Показано, что построенные модели достаточно надёжно воспроизводят экспериментальные спектры ЯМР как в случае сверхрешёток, так и в случае нанопроволок.

В заключении представлены основные результаты настоящей диссертационной работы.

1 Литературный обзор

1.1 Эффект гигантского магнитосопротивления

Независимыми научными коллективами Альберта Ферта и Петера Грюнберга в 1988 г. был открыт эффект гигантского магнитосопротивления [1, 2]. За открытие этого эффекта Ферт и Грюнберг были удостоены Нобелевской премии по физике в 2007 г. Ими была обнаружена сильная зависимость сопротивления образца от величины внешнего магнитного поля при температуре жидкого гелия. Величина магнитосопротивления (МС) при температуре жидкого гелия в поле $H = 20$ кЭ достигала 80 %, по этой причине эффект и получил название «гигантский».

Впервые эффект был получен на пленочных наноструктурах, состоящих из ультратонких чередующихся ферромагнитных (ФМ) и антиферромагнитных (АФ) металлических слоёв – $[\text{Fe}/\text{Cr}]_n$ ($\text{Fe}/\text{Cr}/\text{Fe}$), приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [11, 12]. Для обозначения исследуемых слоистых наноструктур допустимым считается использование термина «сверхрешётка» по причине структурной когерентности вдоль направления роста. Межслойные границы в литературе называют «интерфейсами». Наличие обменного взаимодействия между ФМ слоями при определённых толщинах немагнитной прослойки S_f было показано в 1986 году [41]. Магнитные моменты 3d-переходных металлов внутри ФМ слоя параллельны, в то время как ориентация намагниченности в соседних ФМ слоях антипараллельна [41]. Если к такому объекту приложить достаточно сильное внешнее магнитное поле, ориентированное вдоль слоёв, превышающее поле магнитного насыщения H_s , конфигурация намагниченностей ФМ слоёв сменится на параллельную (рисунок 1.1), что приведет к уменьшению электросопротивления сверхрешётки:

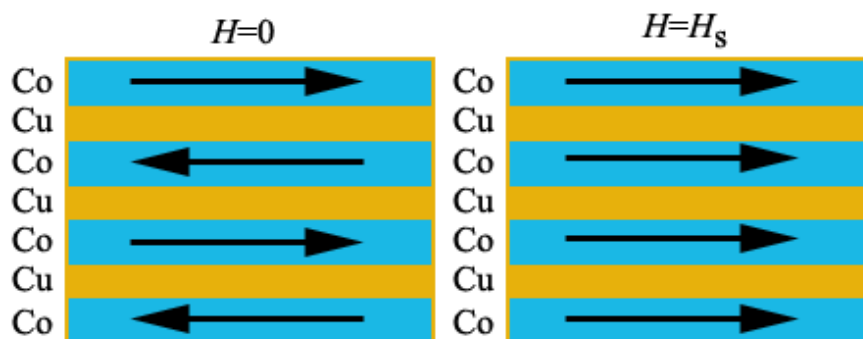


Рисунок 1.1 – Сверхрешётка – система чередующихся тонких магнитных и немагнитных слоёв. Например, кобальт и медь

Величину эффекта гигантского магнитосопротивления можно описать выражением:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{\text{ап}} - R_{\text{п}}}{R_{\text{п}}}, \quad (1.1)$$

где $R_{\text{ап}}$ и $R_{\text{п}}$ – сопротивление образца при антипараллельной и параллельной ориентации намагниченности в соседних слоях, соответственно.

Для описания магниторезистивных кривых используют выражение:

$$\frac{\Delta R(H)}{R} = \frac{R(0) - R(H)}{R(H)}, \quad (1.2)$$

где $R(0)$ и $R(H)$ – сопротивление образца в нулевом поле и магнитном поле H , соответственно.

Эффект гигантского магнитосопротивления может наблюдаться при протекании тока вдоль многослойных структур (геометрия «ток в плоскости») и при электрическом токе, текущим перпендикулярно плоскости плёнки – геометрия «ток перпендикулярно плоскости». На практике геометрия «ток в плоскости» реализуется значительно проще и имеет широкое практическое применение.

На рисунке 1.2 показана простейшая схема, объясняющая эффект ГМС. Структура формируется из двух ФМ слоёв, разделённых немагнитным слоем толщиной несколько ангстрем. Если намагниченности ФМ слоёв параллельны, и спин электрона также направлен параллельно намагниченности слоёв, то эти электроны легко проходят через всю структуру. Если же намагниченности ФМ слоёв антипараллельны, то оба электрон-спиновых состояния становятся невыгодными и электрическое сопротивление всей структуры увеличится. При антипараллельной ориентации намагниченностей ФМ слоёв электрическое сопротивление максимальное.

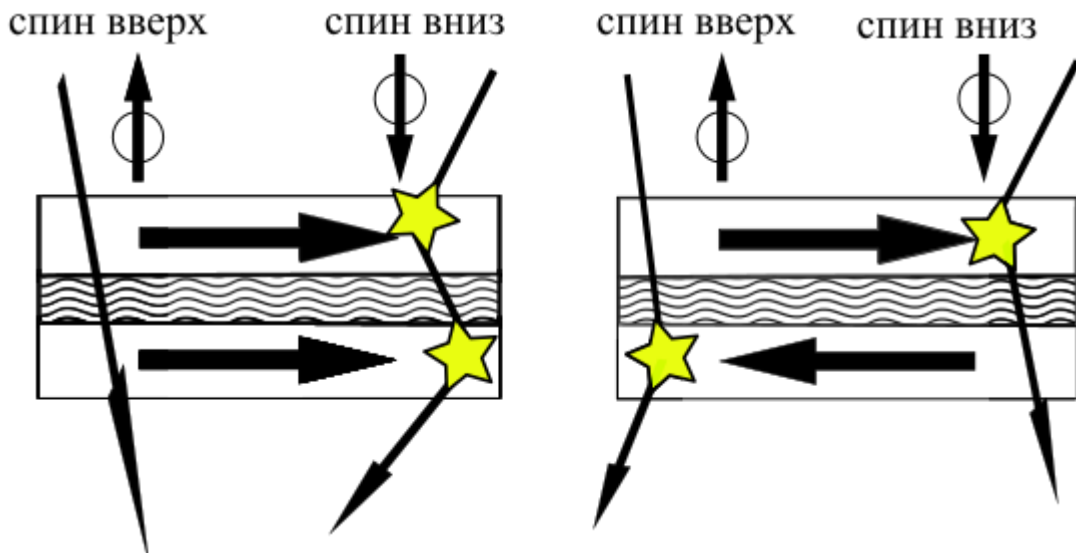


Рисунок 1.2 – Схема, поясняющая эффект ГМС

Причиной возникновения ГМС является различие вероятностей рассеяния двух типов электронов, в зависимости от взаимной ориентации спина электрона и локальной намагниченности ФМ слоя, рассеивающей эти электроны. Объяснить спин-зависимую проводимость можно используя зонную структуру ферромагнитного 3d-металла. Расщепление энергетических уровней, относящихся к ориентации спина «вверх» и «вниз», приводит к тому, что на уровне Ферми E_F электроны находятся в разных состояниях, соответствующих противоположным ориентациям спинов, и проявляют разные свойства проводимости. Для электронов со спином «вверх» – параллельным локальной намагниченности, плотность состояний на уровне Ферми выше, чем для электронов со спином «вниз» – антипараллельным локальной намагниченности. Это приводит к тому, что длина свободного пробега l для электронов, спин которых ориентирован параллельно локальной намагниченности ФМ слоя, существенно больше, чем для электронов, спин которых направлен антипараллельно. Таким образом, электроны, спин которых параллелен локальной намагниченности, рассеиваются слабо. Электроны со спином антипараллельным локальной намагниченности рассеиваются интенсивнее. Центрами рассеяния электронов являются различные типы неоднородностей: магнитные, структурные (границы зёрен, дефекты кристаллической решётки) [42].

Дальнейшие исследования обнаружили эффект гигантского магнитосопротивления не только в системе Fe/Cr, но и в случае, когда структура состоит из чередующихся тонких слоёв переходных 3d металлов (Co, Fe, Ni) и переходных немагнитных металлов (Cu, Cr, Ag, Au) [43-46] и достигает 65% в сверхрешётках Co/Cu. Варьирование толщины слоёв позволяет значительно изменять свойства сверхрешёток. Упорядочение магнитных моментов в магнитном слое зависит от толщины немагнитного материала. В работе [47] было показано существование

осциллирующего межслойного обменного взаимодействия в многослойных системах Fe/Cr. Косвенный обмен между магнитными слоями, обусловленный электронами проводимости немагнитного материала, играет важную роль для существования эффекта ГМС. Это подтверждается изменением магнитосопротивления в зависимости от толщины немагнитных слоёв. Величина магнитосопротивления имеет осциллирующий характер и максимальна на первом антиферромагнитном максимуме обменного взаимодействия – 70% в сверхрешётках Co/Cu [48-50]. Осциллирующий характер зависимости магнитосопротивления обусловлен косвенным обменным взаимодействием Рудермана-Киттеля-Касуя-Иосиды (РККИ-взаимодействие).

Также было установлено [29, 30, 36, 37], что магнитные и магнитотранспортные свойства, эффект ГМС существенно зависят от структурных особенностей слоёв и интерфейсов (границ раздела магнитный слой-немагнитный слой), формирующихся при напылении.

Для исследования структуры интерфейсов и структурных особенностей слоёв сверхрешёток используется метод рентгеновской рефлектометрии [51, 52] с последующей обработкой рефлектометрических данных, основанной на различных методах моделирования. Однако при моделировании рефлектометрических спектров варьируется большое число параметров, что делает интерпретацию данных затруднительной. Это обуславливает необходимость использования дополнительных методов исследования для изучения состояния интерфейсов сверхрешёток.

Для исследования магнитных свойств и структурных особенностей сверхрешёток Co/Cu ранее уже применяли метод ядерного магнитного резонанса [22, 24, 31, 53-57]. Основная идея использования метода ЯМР при исследовании многослойных структур Co/Cu заключается в следующем. В результате сверхтонкого взаимодействия магнитные моменты атомов кобальта создают в месте расположения ядра-зонда ^{59}Co локальные магнитные поля, величина и направление которых существенно зависят от магнитных и структурных особенностей ближайшего окружения ядра-зонда. Метод ЯМР позволяет исследовать распределение этих локальных полей в образце и таким образом получить подробную информацию о структурных и магнитных свойствах тонких плёнок и многослойных структур [58].

1.2 Ядерный магнитный резонанс и сверхтонкие взаимодействия

Сверхтонкое поле (СТП) характеризует сверхтонкие взаимодействия (СТВ) между магнитными моментами ядер и магнитными моментами электронов. Сверхтонкое поле можно

измерить ядерными методами, такими как эффект Мёссбауэра и ЯМР. Помимо фундаментального интереса к самим СТВ и СТП исследование сверхтонких полей может дать информацию об электронной структуре и магнитных свойствах твёрдого тела [1]. Во-первых, сверхтонкое поле магнитного атома связано с собственным локальным магнитным моментом атома. Поэтому, например, в ряде сплавов железа изменение среднего СТП коррелирует с изменением магнитного момента. Во-вторых, сверхтонкое поле чувствительно к сорту атома и его расположению. Это широко используется для исследования локального окружения и координационного числа исследуемых атомов. В-третьих, исследование сверхтонких полей позволяет получить данные о распределении электронной спиновой плотности в месте расположения ядра в магнетиках.

В настоящей работе объектами исследования являются сверхрешётки Co/Cu и кобальтсодержащие нанопроволоки. В работе [59] рассчитаны значения сверхтонких полей и магнитных моментов кобальта и кобальтсодержащих многослойных систем. Показано, что сверхтонкое взаимодействие обусловлено тремя компонентами: контактное Ферми-взаимодействие, взаимодействие ядерного магнитного момента с магнитным диполем электрона, взаимодействие ядерного магнитного момента с орбитальным движением электрона. Соответственно, сверхтонкое поле H_{hf} можно представить в следующем виде:

$$H_{hf} \approx H_{hf}^s + H_{hf}^d + H_{hf}^o = H_{hf}^s + H_{hf}^{ns}, \quad (1.3)$$

где H_{hf}^s – контактное Ферми-взаимодействие, обусловленное s -электронами, H_{hf}^{ns} – магнитный дипольный H_{hf}^d и орбитальный H_{hf}^o члены, связанные с np - s электронами (электроны, локализованные не в s -орбиталях). Вклад от np - s электронов часто называют орбитальным сверхтонким полем. Действительно, это характерно для объёмных материалов и сплавов [25, 26]. Однако в работе [59] показано, что в силу уменьшения симметрии в магнитных многослойных системах, вклад магнитного дипольного члена может быть сопоставим с вкладом орбитального члена. В таблице 1 [59] приведены значения сверхтонких полей ГЦК кобальта и ОЦК железа, создаваемых каждой электронной оболочкой:

Таблица 1 – Вычисленные сверхтонкие поля ГЦК кобальта и ОЦК железа, создаваемые каждой электронной оболочкой [59]

Оболочка	Co H , кЭ	Fe H , кЭ
1s	-18,4	-2,05
2s	-436,9	-52,18
2p	1,6	0,17
3s	260,9	29,10
3p	0,7	-0,07
Поле невалентных электронов	-193,6	-25,02
<i>s</i>	-75,4	-7,28
<i>p</i>	1,7	0,09
<i>d</i>	44,6	1,46
<i>f</i>	-0,1	-0,03
Поле валентных электронов	-29,2	-5,77
Результирующее поле	-222,8	-30,79
Эксперимент	-216	-33,9

Как было установлено в работе [17], вклад от non-*s*-core электронов пренебрежимо мал, а вклад non-*s* валентных электронов сопоставим с вкладом в СТП *s*-валентных электронов. Более того, сверхтонкое поле non-*s*-валентных электронов H_{hf}^{ns} имеет положительное значение, а вклад *s*-валентных электронов имеет отрицательное значение. Из таблицы 1 видно, что расчётные значения СТП находятся в согласии с экспериментом – расхождение составляет не более 10%.

В таблице 2 [59] приведены расчётные значения сверхтонких полей для ГЦК фазы кобальта (m_s – спиновый момент, m_o – орбитальный момент, H_{hf}^c – СТП core-электронов, H_{hf}^s – СТП *s*-валентных электронов, H_{hf}^{ns} – СТП non-*s* валентных электронов, H_{hf}^v – результирующее СТП валентных электронов, H_{hf} – результирующее СТП, H_{hf}^{expt} – экспериментальное значение СТП):

Таблица 2 – Расчётные значения магнитных моментов (в магнетонах Бора μ_B) и сверхтонкие поля (кЭ) различных фаз кобальта (ГПУ - намагниченность лежит в гексагональной плоскости, ГПУ* - намагниченность вдоль оси c) [59]

	m_s	m_o	m_d	H_{hf}^c	H_{hf}^s	H_{hf}^{ns}	H_{hf}^v	H_{hf}	H_{hf}^{expt}
ГЦК	1.631	0.074	0.0	-193.6	-75.4	46.2	29.2	222.8	1.631
ГПУ	1.596	0.077	-0.006	-190.5	-85.2	50.5	-34.5	-225.2	-219
ГПУ*	1.596	0.072	0.004	-190.5	-85.2	44.5	-40.6	-231.1	-227
ОЦК	1.743	0.080	0.0	-202.8	-20.9	50.3	29.4	-173.3	-166

Из таблицы 2 видно, что расчётные значения СТП находятся в согласии с экспериментальными данными, расхождение в пределах нескольких процентов.

В таблице 3 приведены значения магнитных моментов и сверхтонких полей для кобальтсодержащих многослойных структур [59]:

Таблица 3 – Магнитные моменты (μ_B /атом) и сверхтонкие поля (кЭ) в атомах кобальта для ГПУ-структуры кобальта и кобальтсодержащих многослойных структур [59]

Система	Атом	m_s	m_o	m_d	H_{hf}^c	H_{hf}^s	H_{hf}^{ns}	H_{hf}	H_{hf}^o
ГПУ Co		1.596	0.077	-0.006	-225.2	-190.5	-85.2	50.5	48.4
Co ₂ Cu ₆	Co	1.548	0.086	-0.012	-184.0	-19.4	55.6	-157.8	50.3

Из таблицы 3 видно, что сверхтонкое поле атома кобальта, локализованного на границе кобальтового слоя, значительно уменьшается относительно объёмного материала и атомов кобальта, размещённых внутри кобальтового слоя многослойной структуры. По данным таблицы 1, вклад в СТП от $pop-s$ -core электронов мал, и вклад от $core$ -электронов, в основном, обусловлен s -электронами посредством контактного Ферми взаимодействия, которое определяется поляризацией ионного остова валентными электронами. Следовательно, сверхтонкое поле (H_{hf}^c) пропорционально спиновому моменту (m_s) – рисунок 1.3:

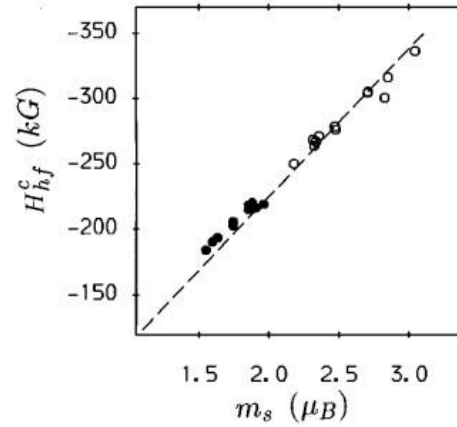


Рисунок 1.3 – Зависимость сверхтонкого поля H_{hf}^c от спинового момента многослойных кобальтсодержащих многослойных структурах [59]

Согласно данным рисунка 1.3, отношение H_{hf}^c/m_s составляет $-113 \text{ кЭ}/\mu_B$. В работах [60, 61] показано, что в металлах и сплавах сверхтонкое поле H_{hf}^{ns} пропорционально орбитальному моменту. На рисунке 1.4 показана зависимость H_{hf}^{ns} и H_{hf}^o от орбитального магнитного момента в случае многослойных структур:

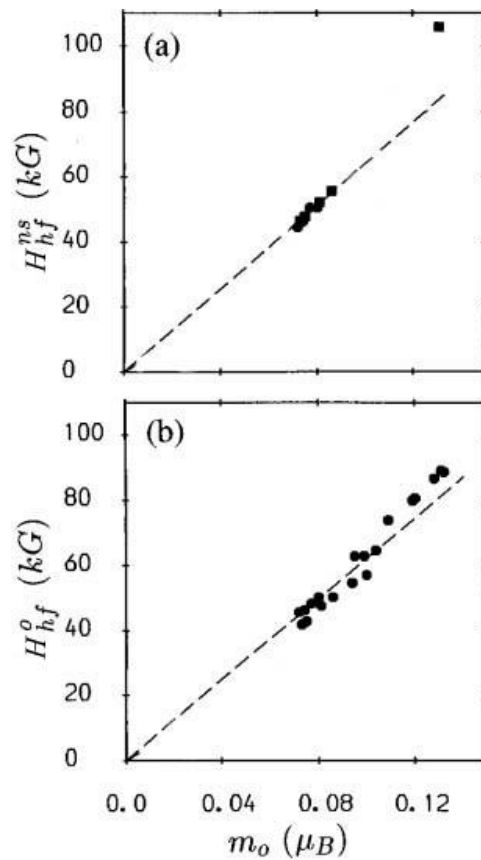


Рисунок 1.4 – Зависимость H_{hf}^{ns} от орбитального момента и оценка H_{hf}^o в зависимости от орбитального момента [59]

Из рисунка 1.4 также видно, что сверхтонкое поле H_{hf}^o , в случае многослойных структур, пропорционально орбитальному моменту. Рассчитанное значение магнитного дипольного поля H_{hf}^d ($H_{hf}^{ns} - H_{hf}^o$) в зависимости от магнитного дипольного момента m_d приведено на рисунке 1.5:

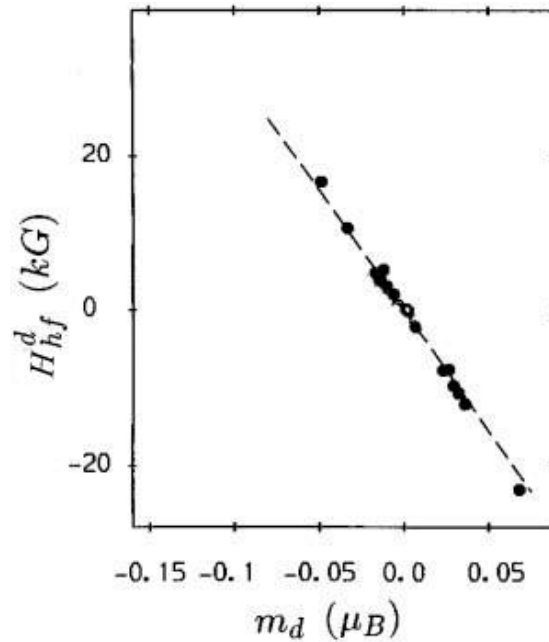


Рисунок 1.5 – Зависимость H_{hf}^d от магнитного дипольного момента m_d [59]

Из рисунка 1.5 видно, что поле H_{hf}^d пропорционально магнитному дипольному моменту.

Однако нет очевидной связи между результирующим СТП и полным магнитным моментом атомов кобальта в кобальтсодержащих многослойных структурах (таблица 3). Эта ситуация противоположна случаям объёмных металлов и сплавов, в которых имеет место строгая корреляция между изменением сверхтонкого поля, в зависимости от состава сплава, и средним магнитным моментом. Также отсутствует очевидная связь между результирующим СТП и орбитальным и магнитным дипольными моментами. Это обусловлено сложной связью между валентными s -электронами и спиновым (общим магнитным) моментом. В случае переходных металлов преобладает вклад от d -электронов. В отличие от H_{hf}^c , которое определяется исключительно поляризацией ионного остова, сверхтонкое поле валентных s -электронов определяется двумя конкурирующими эффектами: поляризацией s -электронов d -электронами и прямой поляризацией s -электронов за счёт гибридизации s - и d - орбиталей [22].

Несколько работ посвящено измерениям ЯМР на сверхрешётках Co/Cu [25, 31], но только в [8] исследуется ГЦК-структура Co_nCu_m (n и m – число монослоёв), текстура (001). В работе [8]

наблюдали четыре резонансные линии, характеризующие шероховатость интерфейсов. Сверхтонкое поле, соответствующее третьей резонансной линии, составляет примерно -150 кЭ, что близко к расчётной величине СТП (-155 кЭ) для ГЦК-структуры Co_2Cu_6 , текстура (001). Наблюдаемое сверхтонкое поле кобальта часто интерпретируют в терминах ближайших соседей атома кобальта:

$$H_{hf} \approx H_{hf}^b - \Delta H_{hf}^1 (n^b - n^1), \quad (1.4)$$

где H_{hf}^b – сверхтонкое поле в объёмном материале, n^b – координационное число в объёмном материале, величина сдвига ΔH_{hf}^1 составляет примерно -18 кЭ, n^1 - число ближайших соседних атомов кобальта для рассматриваемого ядра-зонда Co. Используя данные таблицы 3, в [59] показано, что выражение 1.4 достаточно надёжно работает в случае кобальтсодержащих систем.

1.3 ЯМР в сверхрешётках Co/Cu

1.3.1 Основы ЯМР в сверхрешётках Co/Cu

Анализ спектров ЯМР выполняется в несколько этапов. Первый этап обработки заключается в идентификации основных линий спектра. В случае кобальта эти линии связывают с хорошо известными фазами ГЦК/ГПУ [28, 54, 62]. Влияние атомов немагнитных слоёв на эффективное магнитное поле на ядрах может быть определено посредством исследования разбавленных составов некоторых материалов [63-65]. Это приводит к изменению локального магнитного поля при замещении атомами немагнитного слоя и, следовательно, может быть определена частота резонансной линии, соответствующей высокосовершенной границе. Высокосовершенная межслойная граница соответствует участкам «совершенного» сопряжения поверхности интерфейсов, т.е. при текстуре (111) «совершенному» сопряжению соответствует ситуация, когда граница совпадает с кристаллографической плоскостью (111). В случае сверхрешёток Co/Cu сдвиг частоты составляет 16-18 МГц на каждый атом Co, замещённый атомом Cu. Интегрирование площади под главной (объёмной) и интерфейсными линиями спектра ЯМР позволяет оценить долю совершенных границ. Методом ЯМР также могут быть исследованы микродеформации внутри сверхрешёток, поскольку эффективное магнитное поле крайне чувствительно к межатомному расстоянию. Напряжения проявляются как малое изменение резонансной частоты ЯМР, что особенно актуально в случае эпитаксиального роста,

приводящего к искажению кристаллической решётки, обусловленному несоответствием постоянных кристаллической решётки чередующихся магнитных и немагнитных слоёв в сверхрешётках. При комнатной температуре постоянная решётки ГЦК Co составляет $a = 3,544 \text{ \AA}$, постоянная решётки ГЦК Cu - $a = 3,615 \text{ \AA}$, и, следовательно, несоответствие для сверхрешёток Co/Cu составляет примерно 2 %.

Согласно [62, 66-69], в которых применяли метод ЯМР для исследования сверхрешёток Co/Cu, двумя наиболее широко используемыми методами приготовления образцов является молекулярно-лучевая эпитаксия и магнетронное распыление. Сначала рассмотрим результаты экспериментов со сверхрешётками, приготовленными методом МЛЭ с наиболее совершенным эпитаксиальным ростом, со структурой сверхрешётки, близкой к идеальной. Сверхрешётки были приготовлены с заданными направлением роста: $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, наибольшее внимание будет уделено направлению роста $\langle 111 \rangle$. На рисунке 1.6 показаны спектры из первой работы, посвящённой сверхрешёткам Co/Cu, выращенным методом МЛЭ, при направлении роста $\langle 111 \rangle$ [28], и более поздние результаты в высоком разрешении [54]:

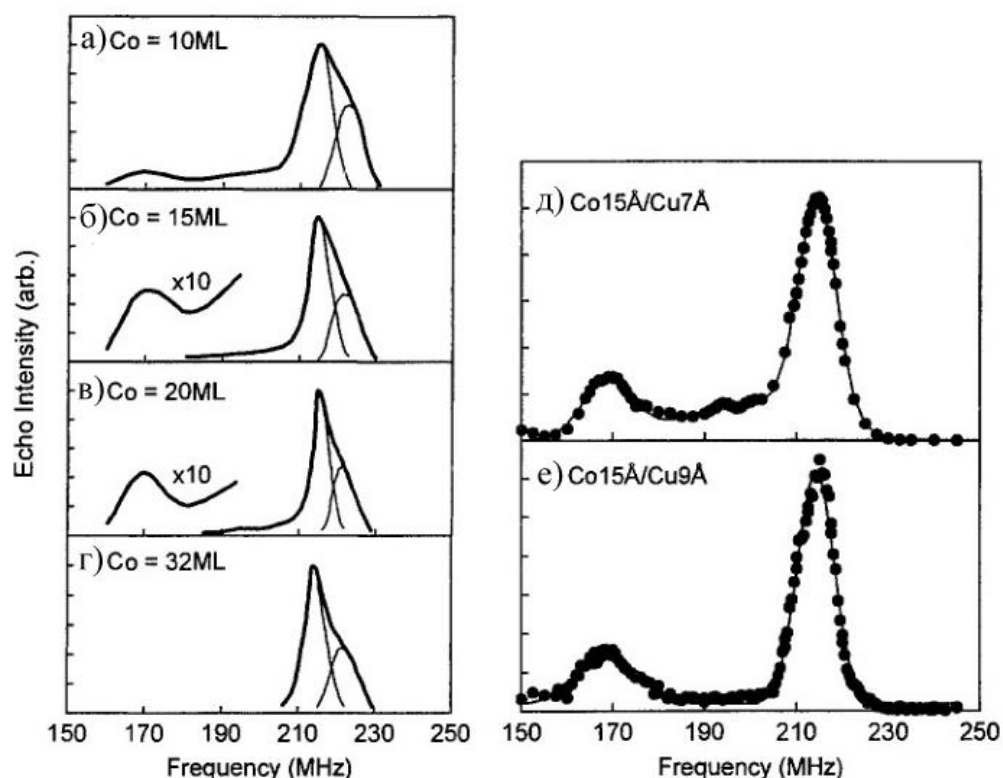


Рисунок 1.6 – Спектры ЯМР сверхрешёток Co/Cu (111): (а)-(г) в зависимости от толщины слоя Co (толщина указана в монослоях), аппроксимированные гауссианами [54]; (д)-(е) различные типы комбинаций подложка/буфер: (д) – GaAs/Ge/Co/Cu, (е) – сапфир/Nb/Cu, спектры также аппроксимированы гауссианами [28]

На рисунке 1.6 можно увидеть большинство особенностей спектров ЯМР для сверхрешёток Co/Cu. Первое, на что следует обратить внимание – главная линия значительно отличается в двух наборах спектров. Главная линия на рисунке 1.6(a)-(г) сформирована из двух или большего количества резонансных линий. Линия ЯМР, соответствующая ГЦК фазе, расположена на резонансной частоте 217,4 МГц ($T = 4,2$ К), в то время как анизотропия фазы ГПУ приводит к возникновению двух резонансных линий: 220 и 228 МГц, которые обычно наблюдаются как широкая линия, с частотой примерно 222 МГц. Моделирование результирующей линии, следовательно, может дать оценку количества ГЦК и ГПУ фаз кобальта.

С другой стороны, меньшая по интенсивности резонансная линия, возникающая на частоте примерно 168 МГц, рисунок 1.6(е), соответствует атомному окружению, где три ближайших соседа атома Co заменены атомами Cu. В случае кристаллической ориентации роста $\langle 111 \rangle$ эта линия соответствует высокосовершенному интерфейсу. Поскольку каждый слой Co имеет два интерфейса, отношение интенсивности главной линии к интерфейсной должно быть пропорционально толщине слоя кобальта, что и наблюдается на рисунке 1.6(a)-(в). Сравнение результатов интегрирования площадей под объёмной и дополнительными линиями позволяет сделать выводы о доле интерфейсов, в которых не произошло перемешивания слоёв. Ненулевая интенсивность оставшихся линий означает перемешивание, при котором Co имеет следующие конфигурации ближайшего окружения: $10 \text{ Co} + 2 \text{ Cu}$ и/или $11 \text{ Co} + 1 \text{ Cu}$. Эти линии хорошо видны на рисунках 1.6(a)-(д), в то время как на рисунке 1.6(е) спектр имеет значительно большее количество совершенных интерфейсов.

Как отмечали ранее, возникновение микродеформаций проявляется в спектре ЯМР. В случае ГЦК фазы кобальта и при отсутствии внутренних напряжений, ядра кобальта в объёме слоя кобальта (12 атомов Co в ближайшем окружении) формируют резонансную линию на частоте примерно 217 МГц, при температуре 4,2 К. Поскольку постоянная решётки Cu примерно на 2 % больше, чем постоянная решётки ГЦК Co, следует ожидать возникновение обширных внутренних напряжений в плоскости сверхрешётки и соизмеримого уменьшения резонансной частоты ЯМР для ГЦК фазы кобальта. Предполагаем, что увеличение параметра кристаллической решётки Co до параметра кристаллической решётки Cu приведёт к частоте ЯМР 204,9 МГц. Однако главная линия ГЦК Co никогда не детектировалась на столь низкой частоте. Следовательно, постоянная решётки должна иметь некоторое среднее значение, между значениями постоянных решётки Co и Cu.

В случае интерфейсных линий ситуация менее понятна. Как было показано ранее, замещение ближайшего соседа атома Co атомом Cu приводит к сдвигу частоты резонансной линии на $16 \text{ МГц} \pm 1 \text{ МГц}$ [70], однако в некоторых работах, посвящённых разбавленным

составам, предлагается сдвиг на примерно 18 МГц [54] на каждый атом Cu замещения в координации ядра-зонда. Следовательно, не представляется возможным однозначно присвоить отдельные частоты для резонансных линий с учётом влияния механических напряжений, поскольку сдвиг частоты, связанный с механическими напряжениями сравнительно мал.

Стоит отметить, что ширина резонансных линий спектра ЯМР также может дать ценную информацию, такую как, например, общее качество сверхрешётки. Ширина линии зависит от распределения эффективного магнитного поля на ядрах и, следовательно, даёт количественный способ показать плотность дефектов, включений, границ зёрен и т.д.

Согласно написанному выше, ядерный магнитный резонанс является эффективным способом качественного исследования кристаллической структуры слоёв кобальта и интерфейсов кобальтсодержащих сверхрешёток. Однако для формирования надёжной базы знаний структурных особенностей кобальтсодержащих сверхрешёток, пригодной для анализа и численной обработки спектров ЯМР, необходимо системное исследование сверхрешёток Co/Cu, приготовленных одним методом, при варьировании лишь одного из параметров, влияющих на структурные особенности этих сверхрешёток.

1.3.2 Кристаллические фазы и направление роста текстуры в сверхрешётках Co/Cu

В разделе 1.3.1 показано, что метод ЯМР, чувствительный к локальному атомному окружению, является эффективным методом определения кристаллической структуры Co в тонкоплёночных системах. В этом разделе подробно рассматриваются работы, посвящённые сверхрешёткам, содержащим Co, выращенным в различных направлениях кристаллографических осей.

При температурах ниже $T = 673$ К существует стабильная фаза ГПУ-Co, но при низких температурах порошок кобальта малой фракции имеет фазу ГЦК, и измерения показали, что размер зёрен не превышает несколько микрон. В случае тонких плёнок или сверхрешёток возможно стабилизировать фазу ГЦК, поскольку толщина слоёв достаточно мала.

На рисунке 1.7 показана серия спектров ЯМР сверхрешёток Co/Cu с различной толщиной кобальтового слоя [32] вместе со спектром ЯМР для толстой кобальтовой плёнки:

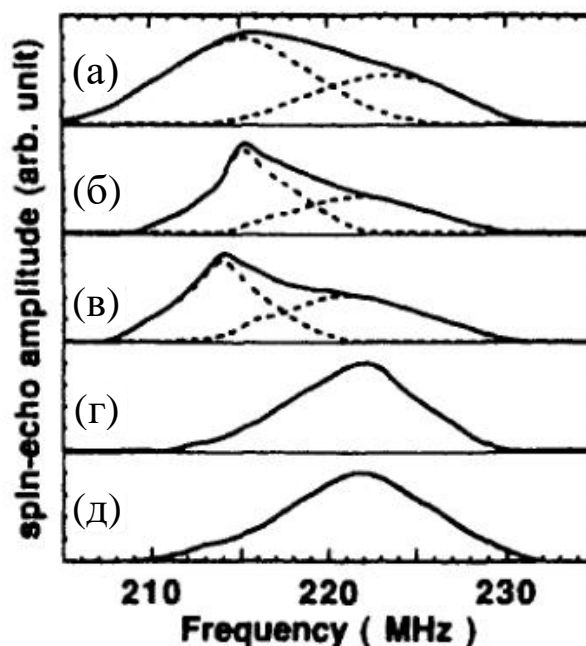


Рисунок 1.7 – Спектры ЯМР ^{59}Co в нулевом внешнем магнитном поле для сверхрешёток Co/Cu (111) с толщиной Co (а) 2 нм, (б) 4 нм, (в) 6.5 нм, (г) 10 нм. (д) Спектр одного слоя Co толщиной 100 нм. Пунктирные линии – резонансные линии, возникающие от фаз ГЦК и ГПУ [32]

На рисунке 1.7 явно виден переход от фазы ГЦК к фазе ГПУ при увеличении толщины слоя кобальта. Моделирование экспериментальных данных функцией Гаусса позволяет оценить толщину слоя, при которой происходит уменьшение доли фазы ГЦК – 6.5 нм для сверхрешёток Co/Cu при направлении роста $\langle 111 \rangle$. Похожие результаты были получены в работе [71] для трёхслойных плёнок Cu/Co/Cu (111) высокого качества, приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии, в которых переход из фазы ГЦК в фазу ГПУ наблюдали при толщине медного слоя ~ 6 нм. Немного меньшее значение (~ 5 нм) указано в работе [24] для сверхрешёток, приготовленных методом магнетронного распыления, однако, несмотря на то что переход из ГЦК фазы в фазу ГПУ происходит преимущественно из-за дефектов упаковки, полученные значения находятся в весьма хорошем согласии. Эти результаты выглядят вполне разумными, поскольку от плёнок, приготовленных методом распыления, стоит ожидать менее качественную структуру кобальтовых слоёв. В работах [24] и [71] также отмечено, что увеличение толщины медных слоёв способствует распространению ГЦК решётки в последующих слоях кобальта.

Анализ результатов работ [62, 66-69] показывает, что большинство сверхрешёток, исследованных методом ЯМР, были выращены в кристаллографическом направлении $\langle 111 \rangle$, нормальном плоскости плёнки. Согласно разъяснениям из раздела 1.3.1, в случае направления роста $\langle 111 \rangle$, для формирования высокосовершенного интерфейса необходимо, чтобы три

ближайших соседних атома Со ядра-зонда были замещены атомами Си. В случае текстуры (100) идеальный интерфейс состоит из атомов кобальта, в ближайшем окружении которых 8 атомов Со и 4 атома Си. В то же время для направления роста $\langle 110 \rangle$ ближайшее окружение ядер-зондов, формирующих высокосовершенные интерфейсы, сформировано из 7 атомов Со и 5 атомов Си.

На рисунке 1.8 показаны данные работы [25] для двух похожих сверхрешёток Со(0,4нм)/Си(0,4нм), выращенных методом МЛЭ: одна выращена на подложке Si (111) с ориентацией $\langle 111 \rangle$, вторая выращена на MgO (100) в направлении $\langle 100 \rangle$:

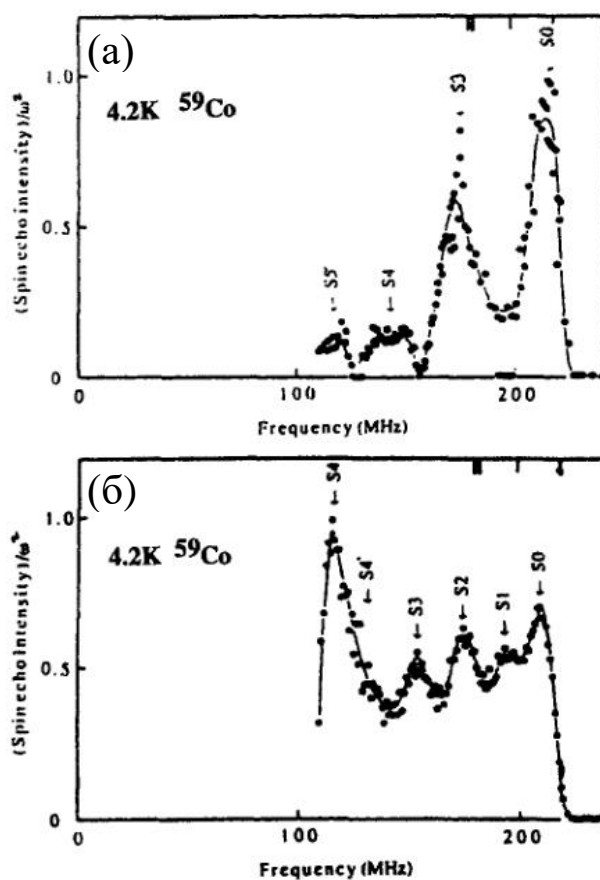


Рисунок 1.8 – Спектры ЯМР сверхрешёток Со(0,4нм)/Си(0,4нм), записанные при 4,2 К (а) (111), (б) (100). Линии, обозначенные как S_0 , S_1 и т.д., обозначают атомное окружение. Так, например, S_0 – линия, соответствующая атомам кобальта, локализованным в объеме слоя Со, S_1 – первая резонансная линия, сформированная атомами Со, в ближайшем окружении которых 11 атомов Со и 1 атом Си, и т.д. [25]

Похожие данные были получены на высококачественных сверхрешётках, приготовленных методом распыления [62]. При анализе спектра ЯМР для сверхрешётки с ориентацией текстуры (111) (рисунок 1.8(a)) получаем ожидаемый результат: узкая линия, связываемая с объёмным ГЦК кобальтом, на частоте примерно 217 МГц и вторая линия на частоте 168 МГц,

свидетельствующая об идеально плоской границе, состоящей из атомов кобальта, в ближайшем окружении которого 9 атомов Co и 3 атома Cu. Спектр ЯМР сверхрешётки с ориентацией (100) (рисунок 1.8(б)) немного сложнее для анализа. В этом случае линии спектра, соответствующие атомному окружению с 1, 2 и 3 атомами Co, замещёнными атомами Cu, сопоставимы по интенсивности. Резонансная линия, соответствующая высокосовершенному интерфейсу, формируется атомами Co, окружёнными 8 атомами кобальта и 4 атомами меди, и имеет сравнительно большую интенсивность. Учитывая, что толщина слоёв Co составляет всего 0.4 нм, это вполне ожидаемый результат, показывающий, что значительная часть сверхрешётки имеет высокосовершенные интерфейсы при текстуре (100). Фактическая частота резонансной линии соответствует высокосовершенной границе и составляет примерно 115 МГц [25] или 132 МГц [62]. Это несколько меньше, чем могло бы быть, при уменьшении на 16 МГц за каждый замещённый атом ближайшего окружения, т.е. 150 МГц. Однако не является неожиданностью, что замещение 4 атомов Co 4 атомами Cu в ближайшем окружении неизбежно приводит к уменьшению обменного взаимодействия и, соответственно, приводит к уменьшению эффективного магнитного поля на ядрах и резонансной частоты ЯМР. Работы по сверхрешёткам с ориентацией (110) ещё недавно были ограничены объектами, приготовленными методом распыления, при этом основное внимание было уделено влиянию напряжения смещения при распылении, намеренному интерфейсному перемешиванию, отжигу и температуре измерений. Резонансная частота атомов, формирующих высокосовершенную границу, не была точно определена, поэтому требовались измерения, выполненные на сверхрешётках высокого качества, приготовленных методом магнетронного распыления, или на сверхрешётках, приготовленных методом МЛЭ. Принимая во внимание разъяснения, данные выше для ориентации (100), частота порядка 100 МГц может быть ожидаема для резонансной линии идеально плоской границы, формируемой атомами, ближайшее окружение которых состоит из 7 атомов Co и 5 атомов Cu.

В результате можно говорить, что направление роста текстуры (сформировавшаяся текстура) определяет локальное окружение ядра-зонда ^{59}Co в интерфейсной области. В свою очередь, согласно разделу 1.2, локальное магнитное поле на ядре атома зависит, главным образом, от состава первой координационной сферы и, как следствие, частота резонансных линий определяется ближайшим окружением. Анализ спектра ЯМР позволяет сопоставить резонансные линии и типы ближайшего окружения ядра-зонда, что в свою очередь делает возможным качественную и количественную оценку состояния интерфейсов Co/Cu, являющихся одним из наиболее значимых потенциалов рассеяния электронов проводимости, а также, в некоторых случаях, установить направление роста текстуры в исследуемой сверхрешётке.

1.3.3 Влияние методики приготовления и состава подложка/буфер на структуру сверхрешёток Co/Cu

В спектре ЯМР для многослойной структуры, содержащей только высокосовершенные интерфейсы, можно выделить объемную резонансную линию (ГЦК, ГПУ или некоторое их сочетание) и одну линию интерфейса, зависящую от ориентации, например, (111), (110) или (100). На рисунке 1.6 (д) и (е), в разделе 1.3.1 хорошо показано влияние подложки и буфера на интерфейсную область в случае двух похожих многослойных структур, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии [28]. На рисунке 1.6 (д) представлен спектр ЯМР для сверхрешётки Co/Cu, выращенной на GaAs/Ge(50нм)/Co(1.5нм)/Cu(20нм), на рисунке 1.6 (е) показан спектр сверхрешётки сапфир/Nb(60Å)/Cu(30Å), выращенной методом МЛЭ. Спектр ЯМР для второй сверхрешётки, очевидно, имеет меньшую интенсивность низкочастотной области спектра, что свидетельствует о значительно меньшем перемешивании в области межслойных границ. Наиболее полное исследование влияния сочетания подложка/буфер и методики приготовления выполнено в работе [72]. Рисунок 1.9 даёт представление о том, как различные методики приготовления и сочетания подложка/буфер влияют на структуру интерфейсов:

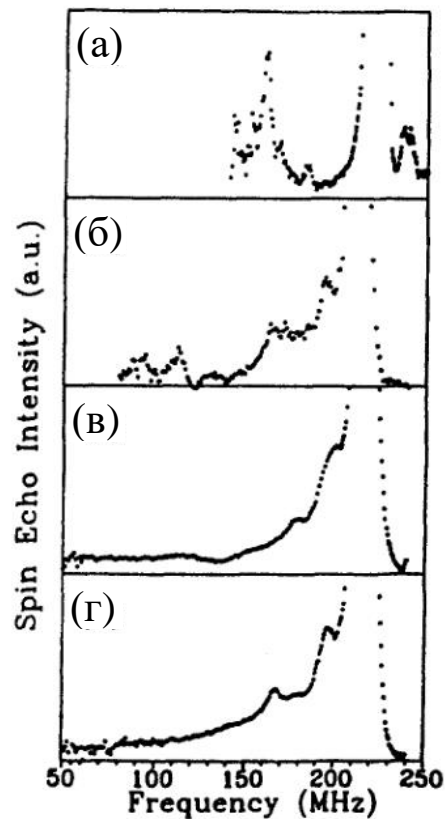


Рисунок 1.9 – Примеры спектров ЯМР в зависимости от типа буферного слоя и методики приготовления (все образцы выращены на подложке Si). (а) Буфер Cu, сверхвысоковакуумное испарение, единичный слой кобальта 2 нм, текстура (111); (б) Сверхрешётка, буфер Cu, сверхвысоковакуумное испарение, текстура (111); (в) Сверхрешётка, буфер Fe, магнетронное распыление током высокой частоты, нет выделенного направления роста; (г) Сверхрешётка, буфер Ta, магнетронное распыление постоянным током, текстура (111) [72]

Спектр ЯМР на рисунке 1.9 (а) является примером спектра с почти идеальным интерфейсом, записан на образце, состоящем из одиночного слоя кобальта толщиной 2 нм, выращенном в направлении $\langle 111 \rangle$ на монокристалле меди с нанесённым защитным слоем железа. При такой структуре в плёнке формируется только один интерфейс. В случае сверхрешёток, приготовленных методом магнетронного распыления, на спектрах ЯМР обнаруживается несколько резонансных линий в низкочастотной области спектра. В частности, спектры можно смоделировать с использованием линий на частотах примерно 200 и 183 МГц, характеризующих атомное окружение, в котором ближайшие соседи ядра-зонда Co заменены 1 и 2 атомами Cu, соответственно.

Спектр на рисунке 1.9 (б) записан на многослойной структуре, приготовленной методом сверхвысоковакуумного испарения. В работах [24, 31] было выполнено моделирование этого

спектра в предположении, что этот образец всё ещё имеет резкие атомные границы, но они имеют огромное количество дефектов высотой в один атом.

Спектр ЯМР на рисунке 1.9 (в) записан на образце, приготовленном методом распыления током высокой частоты. Этот спектр похож на спектр ЯМР CoCu с первой интерфейсной линией большой интенсивности (возникает от ядер кобальта, в ближайшем окружении которого 11 Co и 1 Cu), второй линией с меньшей интенсивностью и большей протяженностью в низкочастотной области спектра. Такой спектр характерен для многослойных структур с обширным перемешиванием в интерфейсной области. На рисунке 1.9 (г) представлен некий промежуточный вариант двух рассмотренных выше случаев: различимая третья спутниковая линия и особенности, характерные для спектра ЯМР сверхрешёток Co/Cu. Следовательно, интерфейсная область этого образца представляет собой островки идеально плоской границы, разделённые областями с большей степенью перемешивания.

Более подробное исследование влияния типа буферного слоя на структуру интерфейсов выполнено при приготовлении идентичных сверхструктур на кремниевой подложке с использованием различных типов буферных слоёв: Cu, Fe [26]. В работе [27] исследовано влияние толщины буферного слоя Fe на структуру интерфейсов.

На рисунке 1.10 показаны спектры ЯМР для образцов с различным материалом буферного слоя: на рисунке 1.10 (а) – сверхрешётка выращена на буферном слое Fe, на рисунке 1.10 (б) материал буфера – Cu. На спектре ЯМР для образца, выращенного на буферном слое железа, видно, что часть интерфейсов можно отнести к высокосовершенным. Напротив, в случае образца, приготовленного с использованием медного буферного слоя, спектр ЯМР имеет протяженный неструктурированный вид, характерный для неупорядоченных, перемешанных интерфейсов. Исследования влияния толщины слоя Fe на структуру предполагают существование критической толщины буферного слоя в случае материалов, приготовленных методом распыления [27]. Однако причина возникновения структурных переходов остаётся неясной, поскольку ЯМР и рентгеноструктурные методы дают существенно разные результаты.

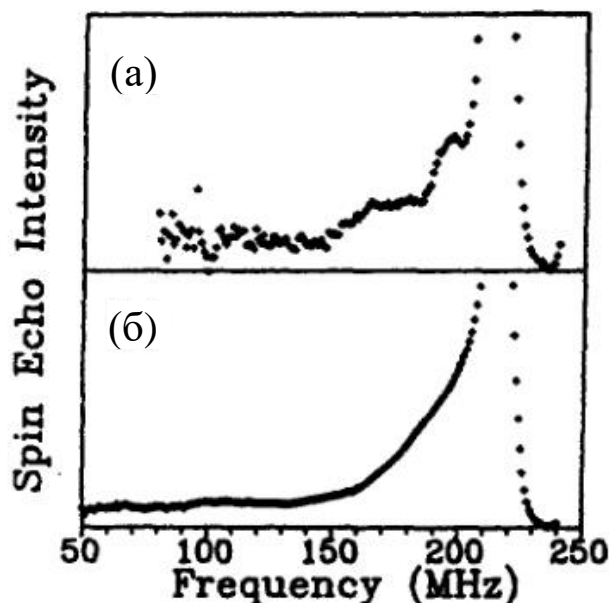


Рисунок 1.10 – Спектр ЯМР ^{59}Co сверхрешёток Co/Cu, приготовленных методом магнетронного распыления постоянным током на (а) Fe и (б) Cu буферных слоях, выращенных на Si подложке [72]

Анализ работы, приведённый выше, позволяет понять, как метод ЯМР может быть полезен для специалистов, занимающихся исследованием сверхрешёток. Обсуждаемые результаты позволяют понять общие тенденции при изучении сверхрешёток методом ЯМР, но не являются полноценной методикой. Например, буферный слой Fe, в сравнении с Cu, не всегда позволяет получить многослойные структуры с более качественными интерфейсами, если изменены остальные параметры напыления.

Ранее были опубликованы работы [67, 69], посвященные ^{59}Co ЯМР на плёнках, в которых каждый чередующийся слой Co замещён на NiFe (пермаллой), чтобы сформировать повторяющуюся структуру Cu/Co/Cu/NiFe. Главной целью этих работ является уменьшение величины внешнего поля для повышения магниторезистивной чувствительности. Методом ЯМР было показано, что интерфейсы сверхрешёток Co/Cu со слоями NiFe похожи на интерфейсы сверхрешёток без дополнительных слоёв пермаллоя. Анализ особенностей меньшего масштаба, эффекты второго порядка, малые изменения характера перемешивания в области интерфейсов, является затруднительным, поскольку контрольные образцы приготовлены тем же методом, каким были получены образцы, содержащие NiFe.

Электроосаждение, потенциально, очень практичный метод приготовления магнитных многослойных структур, поскольку скорость приготовления образцов сочетается с экономической доступностью. Первоначально многослойные плёнки, приготовленные методом

электронного осаждения, были больше похожи на материалы CoCu с неразличимой структурой интерфейсов в атомном масштабе. Однако работа [68], посвящённая методу ЯМР, показала, что эта методика приготовления достаточно оптимизирована, чтобы получить интерфейсы, похожие на формирующиеся в многослойных структурах, полученные методом распыления (рисунок 1.11):

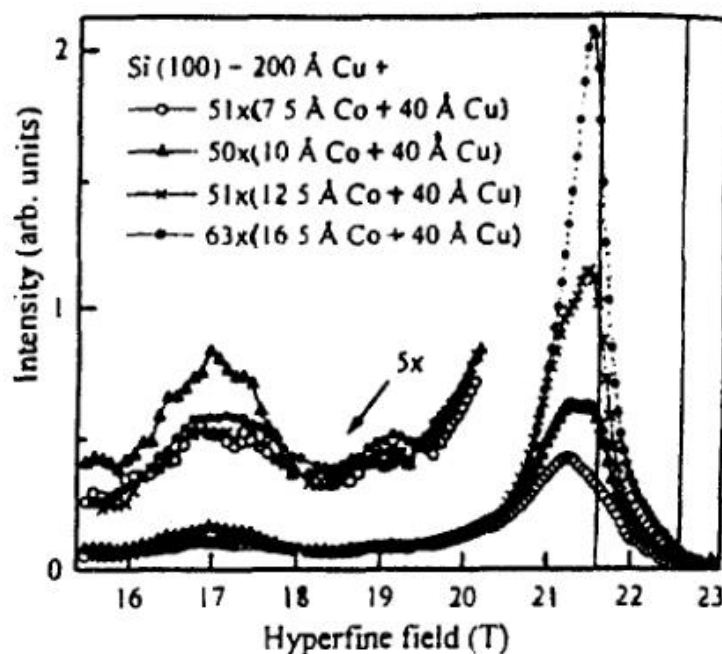


Рисунок 1.11 – Спектры ЯМР сверхрешёток Co(x)/Cu(4нм), выращенных на подложке Si, с буферным слоем меди, с текстурой (100), приготовленных методом электроосаждения, записанные при температуре 1.6 К. Интенсивность низкочастотной области спектра увеличена в 5 раз, для более наглядного представления структуры интерфейсов [68]

Подобные результаты были получены для многослойных структур, выращенных на буферном слое Au с текстурой (111) (согласно рентгеноструктурным исследованиям), в то время как ожидалось, что две различные текстуры приведут к формированию спектров, отличающихся в области высокосоввершенных интерфейсов. Очевидно, эти сверхрешётки по-прежнему имеют недостаточную степень упорядочения, однако методы приготовления развиваются, судя по спектрам на рисунке 1.11 и метод ЯМР можно успешно применять для получения подробной информации об атомном окружении ядра-зонда.

Распыление является наиболее применимой техникой приготовления сверхрешёток. Изучение состояния интерфейсов как функции параметров напыления представляет значительный интерес, поскольку сверхрешётки являются перспективным материалом для изготовления магнитных сенсоров. Рассмотрим влияние напряжения смещения при ионно-

лучевом распылении на структуру интерфейсов сверхрешёток Co/Cu. Ранее было выполнено несколько работ [36, 37, 73], в которых метод ЯМР использован для исследования структуры интерфейсов в зависимости от величины напряжения смещения V_B при распылении. На рисунке 1.12 видно изменение спектров ЯМР для серии сверхрешёток $[\text{Co}(10\text{\AA})/\text{Cu}(10\text{\AA})]_{100}$ с заданным направлением роста $\langle 110 \rangle$ при напряжении смещения от 400 до 1400 В.

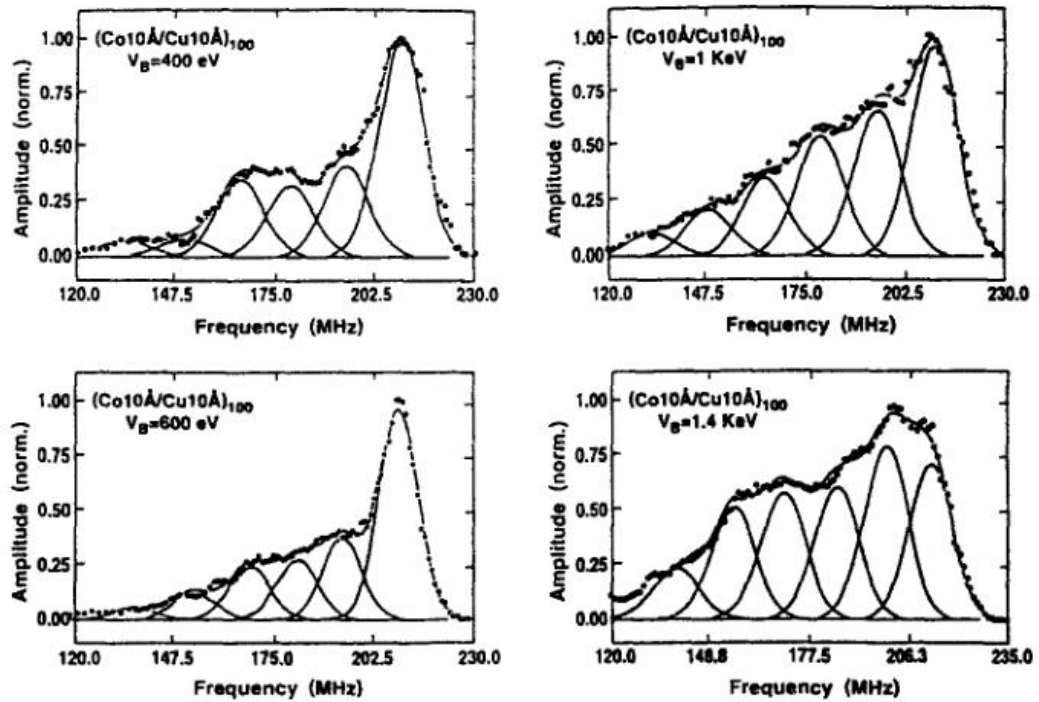


Рисунок 1.12 – Спектры ЯМР на ядрах ^{59}Co сверхрешёток $[\text{Co}(10\text{\AA})/\text{Cu}(10\text{\AA})]_{100}$, записанные в нулевом внешнем магнитном поле при температуре $T = 4,2 \text{ K}$, в зависимости от напряжения смещения V_B . Основная линия сформирована ГЦК Co, низкочастотная часть спектра обусловлена увеличением количества замещения кобальта медью в координации ядра-зонда (11 Co + 1 Cu, 10 + 2 Cu, и т.д.) [37]

На всех спектрах можно видеть распределение интенсивностей резонансных линий, свидетельствующее о существенном перемешивании кобальта и меди, однако спектры значительно отличаются. Положение объёмной линии близко к положению резонансной линии для ГЦК фазы Co, также не наблюдается уширение высокочастотного крыла этой линии, что говорит о крайне малом содержании ГПУ фазы Co в сверхрешётке. В сверхрешётках Co/Cu, выращенных в направлении $\langle 110 \rangle$, высокосовершенные интерфейсы формируются из атомов кобальта, в координации которых 7 атомов Co и 5 атомов Cu. Ни на одном из спектров нет выраженной линии, которую можно было бы связать с таким окружением (7 Co + 5 Cu), поэтому

в сверхрешётках должны формироваться интерфейсные области, такие же, как и в растворах. Можно смоделировать спектры, используя следующее выражение [37]:

$$P(X_i) = X_i + \alpha_i(1 - X_i), \quad (1.5)$$

где P – вероятность нахождения атома Со в ближайшем окружении атома Со внутри слоя кобальта, X_i – средняя доля атомов в i -ом слое, α_i – параметр ближнего порядка в i -ом слое. Эта модель свидетельствует о том, что интерфейсная область, подобная растворам, возникает в пределах одной атомной плоскости интерфейсов при $V_B = 400$ - 600 В и в пределах двух атомных плоскостей при $V_B = 1000$ - 1400 В. Образцы, приготовленные при $V_B = 600$ В, наиболее приближены к случаю высокосовершенных интерфейсов. Также на этом образце достигается максимальное значение эффекта ГМС, что находится в согласии с работой [54] (рисунок 1.6 (д,е), выполненной на высококачественных многослойных структурах, приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии.

Выбор методики приготовления и состава буферного слоя, как можно видеть, оказывает решающее влияние на структуру и состояние интерфейсов в кобальтсодержащих сверхрешётках. Применяя метод ЯМР для накопления данных о состоянии интерфейсов в зависимости от метода приготовления и используемых материалов буферного слоя, можно установить влияние интерфейсов, рассматривая их как потенциалы рассеяния, на особенности спинового транспорта и, как следствие, величину эффекта гигантского магнитосопротивления.

1.3.4 Влияние термообработки на структуру сверхрешёток Со/Си

Термообработка, пожалуй, является одним из старейших и наиболее важных методов, используемых для варьирования параметров материалов. Термообработка сверхрешёток Со/Си при умеренных температурах (200 - 300 °С) приводит к значительному изменению их магнитных и магнитотранспортных свойств. По-видимому, это происходит из-за неких структурных изменений в сверхрешётках.

Высокая чувствительность метода ЯМР к координации ядра-зонда позволяет выявлять структурные изменения в масштабе нескольких ангстрем. Наиболее последовательное и систематическое исследование влияния термообработки было выполнено в работе [34] (многослойные структуры, приготовленные методом МЛЭ) и в работе [33] по сверхрешёткам, приготовленным методом распыления. Исследование многослойных структур, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии [34], выполняли на пяти идентичных образцах

[Co(1,15нм)/Cu(0,7нм)]₂₀, подложка и буфер – Al₂O₃/Nb/Cu, защитный слой – Au. Список образцов представлен в таблице 4.

Таблица 4 - Измерения магнитосопротивления при температуре 4,2 К серии отожжённых сверхрешёток [Co(1,15нм)/Cu(0,7нм)]₂₀, выращенных методом МЛЭ. ρ_s – насыщение удельного сопротивления при 4 Тл, $\Delta\rho$ – изменения удельного сопротивления между состояниями без поля и в поле насыщения. MR – $\Delta\rho/\rho_s$ выраженное в % [34].

Annealing conditions	ρ_s (Ω cm)	$\Delta\rho$ (Ω cm)	MR (%)
Unannealed	8.2	3.0	36.6
200°C for 45 mins	9.0	3.4	37.8
260°C for 45 mins	12.0	4.4	36.7
290°C for 45 mins	14.4	4.7	32.6
320°C for 45 mins	18.6	5.8	31.1

Рентгеноструктурные исследования [74] на тех же образцах показали отсутствие видимых изменений в многослойных структурах в результате термообработки. Однако было обнаружено, что защитный слой Au вместе с последним, верхним слоем Cu образует сплав, что приводит к значительному изменению сопротивления, как видно из таблицы 4. Также отметим, что при увеличении температуры обработки уменьшается магнитосопротивление.

На рисунке 1.13 приведены спектры ЯМР для образцов Co/Cu (111), приготовленных методом молекулярно-лучевой эпитаксии: не подвергавшегося термообработке (а) и для образца после термообработки при 320 °С в течение 45 минут (б). На этих спектрах видно две ожидаемые линии: объёмная линия, от атомов внутри слоя кобальта (примерно 215 МГц) и линия от высокосовершенного интерфейса (примерно 168 МГц), а также несколько резонансных линий с относительно низкой интенсивностью. Это означает, что в сверхрешётках [Co(1,15нм)/Cu(0,7нм)]₂₀ преобладают высокосовершенные межслойные границы.

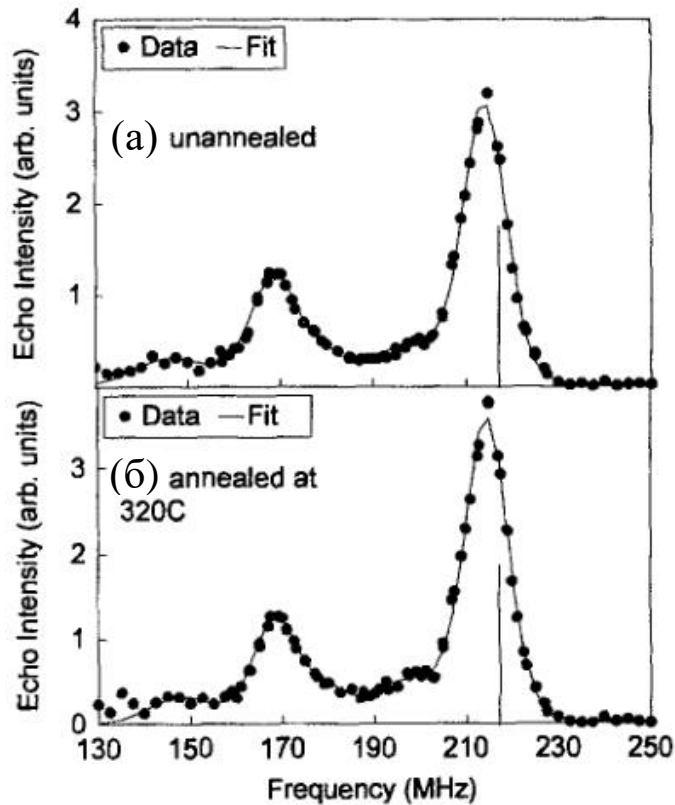


Рисунок 1.13 – Спектры ЯМР ^{59}Co сверхрешёток сапфир//Nb(6нм)/Cu(3нм)/[Co(1,15нм)/Cu(0,7нм)]₂₀/Au(3,8нм) с текстурой (111): (а) без термообработки, (б) термообработка при 320 °С в течение 45 минут. Экспериментальные данные получены при температуре 4,2 К. Вертикальные линии обозначают положение основной линии от порошка Co в ГЦК фазе в отсутствие механических напряжений [34]

Также по этим спектрам можно сделать вывод о малом уменьшении частоты, обусловленном механическими напряжениями в плоскости из-за несовпадения постоянных решёток кобальта и меди. Очевидно, что в результате отжига не происходят значительные структурные изменения. Это несколько удивительно и показывает, что сверхрешётки Co/Cu (111) приготовленные методом МЛЭ, при правильном выборе подложки и структуры буферного слоя, проявляют хорошую термостабильность при температурах, превышающих 300 °С.

Резюмируя, можно сказать, что термообработка позволяет изменять состояние межслойных границ, но остальные параметры – номинальные толщины, число пар слоёв, материал буферного слоя, очевидно, остаются неизменными. Это позволяет построить однозначную связь между состоянием межслойных границ и величиной гигантского магнитосопротивления, что представляет фундаментальный интерес в области спинового транспорта.

1.4 Кобальтсодержащие нанопроволоки

В последние годы значительный интерес вызывают нанопроволоки (НП) – одномерные наноструктуры, обладающие особыми магнитными свойствами. Их уникальность обусловлена и малыми размерами (наноразмерный магнетизм), и сильной анизотропией формы. Популярный способ получения таких структур – матричный синтез – электрохимическое заполнение различными металлами пор в темплате – специальной матрице. Выделяют два основных вида матриц: трековые мембраны [75] и пористый оксид алюминия [76]. Параметры нанопроволок определяются матрицей, условиями роста и составом ростового электролита. Матричный синтез позволяет в широком диапазоне варьировать как состав, так и геометрические свойства (плотность размещения, направление роста, диаметр). Развитие нанопроволок было последовательным: нанопроволоки из одного металла, гомогенные из двух и нескольких металлов. Следующим этапом развития стали гетерогенные нанопроволоки, состоящие из чередующихся слоёв различных металлов.

Известен ряд работ, посвящённых синтезу и изучению слоевых нанопроволок с чередующимися слоями *3d*-металлов (кобальт, никель, железо) и немагнитной меди. Так в работе [77] описано приготовление нанопроволок из чередующихся слоёв кобальта и меди, в которых наблюдали эффект гигантского магнитосопротивления, величина которого составляла примерно 15 %. В работе [78] описано получение нанопроволок кобальт/медь методом электроосаждения в поры поликарбонатных мембран (диаметр пор 80 ± 5 нм) и определена величина эффекта гигантского магнитосопротивления. В этой работе проведено сравнение двух методов: однованновый и двухванновый метод. При использовании одной емкости, содержащей кобальт и медь, авторы наблюдали соосаждение меди в кобальтовые слои. При двухванновом электроосаждении образец фиксировали на вращающемся диске, который перемещал образец между ваннами с электролитом кобальта и меди, с очищающей станцией между этими ваннами. Такой подход позволил выращивать слои толщиной до 10 нм. В работе [79] изучали гетерогенные нанопроволоки Co/Cu диаметром 50-200 нм, с различной толщиной кобальтовых слоёв. Было установлено, что при изменении соотношения толщины и диаметра нанопроволок изменяются их магнитные свойства (магнитосопротивление, процесс перемагничивания). Авторы сделали предположение, что в случае нанопроволок с тонкими слоями кобальта формируется однодоменная структура, а при переходе к толстым слоям кобальта возникает вихревая структура.

Использование нанопроволок с целью магнитной записи было предложено достаточно давно [80]. Повысить плотность записи за счёт использования различных областей единичной

нанопроволоки было предложено в работе [81]. Перспективно выглядят исследования свойств нанопроволок научной группой из Федерального научно-исследовательского центра «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук (г. Москва) под руководством Загорского Д. Л. [82]. Методика приготовления нанопроволок этой группой достаточно подробно освещена в работе [83]. На рисунке 1.14 показано изображение слоевых нанопроволок Ni/Cu (а) и Co/Cu (б), полученное методом просвечивающей растровой электронной микроскопии:

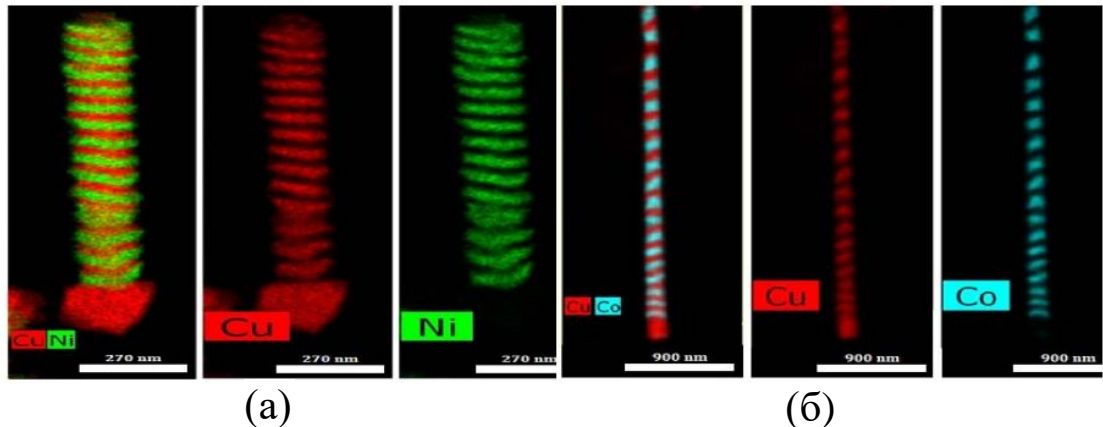


Рисунок 1.14 - Просвечивающая растровая электронная микроскопия слоевых нанопроволок Ni/Cu (а) и Co/Cu (б)

В работе [84] были исследованы нанопроволоки с чередующимися слоями кобальта или железа с медными. Было показано, что подобно двумерным слоевым системам, магнитные свойства зависят от толщины немагнитного слоя. Использование слоевых нанопроволок из двух различных металлов для генерации электромагнитного излучения терагерцовой частоты было предложено в работе [85].

Принимая во внимание широкое практическое применение таких систем, а также технический и фундаментальный интерес, требуются локальные методы исследования таких физически малых объектов.

Одним из эффективных методов исследования нанопроволок является мессбауэровская спектроскопия, позволяющая оценить величину магнитного поля на ядре и его изменение при варьировании локального окружения ядра и намагниченности. С помощью этого метода в работе [86] были изучены гомогенные проволоки из сплавов FeNi, FeCo. Установлено влияние ростового напряжения (т.е. скорости роста), диаметров нанопроволок на параметры спектра и показана корреляция последних с рентгеноструктурными данными. В настоящей работе для исследования структуры нанопроволок предложен метод ядерного магнитного резонанса, преимущество которого уже описаны выше.

1.5 Моделирование интерфейсов сверхрешёток Co/Cu

В приведённом литературном обзоре большое внимание уделено решению прямой задачи: определение состояние интерфейсов в сверхрешётках. Однако существует и обратная задача, суть которой заключается в выборе и построении модели интерфейсов, характеризующей сверхрешётки. Такая модель, в конечном итоге, позволяет моделировать спектры ЯМР и точно описывать состояние интерфейсов в сверхрешётках. Так в работе [31] предложена двумерная модель межслойной границы в сверхрешётках Co/Cu. В этой работе изучаются сверхрешётки Co/Cu, приготовленные методом электронно-лучевого испарения, материал подложки – оксид кремния, буферный слой – 20 нм меди. Рентгеноструктурными методами установлены сформировавшаяся текстура (111) и период сверхрешётки. На рисунке 1.15 показан спектр ЯМР для сверхрешётки из 40 бислоев, в которых толщина слоя кобальта составляет 1.23 нм, толщина меди – 4,2 нм. Общая толщина сверхрешётки – 200 нм. На вставке рисунка 1.15 показана двумерная модель интерфейса Co/Cu:

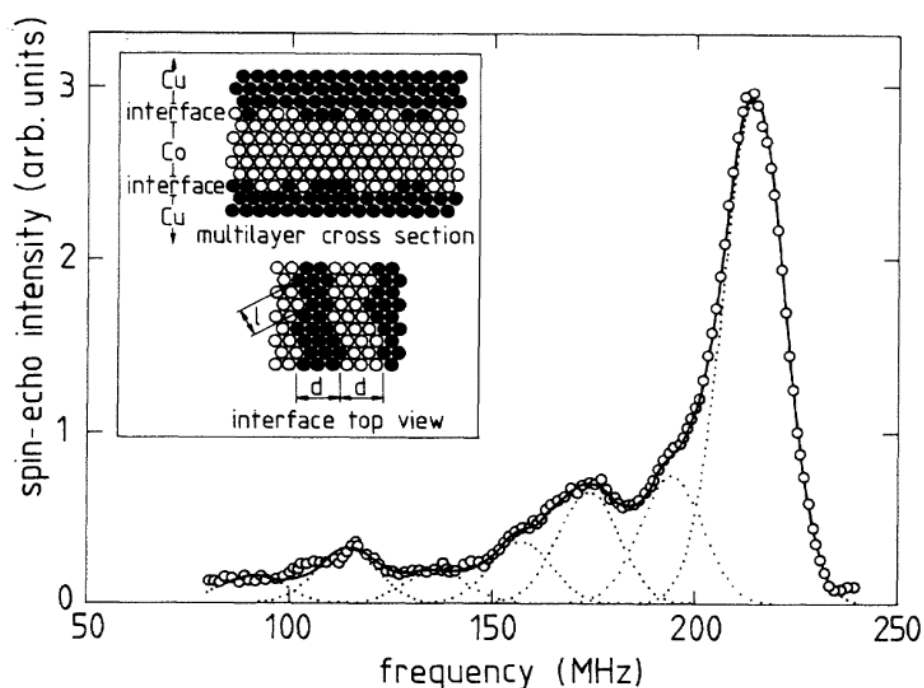
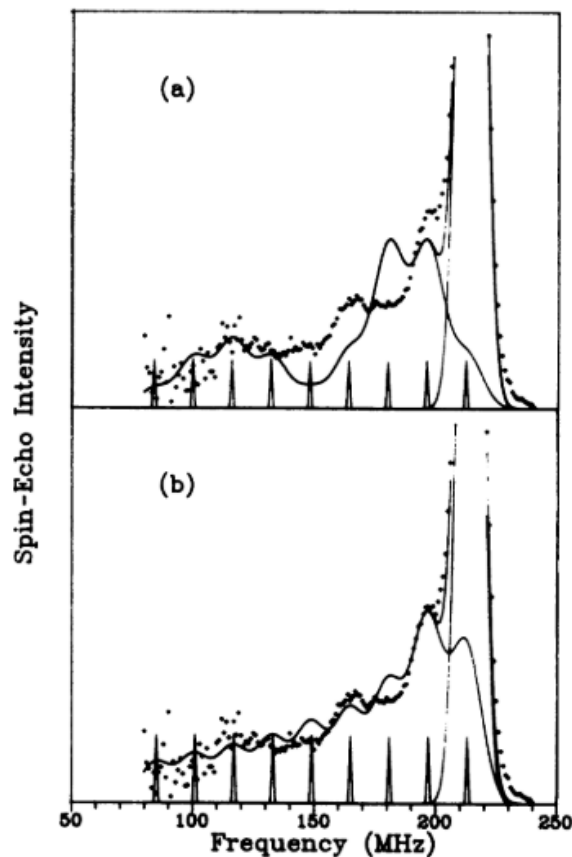


Рисунок 1.15 – Интенсивность спинового эха как функция частоты в нулевом внешнем магнитном поле для сверхрешёток $[Co_{12}/Cu_{42}]$ (111). Вставка: схематичное представление сверхрешётки Co/Cu с «дефектами» интерфейса толщиной в один атомный слой [31]

На вставке рисунка 1.15 показан интерфейс Co/Cu, содержащий «внедрения» глубиной в один атомный слой, шириной d , расстояние между этими «внедрениями» также равно d , l – длина этих «внедрений». При значении d и l порядка двух межатомных расстояний, расхождение с экспериментом не превосходит 10%.

В работе [24] были исследованы сверхрешётки Co/Cu, приготовленные методом магнетронного распыления при использовании подложки из химически очищенного кремния. Число пар слоёв – 30, буферный слой состоит из слоя меди или железа, толщины кобальтового слоя – 1,5 и 6 нм, толщину слоя меди варьировали от 1,5 до 9 нм. В этой работе была взята за основу и развита модель, предложенная в работе [31]: вводится концентрационный профиль с учётом толщины интерфейса, превышающей один атомный слой, оценивается вероятность формирования атомов кобальта с различным ближайшим окружением.

На рисунке 1.16 показаны экспериментальные и смоделированные на основе диффузной модели интерфейсов спектры ЯМР [24]:



2

Рисунок 1.16 – Моделирование интерфейсов сверхрешёток $[Co_{15}/Cu_{15}]_{30}$ с использованием диффузной модели интерфейсов. (a) – толщина интерфейса один монослой. Наилучшее моделирование спектра ЯМР получено при толщине интерфейса в три монослоя – (b) [24]

На рисунке 1.16 видно хорошее совпадение экспериментальных и смоделированных спектров ЯМР. Авторы отмечают, что четвертая резонансная линия модельного спектра, соответствующая трём атомам меди в координации кобальта, имеет слишком низкую интенсивность, относительно соседних линий, для того чтобы описать спектр. Это окружение соответствует атомам кобальта, локализованным в плоских ГЦК интерфейсах с кристаллографической ориентацией $\langle 111 \rangle$. Авторы делают вывод, что в их образцах локально более плоские интерфейсы, чем допустимы в используемой модели, и полагают, что переход к модели островов кобальта (или меди) с распределённой высотой позволит скорректировать интенсивность линии, соответствующей атома кобальта с тремя атомами меди в координации.

Статья [27] посвящена исследованию сверхрешёток, приготовленных методом магнетронного распыления, материал подложки – кремний, материал буферного слоя – железо, толщина буферного слоя варьируется от 0 до 15 нм. Сверхрешётка имеет следующую структурную формулу: $\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1\text{нм})/(2\text{нм})]_{16}$. В этой работе используется дополненная модель из работы [31]. Используя рентгеноструктурные данные и анализируя экспериментальные спектры ЯМР, авторы, согласно используемой модели, делают следующий вывод: для сверхрешёток с толщиной буферного слоя железа менее 2,4 нм в формировании интерфейса вовлечены 4 атомных слоя, рисунок 1.17:

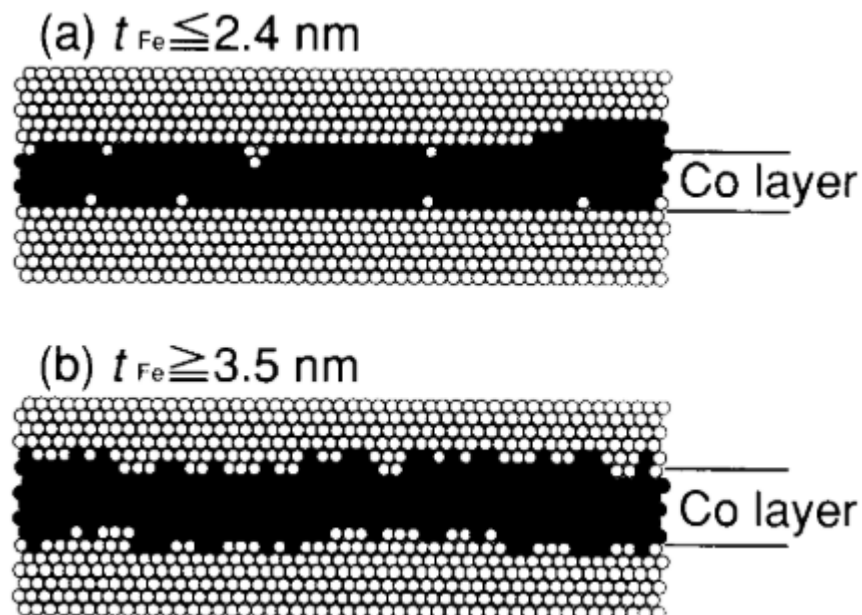


Рисунок 1.17 – Схематичное представление структуры интерфейсов сверхрешёток Co/Cu при (a) толщине буферного слоя железа менее 2,4 нм и (b) – толщине буферного слоя железа более 3.5 нм. ● – кобальт, ○ – медь. [27]

Однако доля перемешанных атомов составляет менее 10%. Более того, параметры атомного ближнего порядка говорят о наличии тенденции к кластеризации кобальта в интерфейсах. Следовательно, большая часть интерфейсов является атомно-гладкой и существует малое число больших шагов («внедрений») или островов, как показано на рисунке 1.17 (а). При использовании буферного слоя Fe толщиной более 3,5 нм, межслойное перемешивание обнаруживается лишь в двух слоях. Однако доля атомов, участвующих в перемешивании, составляет 30-40%. Результат моделирования таких интерфейсов показан на рисунке 1.17 (b).

Рассмотренные подходы к моделированию интерфейсов позволяют получить полезную информацию о состоянии интерфейсов и востребованы для моделирования спектров ЯМР. Однако необходимо отметить, что рассмотренные модели ограничиваются двумерным представлением интерфейсов и, следовательно, переход к моделированию интерфейсов в трёхмерном пространстве имеет высокую степень актуальности, поскольку позволит более точно смоделировать спектры ядерного-магнитного резонанса в кобальтсодержащих сверхрешётках. Отметим, что ранее не были опубликованы работы, где выполняли моделирование интерфейсов Co/Cu в трёхмерном пространстве.

1.6 Краткие выводы

В связи с регистрацией в наноразмерных системах типа сверхрешётки и нанопроволоки на основе кобальта высокого значения эффекта гигантского магнетосопротивления в настоящее время наблюдается повышенный спрос на их исследование локальными методами. Одним из таких методов, позволяющих получать информацию на атомном уровне, является метод ядерного магнитного резонанса в нулевом внешнем магнитном поле. ЯМР на ядре ^{59}Co хорошо проявил себя при исследовании особенностей строения (ГЦК и ГПУ) и структуры магнитоупорядоченных веществ как объемных кобальтсодержащих материалов, так и различных пленок и наноструктур.

Несмотря на то что исследования сверхрешёток Co/Cu проводили неоднократно, требуются методики и подходы, способные четко выявлять влияние различных факторов на строение кобальтовых слоёв и межслойных. Такими факторами являются материал подложки и буферного слоя, число пар слоёв, толщина магнитных и немагнитных слоёв, режим термообработки, методика и режим приготовления. Перечисленные параметры, в значительной степени влияющие на спиновый транспорт и, как следствие, на эффект ГМС системно не исследовали. Другой актуальной задачей является исследование структурных особенностей кобальтсодержащих нанопроволок, формирование и строение которых, до настоящего времени, изучены мало.

Несмотря на то что качественно особенности формы спектра ЯМР на ядре кобальта достаточно хорошо определены, моделирование реально реализуемых межслойных границ и сопоставление соответствующих им спектров ЯМР с экспериментальными спектрами позволит получить новые данные о строении интерфейсов Co/Cu.

2 Образцы и методика эксперимента

2.1 Образцы

В настоящей работе исследованы следующие образцы:

1. Сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_n/Cr(3нм), $n = 10, 20, 30, 40$;
2. Сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1.5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм),
 $t_{Cu} = 0.85, 0.93, 2.28, 2.7$ нм;
3. Сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм), термообработка при температурах отжига $T_{отж} = 150, 200, 300$ °С, длительность отжига на каждой температуре составлял 1 час;
4. Сверхрешётки стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм), $n = 10, 12, 14, 16, 20$;
RuCr=(Ni₈₀Fe₂₀)₆₀Cr₄₀;
5. Гомогенные нанопроволоки: диаметр $d = 100$ нм, $\rho = 1,2 \times 10^9$ пор/см², чистый Co и Co₈₀Cu₂₀;
6. Гетерогенные нанопроволоки: диаметр $d = 100$ нм, $\rho = 1,2 \times 10^9$ пор/см², толщина слоёв Co 30 нм.

2.2 Методы приготовления образцов

2.2.1 Методика магнетронного распыления

Приготовление сверхрешёток Co/Cu проводили на установке магнетронного напыления MPS-4000-C6 (ULVAC, Япония) в ИФМ УрО РАН под руководством Миляева М.А. на подложках из стекла производства фирмы «Corning». Общий вид установки магнетронного напыления приведен на рисунке 2.1.

Установка представляет собой три вакуумные камеры: 1) камера загрузки, оборудована радиочастотным магнетроном, используемым для очистки поверхности подложек методом обратного распыления; 2) камера напыления диэлектриков (диаметр мишени составляет 100 мм), 3) камера напыления металлов с шестью магнетронными источниками на постоянном токе (диаметр мишени составляет 50 мм, толщина мишени – 1,5-5 мм в зависимости от материала мишени). Давление остаточных газов в камере напыления металлов перед запуском аргона составляет 3×10^{-7} Па. Напыление производится в атмосфере особо чистого аргона (99.9998 %) при давлении 0.1 Па. Мощность магнетронов на постоянном токе составляла 100 Вт. Для

обеспечения однородной толщины по всей площади плёнки подложка вращается со скоростью 7-10 об./мин, температура подложки во время напыления составляет (23 ± 2) °С.

Оценка скорости напыления каждого материала выполнена с помощью оптического профилометра Zygo NewView 7300 по известному времени напыления и высоте перепада «материал/подложка». Для получения пленок необходимой толщины время напыления рассчитывали по измеренной скорости напыления используемых материалов (таблица 5).

Процесс напыления сверхрешёток контролируется специальной компьютерной программой, в которой задаются и контролируются следующие параметры:

1. последовательность напыления слоев;
2. время напыления каждого слоя;
3. время запуска в камеру газообразного аргона;
4. мощность магнетронов;
5. давление аргона;
6. температура подложки;
7. скорость вращения подложки.



Рисунок. 2.1 – Высоковакуумная магнетронная напылительная система MPS-4000-C6

Таблица 5 – Скорости напыления материалов при мощности магнетронов 100 Вт и давлении аргона 0,1 Па.

Напыляемый материал	Скорость напыления, нм/мин
Fe	2,7
Co	3,0
Cu	6,9
Cr	3,0
(Ni ₈₀ Fe ₂₀) ₄₀ Cr ₆₀	3,21

2.2.2 Методика подготовки подложек

Процедура подготовки поверхности подложек выполнена в несколько этапов:

1. Очистка в ацетоне в ультразвуковой ванне: 10 мин при температуре 40 °С;
2. Очистка струей этилового спирта с последующей протиркой поверхности подложки безворсовой салфеткой;
3. Откачка камеры загрузки до давления $P = 6 \times 10^{-5}$ Па и последующая очистка поверхности подложки методом обратного магнетронного распыления на переменном токе в течение 4 минут.

Второй этап подготовки проводили непосредственно перед размещением подложки в камере загрузки установки магнетронного напыления.

2.2.3 Термообработка

Термообработку сверхрешёток Co/Cu выполняли в вакуумной установке, построенной на основе откачного поста ВОО Edwards (Великобритания). Давление остаточных газов составляло примерно 10^{-5} Па в условиях высокого безмасляного вакуума. До заданной температуры образец нагревали в течение 30 минут, длительность отжига составляла один час, затем выполняли охлаждение образца в течение 40 минут.

2.2.4 Методика приготовления нанопроволок

Нанопроволоки приготавливали однованным методом гальванического осаждения в Федеральном государственном учреждении «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук (г. Москва) под руководством Загорского Д. Л. В качестве темплатных матриц (ТМ) использовали полимерные ТМ из полиэтилентерефталатной плёнки, полученные в Объединенном институте ядерных исследований (г. Дубна). Толщина плёнки составляла 10 мкм, диаметр пор 100 нм и поверхностная плотность пор $1,2 \times 10^9$ пор/см². Роль как токоподвода, так и подложки-основы для формирования нанопроволок выполнял слой меди, нанесённый на поверхность мембраны. Нанесение проводили в две стадии: термическое распыление тонкого слоя меди в вакууме с последующим осаждением толстого слоя меди гальваническим методом. Полученные матрицы с контактным слоем помещали в гальваническую ячейку, в которой по двухэлектродной схеме проводили осаждение нанопроволок трёх типов:

1. Для получения нанопроволок из чистого кобальта использовали электролит следующего состава: $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 1,25 моль/л, H_3BO_3 – 0,5 моль/л, напряжение осаждения составляло 0,8 В;
2. Для гомогенных нанопроволок CoCu использовали электролит, содержащий ионы обоих металлов, следующего состава: $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 0,7 моль/л, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 0,03 моль/л, H_3BO_3 – 0,5 моль/л. Напряжение на протяжении всего времени осаждения составляло 1,5 В (концентрация меди составляла около 20 % по данным последующего элементного анализа);
3. Электроосаждение гетерогенных нанопроволок Co/Cu производили в том же электролите, что и осаждение гомогенных НП CoCu . Для получения слоевой структуры прикладывали периодически изменяющееся напряжения осаждения 1,5 и 0,5 В.

2.3 Методы исследования

2.3.1 Методика измерения магнитосопротивления

Запись полевых зависимостей магнитосопротивления ($\Delta R/R$) исследуемых образцов проводили на автоматизированном вибрационном магнитометре АВМ-1. Установка создана в ИФМ УрО РАН под руководством Миляева М.А. с обеспечением соответствующего метрологического контроля. АВМ-1 оснащена специализированным держателем, предназначенным для исследования свойств тонкоплёночных систем. Линейные размеры измеряемых образцов составляли: ширина до 2 мм, длина до 8 мм. При записи полевых зависимостей магнитосопротивления магнитное поле направляли в плоскости плёнки и

перпендикулярно направлению движения тока. Для определения величины магнитосопротивления было использовано следующее выражение:

$$\frac{\Delta R}{R_s} = \frac{R(0) - R_s}{R_s} \times 100\%, \quad (2.1)$$

где R_s – сопротивление в поле магнитного насыщения. Магнитосопротивление образца измеряли четырёхконтактным методом. Прижимные контакты представляют собой миниатюрные иглы, изготовленные из фосфористой бронзы.



Рисунок 2.2 - Вибрационный магнетометр АВМ-1

2.3.2 Методика исследования микроструктуры образцов

Исследования структурных характеристик сверхрешёток были выполнены с использованием просвечивающей электронной микроскопии. Электронно-микроскопические исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования ИФМ УрО РАН на электронных просвечивающих микроскопах «СМ-30 SuperTwin» и «Теснаі G2 30 Twin». Для изготовления образцов для просвечивающей микроскопии использована специальная методика скалывания подложки под определённым углом с целью получения кусочка плёнки, выступающего за край подложки.

2.3.3 Рентгеноструктурные методы

Рентгеновская дифракция. Метод рентгеновской дифракции в больших углах был использован для определения типа текстуры (или её отсутствия) в исследуемых образцах. Измерения выполнены на рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2 (Великобритания) в излучении $\text{CoK}\alpha$.

Рентгеновская рефлектометрия. Является мощным методом контроля и аттестации тонких плёнок (1-1000 нм), позволяет определить величину среднеквадратичной шероховатости поверхности и интерфейсов, установить среднюю плотность вещества исследуемой слоистой структуры. Суть метода состоит в регистрации и обработке дифракционной картины от рентгеновских лучей, отражённых образцом при малых углах падения ($\Theta = 0,1^\circ\text{-}5^\circ$). Полное отражение падающего пучка происходит при углах падения Θ меньших, чем критический угол отражения Θ_k . Для большинства материалов критический угол отражения Θ_k не превосходит $0,3^\circ$. Величина критического угла отражения Θ_k позволяет оценить среднюю плотность вещества образца, используя следующее выражение: $\Theta_k \sim \sqrt{\rho}$. При углах падениях $\Theta > \Theta_k$ падающее излучение проникает в образец. Происходит отражение падающих лучей от интерфейсов в образце, и в дальнейшем эти лучи интерферируют, что приводит к возникновению осцилляций интенсивности, которые называют осцилляциями Киссига. При увеличении угла падения происходит уменьшение амплитуды осцилляций. Интенсивность затухания амплитуды этих осцилляций позволяет делать качественные выводы о шероховатости межслойных границ в исследуемой сверхрешётке: быстрое спадание амплитуды говорит о значительной шероховатости интерфейсов. Напротив, медленное уменьшение амплитуды осцилляций свидетельствует о достаточно высоком качестве структуры интерфейсов. Анализ расположения брегговских пиков на рефлектограмме, возникающих от периодической наногетероструктуры, в соответствии с аттестованной «Методикой определения периода многослойных нанотолщинных сверхструктур при помощи дифракции рентгеновских лучей в малых углах» (свидетельство № 223.13.09.153/2009), позволяет определить период сверхрешётки. Все рефлектометрические исследования, приведенные в диссертации, выполнены на лабораторном рентгеновском дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2.

Для получения численных значений шероховатости интерфейсов было выполнено моделирование экспериментальных рефлектограмм. Для моделирования использовали программное обеспечение, поставляемое совместно с дифрактометром PANalytical Empyrean Series 2 - PANalytical X`Pert Reflectivity. При моделировании варьировали плотность и толщину слоёв кобальта и меди, толщину и плотность защитного слоя Cr (и возникающего под

воздействием атмосферы оксида хрома Cr_2O_3), толщину буферного слоя, а также шероховатость интерфейсов Co/Cu , $\text{буфер}/\text{Co}$, $\text{сверхрешётка}/\text{Cr}$, $\text{Cr}/\text{Cr}_2\text{O}_3$. Для проверки параметров, полученных в ходе моделирования рефлектограмм, были использованы различные начальные условия.

2.3.4 Методика ядерного магнитного резонанса

Экспериментальное оборудование. Запись спектров ЯМР на ядрах ^{59}Co в отсутствие внешнего магнитного поля была выполнена на модернизированном импульсном фазокогерентном спектрометре ЯМР SXP 4100 производства компании «Bruker» в Институте физики металлов имени М. Н. Михеева. Для проведения эксперимента ЯМР в локальном поле при температуре жидкого гелия использовали датчик ЯМР, спроектированный и изготовленный совместно с Матвеевым С.А и Верховским С.В. в лаборатории диффузии.

Блок-схема спектрометра ЯМР. Модифицированный импульсный спектрометр «Bruker» способен работать в диапазоне частот выше 140 МГц в одноканальном режиме с супергетеродинным приёмом. На рисунке 2.3 приведена блок-схема одного канала двухканального спектрометра с супергетеродинным приёмом. Специальный контроллер компании SpinCore Technologies (США) применен для формирования видеоимпульсов различной скважности и длительности. Он позволяет формировать импульсы с точностью до 10 нс. Непрерывный синусоидальный сигнал с выхода синтезатора PTS-D620 и импульсы с генератора видеоимпульсов поступают на вход модулятора импульсов, который формирует РЧ-импульс.

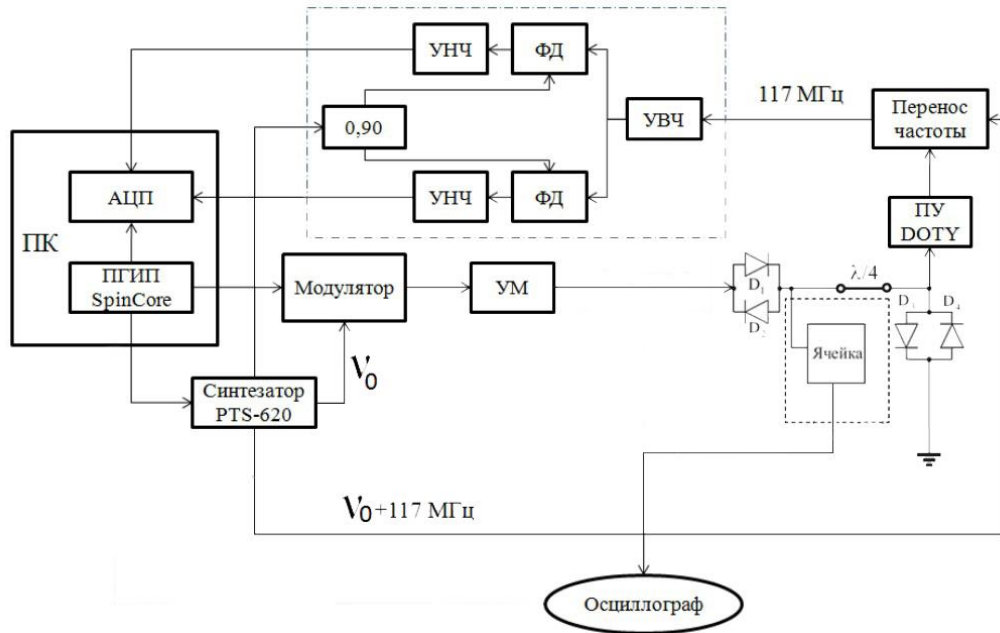


Рисунок 2.3 – Схема супергетеродинного приёмника. ПГИП – программируемый генератор импульсных последовательностей; АЦП – аналого-цифровой преобразователь; ПК – персональный компьютер; ФД – фазовый детектор; УНЧ – усилитель низкой частоты; УВЧ – усилитель высокой частоты; ПУ – предусилитель; УМ – усилитель мощности

Синтезатор частоты PTS-D620 на основе цифрового прямого синтеза частоты позволяет синтезировать частоты в диапазоне от 10 до 620 МГц с заданной фазой сигнала. Управление фазой синтезатора для формирования импульсной последовательности осуществляется платой SpinCore Technologies (США). РЧ-импульсы на выходе модулятора (около 0,2 В) попадают на широкополосный усилитель мощности (УМ). РЧ-импульсы высокой мощности (100-200 В) с выхода усилителя мощности подаются на $\lambda/4$ и защитные встречные диоды. Подстройка и согласование резонансного контура производится на основе сигнала, наводимого измерительной катушкой на антенну 50 Ом и последующего поиска максимума на осциллографе. Сигнал спинового эха, возникающий в результате возбуждения ядерной системы на датчике ЯМР, поступает на малозумный предусилитель производства «Doty scientific» (США), обладающий коэффициентом усиления около 20 дБ, при факторе шума ~ 1 дБ. Последующее усиления сигнала ЯМР происходит в усилителе высокой частоты на промежуточной частоте $\nu = 117$ МГц в режиме супергетеродинного приёма. После мощного РЧ-импульса усилитель высокой частоты блокируется. После необходимого усиления на уровне 10-30 дБ сигнал поступает на квадратурный фазовый детектор. Опорная частота для фазового детектора поступает с синтезатора PTS-D620. Далее амплитуда низкочастотного сигнала усиливается до значений 0,1-1 В и поступает на вход двухканального аналого-цифрового преобразователя ЛА-н20-12РС1,

выполненного в виде платы для PCI слота. Управление работой спектрометра и обработка накопленного сигнала выполняется в программном обеспечении WinPulse [87].

Разработка датчика ЯМР. Одной из задач данной работы является создание датчика для исследования кобальтсодержащих сверхрешёток и нанопроволок методом ЯМР. Особенностью этих структур является большая площадь и ультрамалые толщины слоёв и, как следствие, малый объем резонирующих ядер. Для достижения отношения сигнал/шум больше 10 на максимуме спектра ЯМР на кобальте за “разумное” время, требуется работа при низких температурах ($T = 4,2$ К). Поэтому датчик ЯМР должен был удовлетворять следующим параметрам:

1. Запись спектров в широком диапазоне частот (70 - 260 МГц) с шагом по частоте 100 кГц и больше;
2. Возбуждение резонанса должно быть оптимизированным как на этапе создания ВЧ-поля, так и при регистрации сигналов ЯМР, что означает реализацию максимально возможного фактора заполнения (отношение объема образца к объему, в котором возбуждается ВЧ-поле);
3. Компактное размещение настроечных элементов в непосредственной близости от катушки;
4. Датчик должен помещаться в сосуд Дьюара для жидкого гелия СТГ – 40 (диаметр горловины $\varnothing = 22$ мм);
5. Теплопроводность и теплоёмкость датчика должны быть минимальны (использование тонкостенных нержавеющей немагнитных сталей в конструкции).

Использование сосудов Дьюара (пункт 4) и уменьшение теплоемкости и теплопроводности датчика ЯМР (пункт 5) позволяют уменьшить финансовые затраты на покупку жидкого гелия. Расход жидкого гелия при работе датчика в сосуде Дьюара меньше, чем при работе на продувных криостатах при достижении температур жидкого гелия ($T = 4,2$ К).

В настоящей работе была поставлена задача исследования состояния межслойных границ в сверхрешётках Co/Cu. В этих системах, как было описано в литературном обзоре, магнитные моменты кобальтовых слоёв направлены вдоль геометрической плоскости плёнки. По этой причине стандартный соленоид не позволяет зарегистрировать сигнал ЯМР, поскольку вектор магнитной индукции (рисунок 2.4(a)) в исследуемых образцах сонаправлен с вектором намагниченности сверхрешётки и условие резонанса $H_1 \perp M$ может не выполняться, так как направление намагниченности пленки в плоскости неизвестно. Отдельно отметим, что для нанопроволок и сверхрешёток стандартный соленоид является неоптимальным из-за низкого коэффициента заполнения.

Для регистрации сигнала ЯМР от ядер ^{59}Co в нанопроволоках была изготовлена измерительная катушка (ИК) типа плоский соленоид – рисунок 2.4(б):

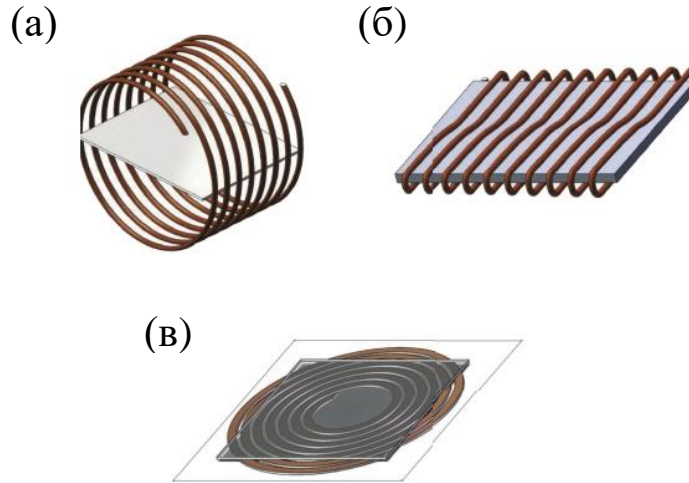


Рисунок 2.4 - Изображения катушек, обычно используемых в эксперименте ЯМР: соленоид (а); плоский соленоид (б); плоская спиральная катушка (в) [88]

В работе [88] было показано, что для исследуемых сверхрешёток оптимальная форма измерительной катушки – плоская спиральная катушка (рисунок 2.4(в)). Для регистрации сигнала ЯМР от ядер ^{59}Co от сверхрешеток могут быть изготовлены как минимум два типа плоских катушек – меандр (рисунок 2.5(а)) и Архимедова спираль (рисунок 2.5(б)):

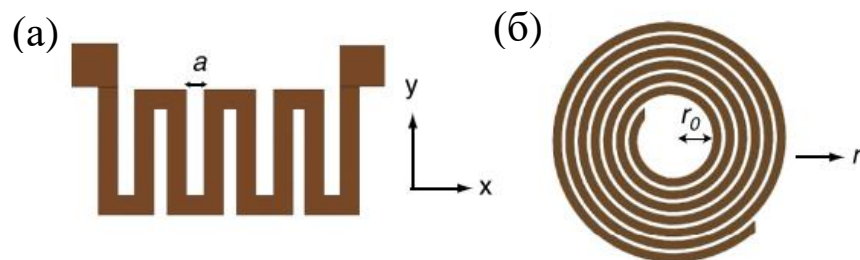


Рисунок 2.5 - Изображения двух типов геометрий плоских катушек: меандр (а); спираль (б) [88]

Для наблюдения сигнала ЯМР плоских сверхрешёток была изготовлена измерительная катушка, показанная на рисунке 2.6:

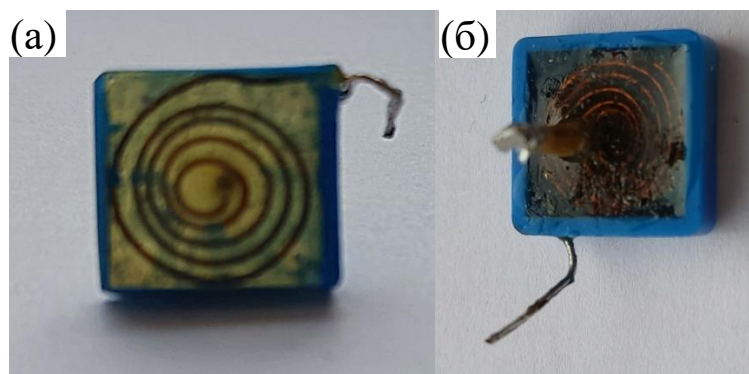


Рисунок 2.6 – Измерительная катушка для сверхрешёток Co/Cu. Вид снизу (а); вид сверху (б)

Катушка представляет собой плоскую спираль с напаянным контактом центрального отвода. Длина проволоки, используемая для изготовления датчика ЯМР для сверхрешёток, составляет 113 мм, диаметр (с лаком) – 0,43 мм. Рабочий диапазон частот – 120-240 МГц. Получившаяся конструкция помещена в корпус и залита эпоксидной смолой. Последним этапом изготовления измерительной катушки является шлифовка нижней грани корпуса с целью уменьшения расстояния до образца. Опытным путём также было установлено, что добавление двух слюдяных пластин между образцом и катушкой позволяет провести регистрацию сигнала ЯМР в оптимальных условиях – максимальное значение добротности контура. Катушка для регистрации сигнала ЯМР в области низких частот обладает следующими параметрами: длина проволоки 168 мм, толщина проволоки – 0,43 мм (с лаком), рабочий диапазон частот 97-160 МГц. Изготовлена по такой же технологии.

Измерительная катушка для регистрации сигнала ЯМР от ядер ^{59}Co в случае нанопроволок представляет собой плоский соленоид (рисунок 2.4(б)). Катушка выполнена из серебряной проволоки, прокатанной на валках, намотанной на ситалл и залитой в эпоксидную смолу. После окончания процесса полимеризации ситалл был извлечён. Для регистрации сигнала ЯМР от ядер ^{59}Co в сформированную полость помещается мембрана с массивом нанопроволок. Внешний вид измерительной катушки для нанопроволок показан на рисунке 2.7:

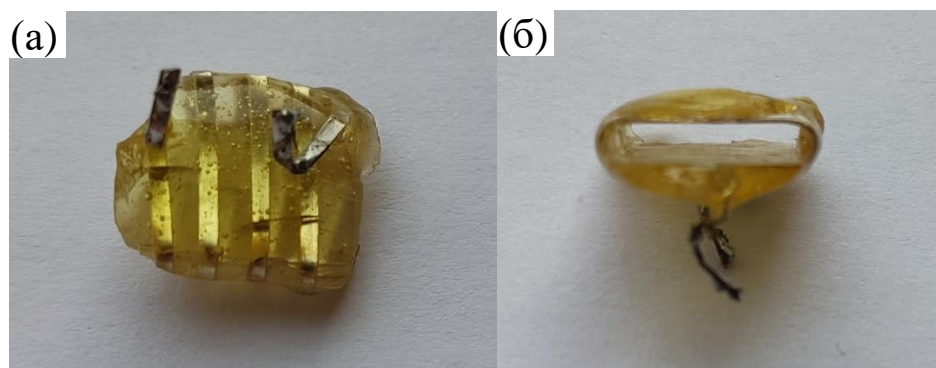


Рисунок 2.7 – Измерительная катушка для регистрации сигнала ЯМР от ядер ^{59}Co для нанопроволок: вид сверху (а); вид сбоку (б)

Датчик ЯМР (рисунок 2.8) выполнен в корпусе из трубки из нержавеющей стали диаметром 22 мм, толщина стенки 0,5 мм. Внутри трубки размещён переменный конденсатор, внутренняя и внешняя обкладки конденсатора изготовлены из латуни. Внутренняя обкладка конденсатора имеет фторопластовое покрытие толщиной 1 мм. Подпружиненные металлические лепестки внешней обкладки конденсатора обеспечивают подвижный электрический контакт с массой датчика ЯМР. Внутренняя обкладка конденсатора установлена на фторопластовый диск, разделяющий внутреннюю часть датчика ЯМР и колебательный контур (рисунок 2.9(а), электрическая схема датчика – рисунок 2.9(б)). Вблизи измерительной катушки размещена антенна, выполненная из резистора номиналом 50 Ом. Для реализации обратной связи (ОС) в области колебательного контура выведен контакт массы датчика ЯМР. Сигнал передаётся по экранированному коаксиальному проводу (жила-оплётка). Вне датчика ЯМР сигнальные провода имеют дополнительный экранирующий слой. Подключение датчика ЯМР осуществляется при помощи стандартных разъёмов BNC. Изменение ёмкости конденсатора осуществляется при помощи резьбовой шпильки, положение которой меняется регулировочным диском. На рисунке 2.10 показан датчик ЯМР.

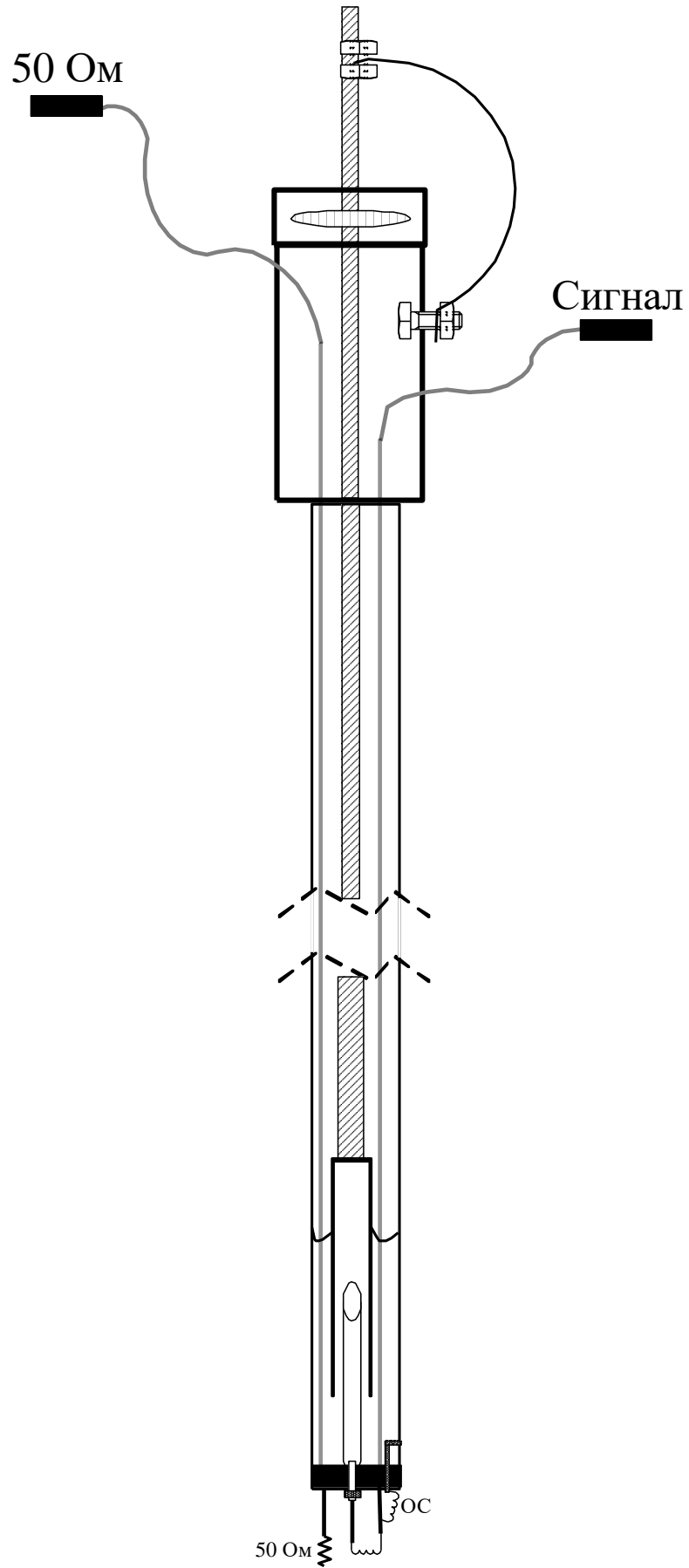


Рисунок 2.8 – Эскиз датчика ЯМР

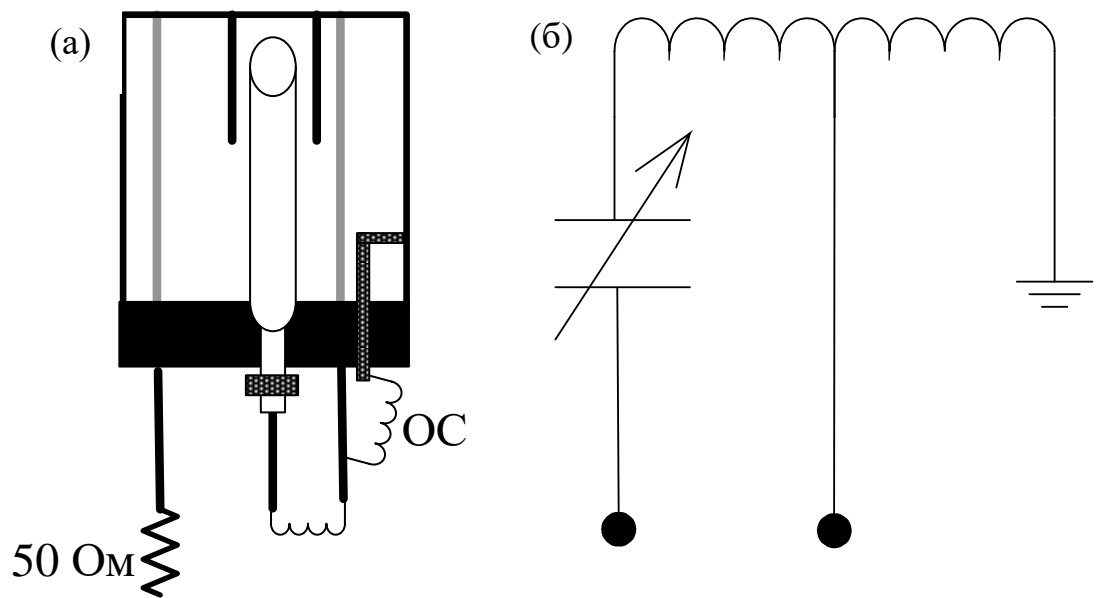


Рисунок 2.9 – Эскиз колебательного контура (а), электрическая схема колебательного контура (б)



Рисунок 2.10 – Датчик ЯМР

Регистрация спектров ЯМР. Спектры ЯМР были записаны методом развертки по частоте в диапазоне частот 70 – 260 МГц. Запись спектров осуществляли при температуре жидкого гелия (4,2 К) в локальном магнитном поле – внешнее магнитное поле отсутствовало. Сигнал спинового эха формировали последовательностью двух когерентных радиочастотных импульсов $\tau_{\text{имп},x} - \tau_{\text{del}} - 2 \tau_{\text{имп},y} - \tau_{\text{зад}}$ – спиновое эхо (модифицированная импульсная последовательность Хана) – рисунок 2.10, создающих в резонансной катушке с образцом переменное магнитное поле с амплитудой круговой компоненты $H_1 \approx 10$ Э. Длительность импульсов $\tau_{\text{имп}}$ составляла 0,5 мкс, временной промежуток $\tau_{\text{зад}}$ между импульсами составлял 11 мкс. Шаг изменения частоты составлял 1 МГц. Для устранения искажения спектров за счёт интерференционных эффектов и переходных процессов в резонансном контуре применяли последовательность с альтернированием фазы РЧ-импульсов. Для увеличения соотношения сигнал/шум осуществляли многократное накопление сигнала [89]. Регистрация спектров выполнена с учётом коэффициента усиления.

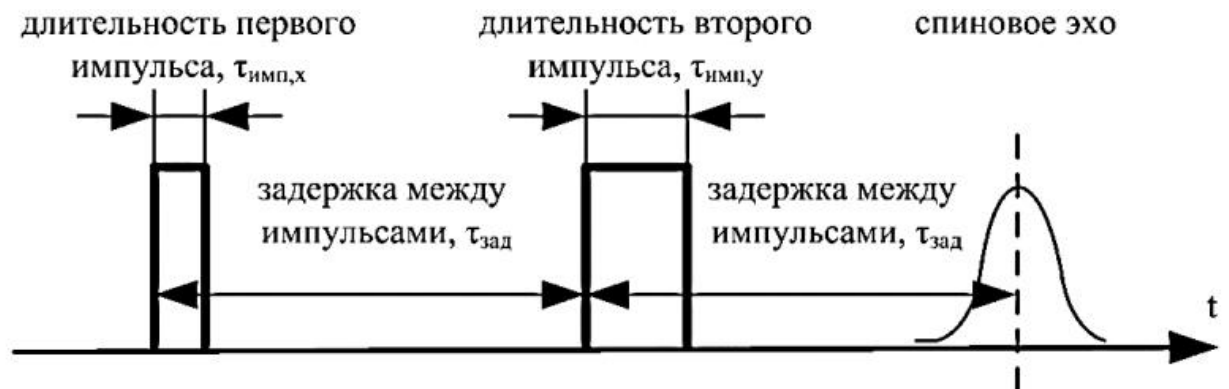


Рисунок 2.10 - Последовательность регистрирующей пары импульсов [90].

Амплитуду РЧ-импульса возбуждения контролировали посредством поддержания постоянной наводимой на антенне 50 Ом амплитуде сигнала во всём частотном диапазоне.

3 Влияние числа бислоёв в сверхрешётках Co/Cu на состояние межслойных границ

3.1 Сверхрешётки Co/Cu с буферным слоем железа

В рамках задачи оптимизации свойств сверхрешёток Co/Cu для получения максимальной величины магнитосопротивления в отделе квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН [91] методом магнетронного распыления была приготовлена серия магнитных сверхрешёток: стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_{*n*}/Cr(3нм); *n* = 10, 20, 30, 40.

На рисунке 3.1 представлена зависимость величины магнитосопротивления от числа бислоёв *n* для указанной выше серии сверхрешёток:

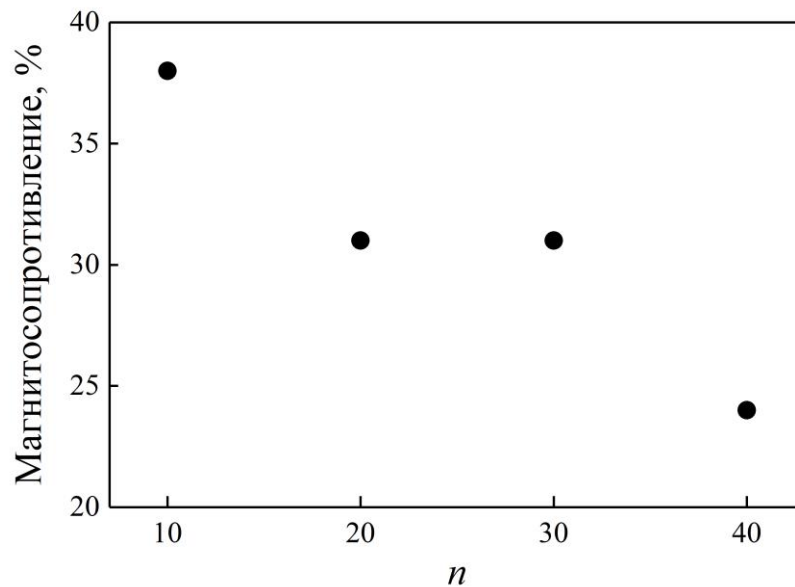


Рисунок 3.1 – Зависимость магнитосопротивления сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_{*n*}/Cr(3нм) от числа бислоёв *n*

Из рисунка 3.1 видно, что величина магнитосопротивления уменьшается при увеличении числа бислоёв *n*. Полученные экспериментальные результаты не согласуются с литературными данными [29]. Известно, что значительное влияние на величину ГМС оказывает состояние межслойных границ Co/Cu. Цель настоящего раздела – установление взаимосвязи количества бислоёв, магниторезистивных свойств и состояния интерфейсов сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_{*n*}/Cr(3нм), при *n* = 10, 20, 30, 40.

3.1.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железо

Электронно-микроскопические исследования показали, что исследуемые сверхрешётки имеют нанокристаллическую структуру, в которой кристаллиты разделены высокоугловыми границами, о чем свидетельствуют кольцевые электронограммы (рисунок 3.2, вставки). Из темнопольного изображения в рефлексах (111) Cu и Co (рисунок 3.2(а)) и светлопольного изображения (рисунок 3.2(б)) установлено, что средний размер нанокристаллитов в плоскости слоев составляет 25 нм:

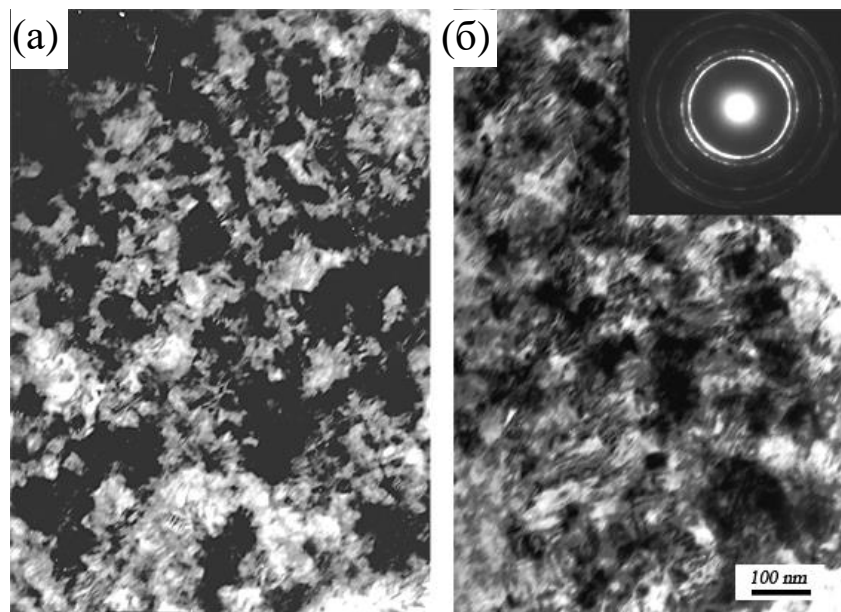


Рисунок 3.2 – Электронно-микроскопические изображения сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₄₀/Cr(3нм) (а) – темнопольное изображение в рефлексе (111) Cu и (б) светлом поле. В правом верхнем углу: кольцевая электронограмма

3.1.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железо

Рефлектограммы (излучение $\text{CoK}\alpha$, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$) серии сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_{*n*}/Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$ приведены на рисунке 3.3:

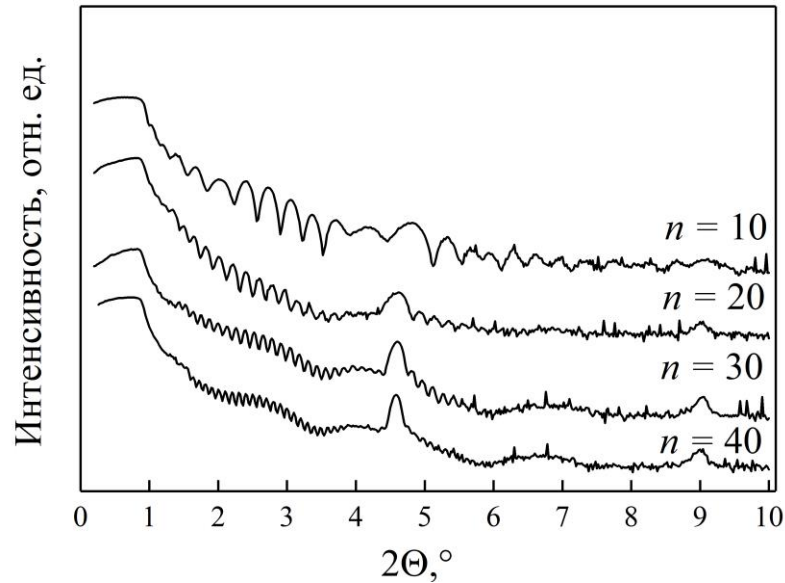


Рисунок 3.3 - Рефлектограммы серии сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_n/Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$. Излучение $\text{CoK}\alpha$, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$

Можно видеть, что первый брегговский пик не меняет свое положение и находится вблизи угла $2\Theta = 4,6^\circ$, что означает равенство периодов для всех сверхрешёток. Для выполнения моделирования были использованы значения интенсивности в диапазоне от критического угла отражения до $2\Theta = 6^\circ$. На рисунке 3.3 видно, что увеличение числа бислоев приводит к уменьшению амплитуды осцилляций Киссига: возрастает число плоскостей, от которых происходит переотражение рентгеновского излучения, и усложняется интерференционная картина, регистрируемая детектором. По этой причине качественная оценка амплитуды осцилляций не позволяет делать выводы о шероховатости интерфейсов сверхрешёток. В результате моделирования установлено, что шероховатость межслойных границ возрастает от 0,39 нм ($n = 10$) до 0,61 нм ($n = 40$), рисунок 3.4:

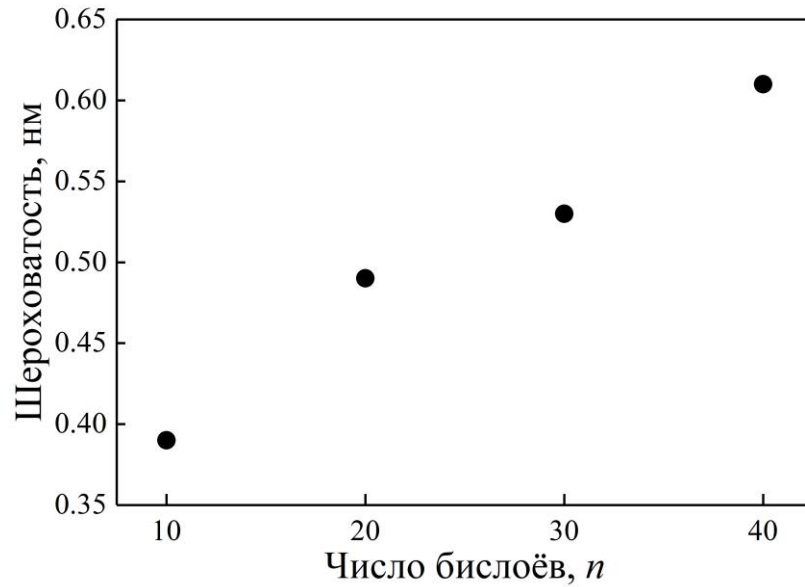


Рисунок 3.4 – Изменение шероховатости интерфейсов Co/Cu при увеличении числа бислоёв в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)] $_n$ /Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$

На рисунке 3.5 показана рентгеновская дифрактограмма в больших углах для сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)] $_{30}$ /Cr(3нм), излучение $\text{Co}K_\alpha$, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$:

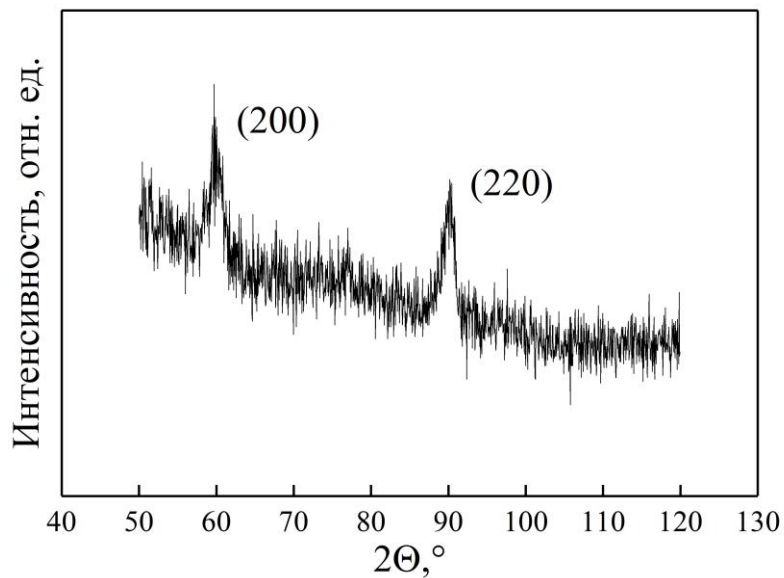


Рисунок 3.5 – Рентгеновская дифрактограмма в больших углах сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)] $_{30}$ /Cr(3нм), излучение $\text{Co}K_\alpha$, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$

На представленной дифрактограмме можно видеть две линии – (200) и (220). Отсюда можно сделать вывод, что в сверхрешётке стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₃₀/Cr(3нм) отсутствует преобладающая текстура. Соответственно имеют место два направления роста текстуры: <100> и <110>, что является ключевым моментом обсуждения результатов, полученных методом ядерного магнитного резонанса в следующем разделе.

3.1.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с буферным слоем железо

Методом ядерного магнитного резонанса на ядрах ⁵⁹Co были записаны спектры ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_n/Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$, в локальном магнитном поле при температуре 4,2 К, в диапазоне 150-235 МГц. На рисунке 3.6 приведены спектры ЯМР для сверхрешёток с различным числом бислоёв n : (а) – 10 пар, (б) – 20, (в) – 30, (г) – 40:

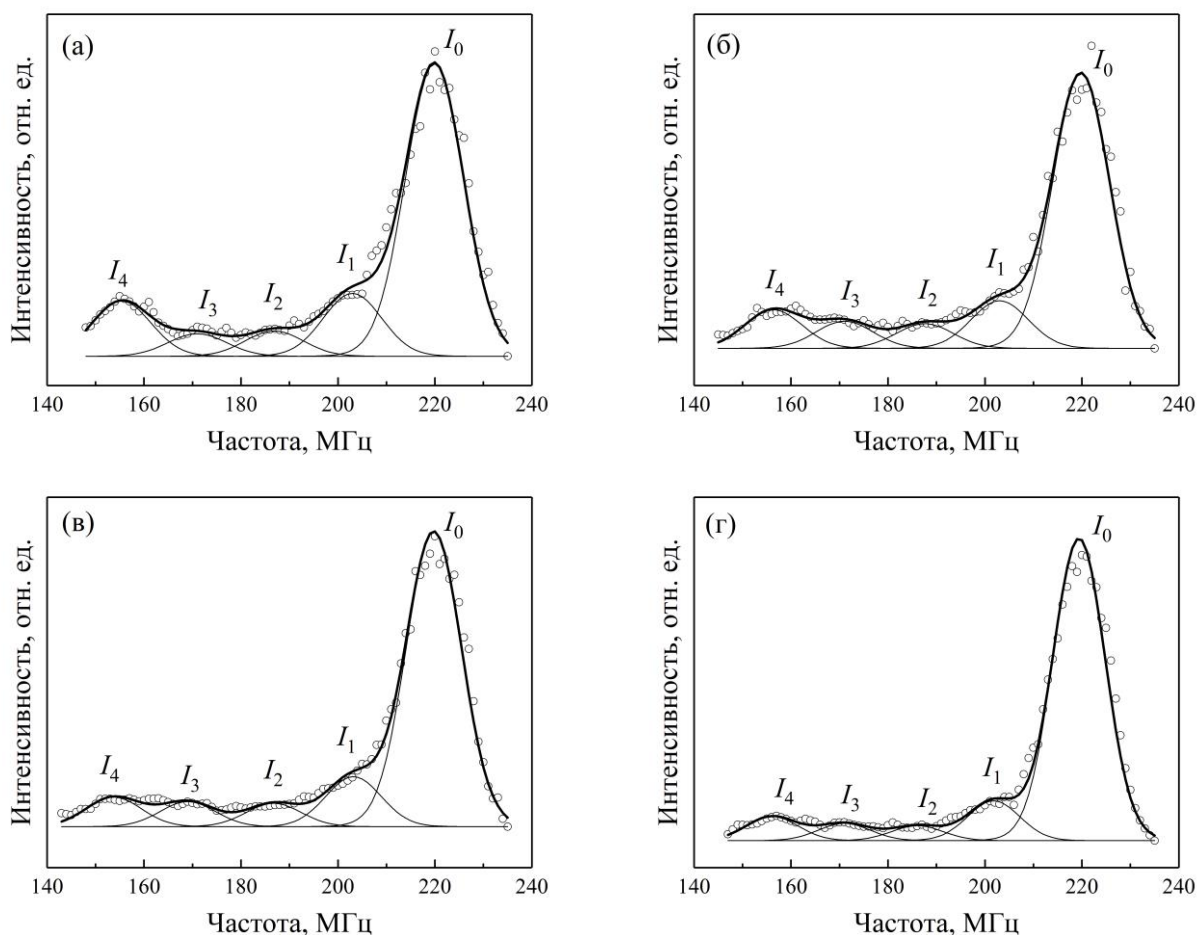


Рисунок 3.6 - Спектры ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_n/Cr(3нм), при $n = 10$ (а), 20 (б), 30 (в), 40 (г)

Согласно данным рентгеновской дифракции (раздел 3.1.2), в образце сформирована двухкомпонентная текстура – (100) и (110). На рисунке 3.7 показаны оба типа текстуры при направлении роста $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$:

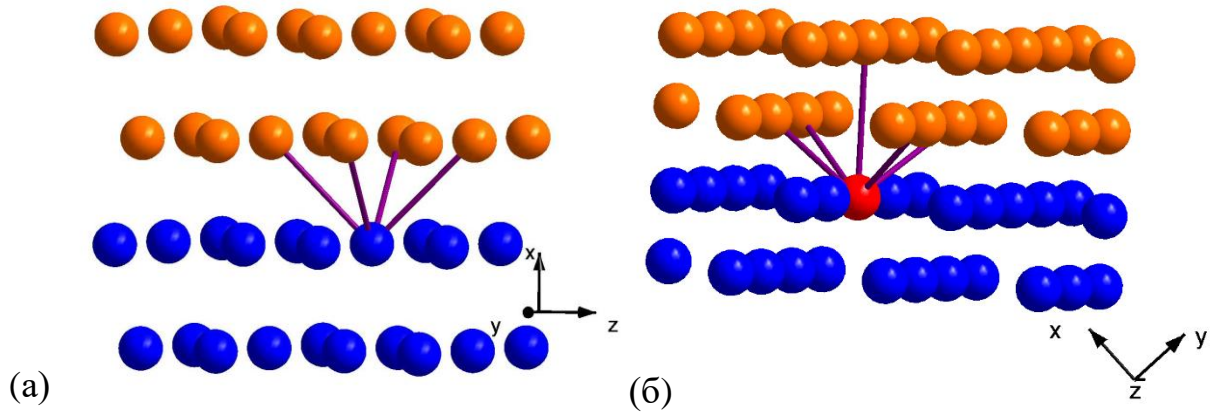


Рисунок 3.7 – Структура высокосовершенного интерфейса при (а) аксиальной текстуре (100), (б) текстуре (110)

На рисунке 3.7(а) можно видеть, что в случае текстуры (100) и при направлении роста $\langle 100 \rangle$ атомы кобальта, участвующие в формировании высокосовершенных интерфейсов, имеют в первой координационной сфере 4 атома меди, которые характеризуются резонансной линией на частоте примерно 156 МГц. В случае текстуры (110) высокосовершенная граница формируется атомами кобальта, у которых 5 атомов меди в ближайшем окружении. В этом случае резонансная частота ядра-зонда составляет примерно 140 МГц, которая отсутствует на экспериментальных спектрах ЯМР из-за технических ограничений спектрометра ЯМР.

Линия на 218 МГц свидетельствует, что кобальт находится в фазе ГЦК. Отсутствие резонансных линий в диапазоне 223-228 МГц означает, что в исследуемых сверхрешётках отсутствует гексагональная плотноупакованная решётка кобальта. Как описано выше, высокосовершенной межслойной границе соответствует резонансная линия I_4 (4 атома меди в ближайшем окружении ядра-зонда – рисунок 3.7(а)). Для оценки доли высокосовершенных интерфейсов в интерфейсной области использовали следующее выражение: $I_4 / \sum_{i=1}^{i=4} I_i$. Это соотношение говорит о том, какая доля всех межслойных границ приходится на высокосовершенную границу. На рисунке 3.8 показана доля высокосовершенных границ $I_4 / \sum_{i=1}^{i=4} I_i$ в зависимости от числа пар слоёв n для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)] $_n$ /Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$:

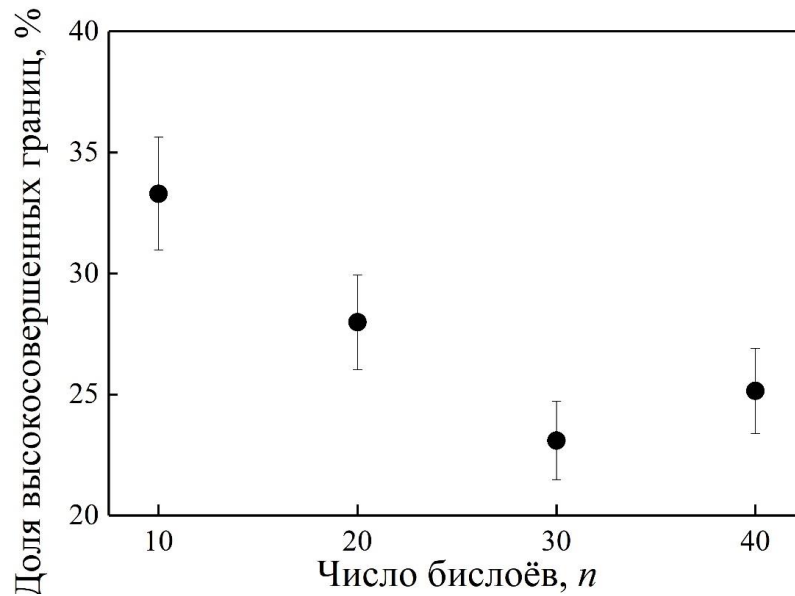


Рисунок 3.8 – Доля высокосовершенных границ $I_4/\sum_{i=1}^{i=4} I_i$ в зависимости от числа пар слоёв n для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)] $_n$ /Cr(3нм), при $n = 10, 20, 30, 40$

Из рисунка 3.8 видно, что доля высокосовершенных границ уменьшается от 33 % при $n = 10$, до 25 % при $n = 40$. Поскольку эффект ГМС зависит от состояния границ, то уменьшение эффекта ГМС с ростом числа n , по-видимому, можно связать с ухудшением состояния межслойных границ.

3.2 Сверхрешётки Co/Cu с композитным буферным слоем пермаллой-хром

Следующая серия образцов сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)] $_n$ /Cr(5нм), $n = 10, 12, 14, 16, 20$ с композитным буферным слоем PyCr = (Ni₈₀Fe₂₀)Cr₆₀ была приготовлена по оптимизированной лабораторной методике магнетронного распыления. В отличие от образцов, описанных в разделе 3.1, в данных сверхрешётках использован композитный буферный слой PyCr = (Ni₈₀Fe₂₀)Cr₆₀, что позволило сформировать более совершенную кристаллическую структуру слоёв [92, 93]. Зависимость магнитосопротивления от числа бислоёв n показана на рисунке 3.9:

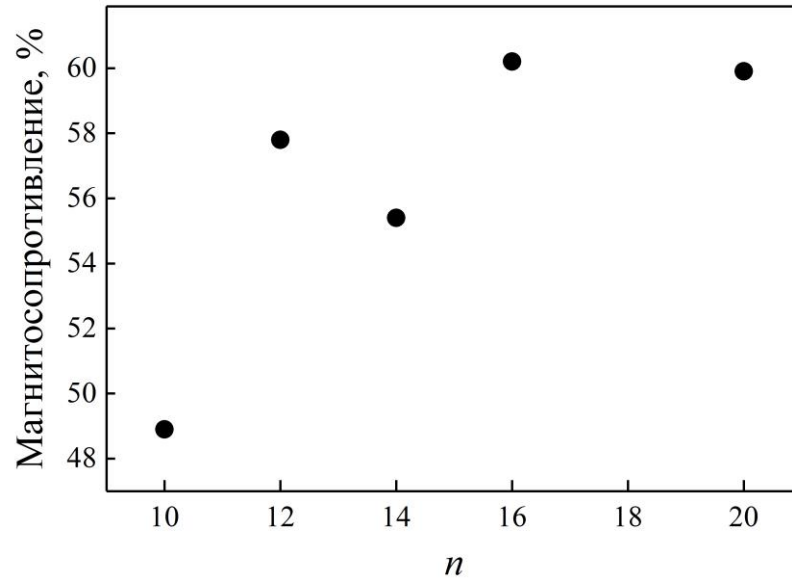


Рисунок 3.9 - Зависимость магнитосопротивления от числа бислоёв сверхрешёток стекло//RuCr(5 нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)] $_n$ /Cr(5нм), $n = 10, 12, 14, 16, 20$

3.2.1 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем пермаллой-хром

Рентгеновские дифрактограммы (излучение CoK_{α}) показаны на рисунке 3.10:

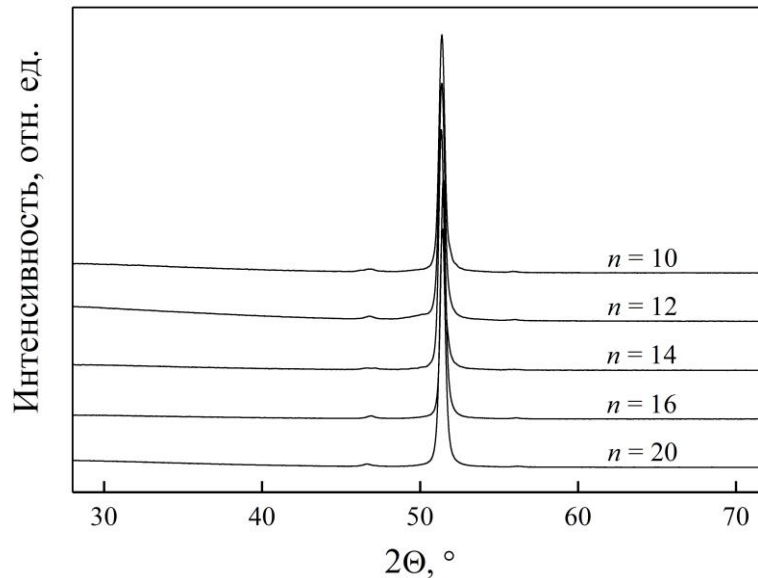


Рисунок 3.10 - Рентгеновские дифрактограммы сверхрешёток стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)] $_n$ /Cr(5нм), $n = 10, 12, 14, 16, 20$. Излучение CoK_{α}

Согласно рисунку 3.10, в сверхрешётке стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₁₆/Cr(5нм) сформирована текстура (111), что соответствует направлению роста аксиальной текстуры <111>. В то же время тип сформированной текстуры влияет не только на структуру интерфейсов, но и непосредственно на величину магнитосопротивления.

На рисунке 3.11 приведены рентгеновские рефлектограммы (излучение CoK_α) сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм), $n = 10, 12, 16, 20$:

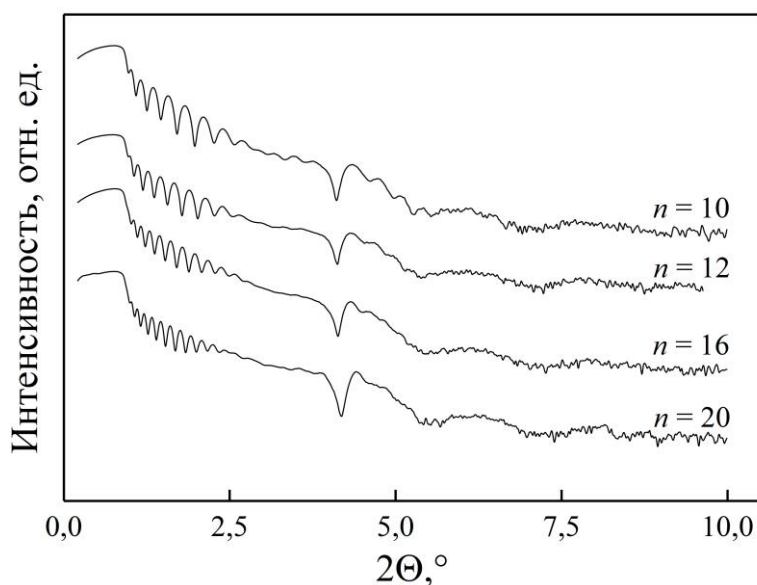


Рисунок 3.11 - Рефлектограммы сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм), $n = 10, 12, 16, 20$

На рисунке 3.11 видно, что первый брегговский пик для всех сверхрешёток находится вблизи угла $2\Theta = 4,35^\circ$, что означает равенство периодов для всех наноструктур. Наличие хорошо прорисованных осцилляций Киссига свидетельствует о малой шероховатости интерфейсов. В случае сверхрешёток с варьируемым числом бислоёв нельзя провести качественную оценку, т.к. при увеличении числа бислоёв также возрастает число атомных плоскостей, на которых происходит переотражение рентгеновского излучения и усложняется интерференционная картина на детекторе.

Моделирование рефлектограмм показало, что нет прямой связи между шероховатостью интерфейсов и числом бислоёв, шероховатость изменяется от 0,28 нм до 0,39 нм при увеличении n от 10 до 20, рисунок 3.12:

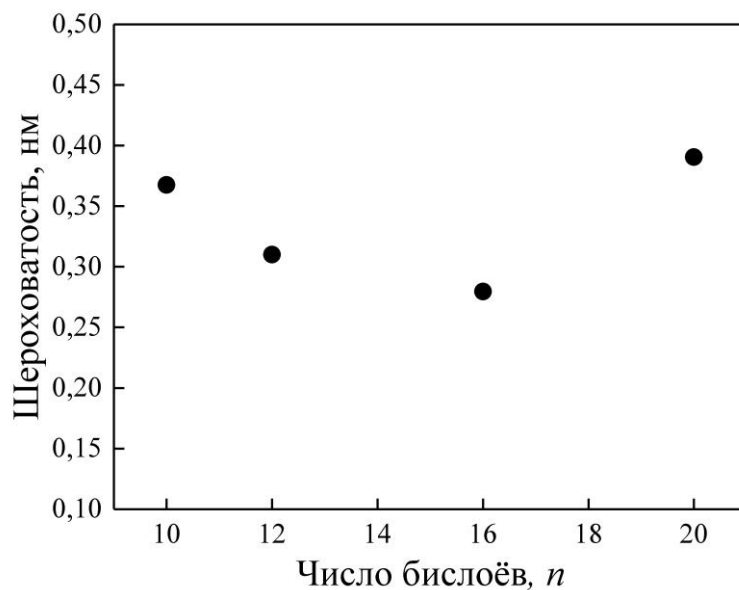


Рисунок 3.12 – Изменение шероховатости интерфейсов Co/Cu при увеличении числа бислоёв в сверхрешётках стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)] $_n$ /Cr(5нм) при $n = 10, 12, 14, 16, 20$

3.2.2 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с буферным слоем пермаллой-хром

Согласно результатам моделирования - рисунок 3.13 - в случае направления роста текстуры $\langle 111 \rangle$, высокосовершенная граница формируется атомами кобальта, в первой координационной сфере которых расположены три атома меди:

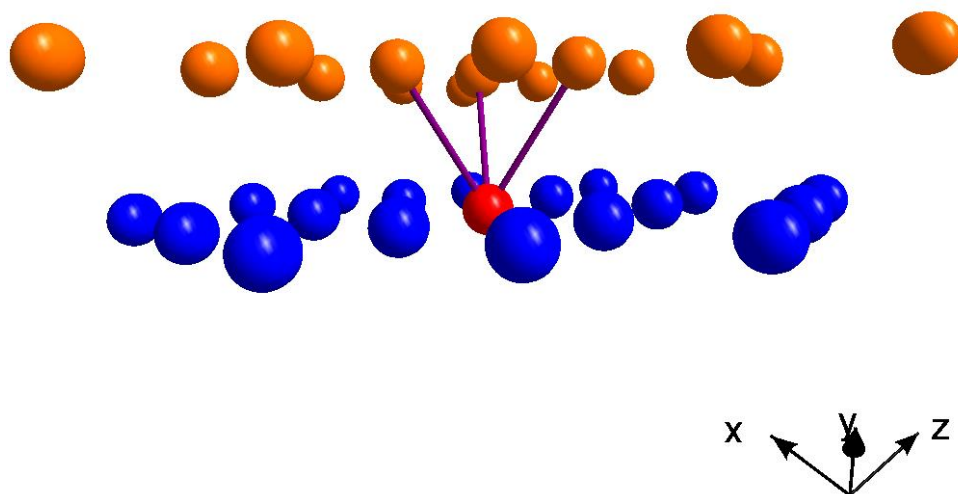


Рисунок 3.13 – Структура интерфейса при направлении роста аксиальной текстуры $\langle 111 \rangle$

Для качественного сравнения состояния межслойных границ из работы [28] был взят спектр ЯМР сверхрешётки Co/Cu со структурной формулой $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(3\text{нм})\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cr}(0,9\text{нм})]_{20}$, приготовленной методом молекулярно-лучевой эпитаксии. На рисунке 3.14 приведены спектры для сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм) при $n = 10, 12, 14, 16, 20$ и сверхрешётки $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(3\text{нм})\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cr}(0,9\text{нм})]_{20}$ [28], нормированные на единицу:

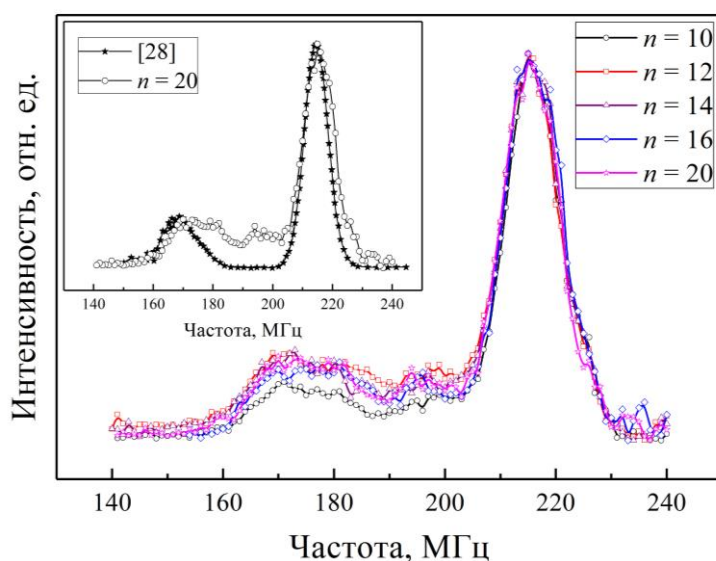


Рисунок 3.14 - Спектры сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм), при $n = 10, 12, 14, 16, 20$ и сверхрешётки $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(3\text{нм})\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cr}(0,9\text{нм})]_{20}$ [28], нормированные на единицу

Согласно рисунку 3.14, спектры ЯМР для серии сверхрешёток стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм) сопоставимы по интенсивностям в областях частот 218, 200, 182, 164 МГц. Линия на частоте 218 МГц соответствует ГЦК кобальту. Отсутствие резонансных линий в диапазоне 223-228 МГц означает отсутствие фазы ГПУ в исследуемых сверхрешётках. Спектр ЯМР сверхрешётки, приготовленной методом МЛЭ [28], также имеет линию на частоте 218 МГц, соответствующую кобальту в фазе ГЦК. В области частот 200 и 182 МГц резонансные линии отсутствуют, что говорит о высокой степени структурного совершенства сверхрешётки $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}(3\text{нм})\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cr}(0,9\text{нм})]_{20}$, что обусловлено методом приготовления этой сверхрешётки.

На рисунке 3.15 показан результат моделирования спектра ЯМР для сверхрешётки стекло//PyCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм):

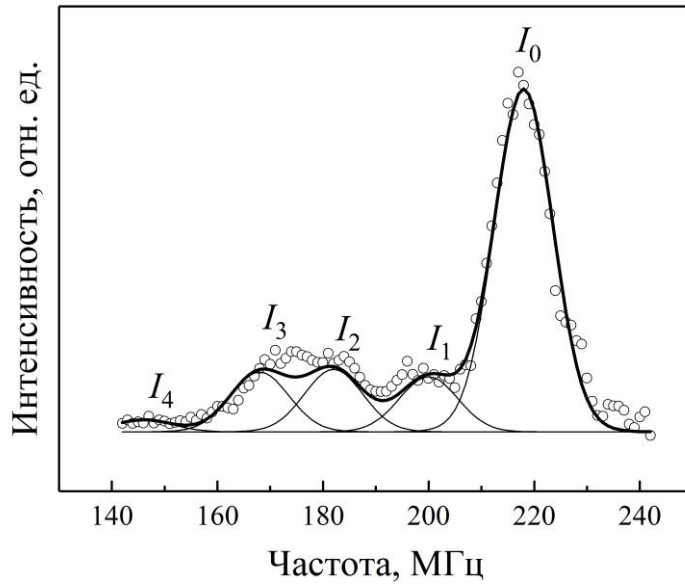


Рисунок 3.15 - Результат обработки спектра ЯМР сверхрешётки стекло// $\text{PuCr}(5\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cu}(1\text{нм})]_{20}/\text{Cr}(5\text{нм})$.

На рисунке 3.15 высокосовершенной межслойной границе соответствует резонансная линия I_3 (3 атома меди в ближайшем окружении ядра-зонда). Для оценки доли высокосовершенных интерфейсов в интерфейсной области было использовано следующее выражение: $I_3/\sum_{i=1}^{i=3} I_i$. Это соотношение говорит о том, какая доля всех межслойных границ приходится на высокосовершенную границу.

На рисунке 3.16 показана доля высокосовершенных границ $I_3/\sum_{i=1}^{i=3} I_i$ в зависимости от числа пар слоёв n для стекло// $\text{PuCr}(5\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cu}(1\text{нм})]_n/\text{Cr}(5\text{нм})$, $n = 10, 12, 14, 16, 20$ и $\text{Al}_2\text{O}_3//\text{Nb}(3\text{нм})\text{Cu}(2\text{нм})/[\text{Co}(1,5\text{нм})/\text{Cr}(0,9\text{нм})]_{20}$ [28]:

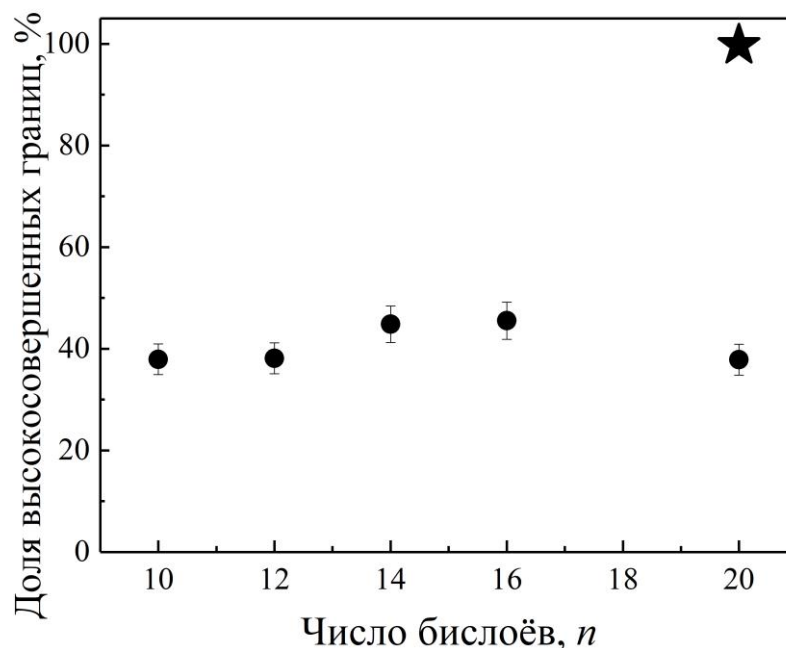


Рисунок 3.16 - Доля высокосовершенных межслойных границ в зависимости от числа бислоев n . Стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)] $_n$ /Cr(5нм), при $n = 10, 12, 14, 16, 20$ (●) и Al₂O₃//Nb(3нм)Cu(2нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₂₀ (★) [28].

В соответствии с рисунком 3.16, доля высокосовершенных интерфейсов изменяется в диапазоне от 38 до 46 %. Отметим, что в случае сверхструктуры стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₁₆/Cr(5нм), демонстрирующей наибольшее значение магнитосопротивления, доля высокосовершенных межслойных границ достигает максимального значения в серии – 46 %.

3.3 Сравнение сверхрешёток Co/Cu с буферным слоем железа и пермаллой-хром

Сверхрешётки, рассмотренные в разделах 3.1 и 3.2, имеют одинаковую структурную формулу, отличаясь материалом буферного слоя. На рисунке 3.17 показаны спектры ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₂₀/Cr(3нм) (а) и стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм) (б):

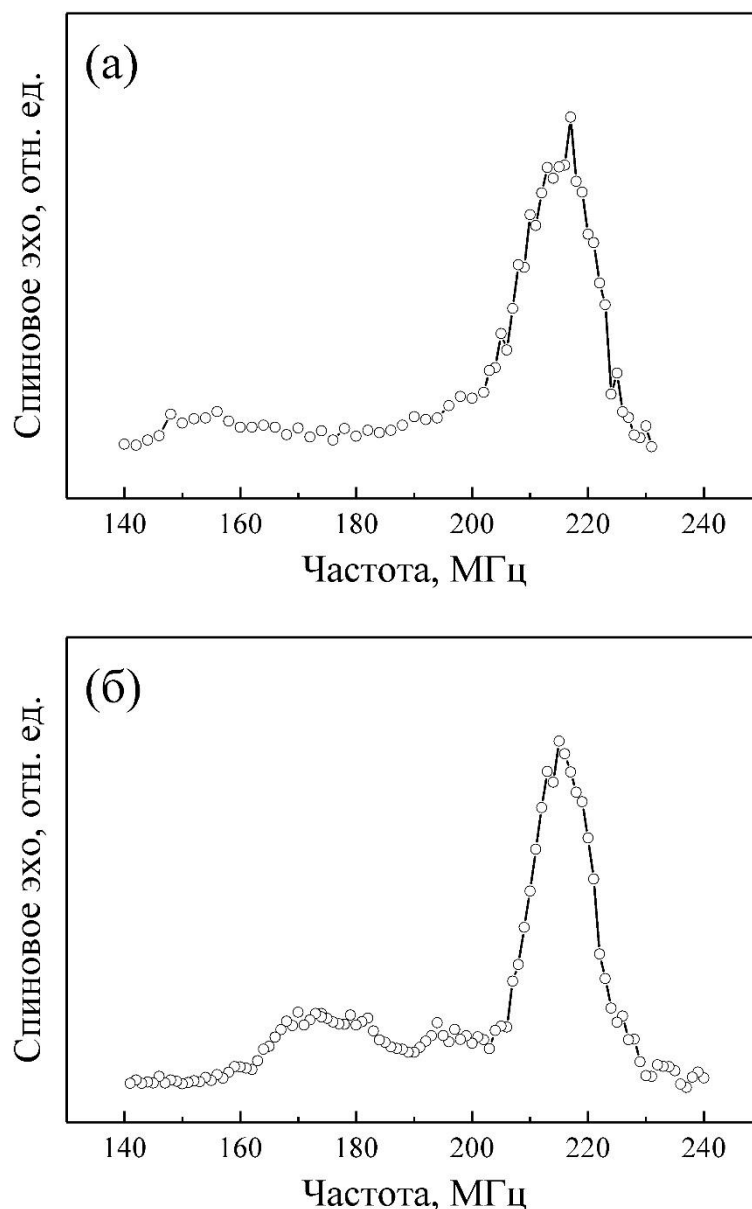


Рисунок 3.17 – Спектры ЯМР сверхрешётки
 стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₂₀/Cr(3нм) (а) и
 стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм) (б)

Наибольший интерес представляет низкочастотная часть спектров: в случае буфера Fe в образцах реализуется два типа текстуры – (100) и (110), в случае буфера RuCr сформирована качественная аксиальная текстура типа (111). Как показано на рисунках 3.8 и 3.14, различные типы текстуры приводят к различному количеству атомов меди в координации атомов кобальта, формирующих высокосовершенные интерфейсы. Это проявляется в низкочастотной области спектров ЯМР и позволяет сделать вывод о том, что метод ядерного магнитного резонанса, в

некоторых случаях, чувствителен к текстуре сверхрешёток Co/Cu и является пригодным для определения текстуры, сформированной в них.

Выводы по главе 3

1. Установлено, что в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]_n/Cr(3нм) кобальт находится в фазе ГЦК, фаза ГПУ отсутствует. Доля высокосовершенных границ уменьшается от 33 % при $n = 10$, до 25 % при $n = 40$. Средний размер нанокристаллитов в плоскости слоев составляет 25 нм. Формируется двухкомпонентная текстура (100) и (110). Шероховатость межслойных границ возрастает от 0,39 нм ($n = 10$) до 0,61 нм ($n = 40$);

2. Определено, что в сверхрешётках стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]_n/Cr(5нм) кобальт находится в фазе ГЦК, фаза ГПУ отсутствует. Доля высокосовершенных интерфейсов изменяется в диапазоне от 38 до 46 %. Формируется аксиальная текстура (111). Шероховатость межслойных границ при увеличении n от 10 до 20 изменяется незначительно;

3. Показано, что в некоторых случаях, при исследовании сверхрешёток Co/Cu, метод ядерного магнитного резонанса может выявить структурные особенности формирующейся текстуры в слоях кобальта.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работах [94, 95].

4 Влияние толщины немагнитного слоя Cu на состояние интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu

Величина эффекта гигантского магнитосопротивления в магнитных сверхрешётках Co/Cu зависит от числа бислоёв Co/Cu и состояния межслойных границ. В то же время зависимость величины магнитосопротивления от толщины немагнитного медного слоя [48, 96] в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм) демонстрирует два максимума: острый, при $t_{Cu} = 9,8 \text{ \AA}$, и пологий, при $t_{Cu} = 22,8 \text{ \AA}$ (рисунок 4.1 [91]).

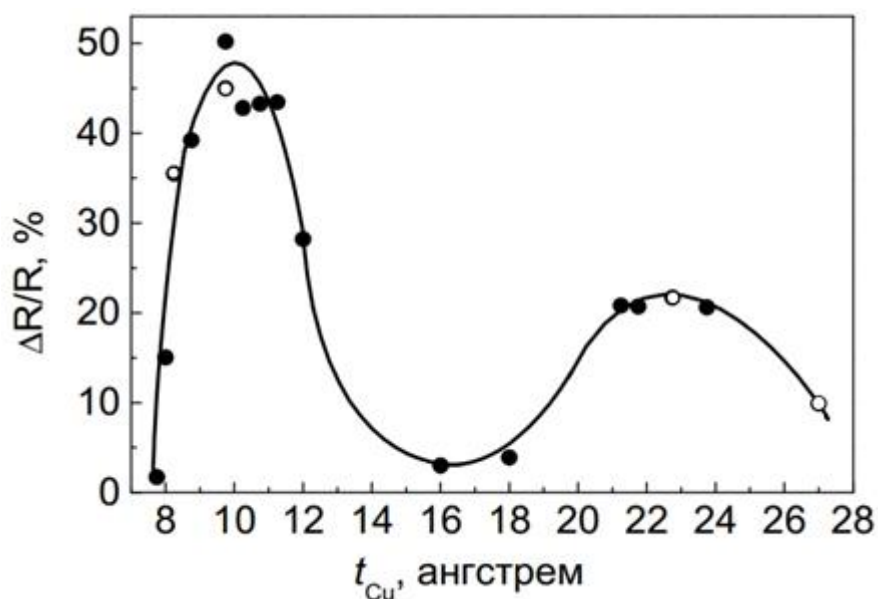


Рисунок 4.1 – Зависимость величины магнитосопротивления от толщины слоя меди в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм) [91], \circ – исследуемые образцы

Период осцилляций составляет 12,5-13 \AA . При комнатной температуре в этих сверхрешётках максимальное магнитосопротивление - около 50 % - было получено при $t_{Cu} = 0,93 \text{ нм}$, соответствующей первому максимуму межслойного обменного взаимодействия (рисунок 4.1). При этом поле магнитного насыщения H_s составляет 8 кЭ. При толщине немагнитного слоя $t_{Cu} = 2,28 \text{ нм}$, характерной для второго максимума обменного взаимодействия соседних ферромагнитных слоёв, магнитосопротивление достигало значений $\sim 20 \%$, поле магнитного насыщения $H_s = 1 \text{ кЭ}$.

В данной главе представлены результаты исследований структурного состояния межслойных границ Co/Cu в зависимости от толщины медного слоя в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), при $t_{Cu} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7 \text{ нм}$.

4.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешёток Co/Cu с различной толщиной медного слоя

Электронно-микроскопические исследования показали, что исследуемые сверхрешётки имеют нанокристаллическую структуру. Кристаллиты имеют размеры 10-20 нм и разделены высокоугловыми границами. Об этом свидетельствуют кольцевые электронограммы, на которых видны почти сплошные дебаевские кольца с большим количеством близко расположенных рефлексов, соответствующих ГЦК решётке Co (рисунок 4.2).

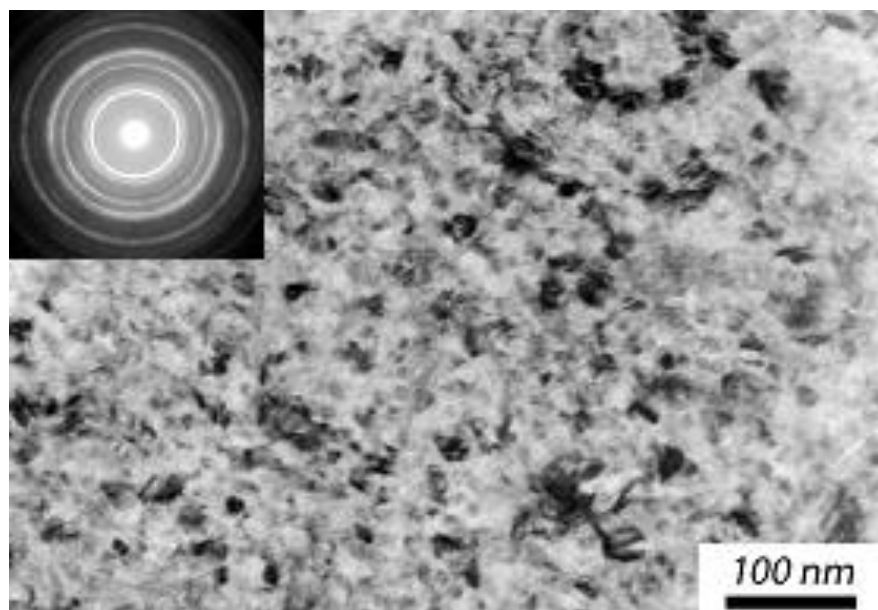


Рисунок 4.2 – электронная микрофотография и микродифракция (вставка) образца стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(2,7нм)]₁₀/Cr(2нм)

Параметры кристаллических решёток ГЦК Co и Cu достаточно близки: 0,355 и 0,361 нм, соответственно. Вследствие этого их дебаевские кольца сливаются и практически неразличимы. Рефлексы, соответствующие ГПУ модификации Co, на дифрактограммах отсутствуют.

4.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешёток Co/Cu с различной толщиной медного слоя

Запись дифрактограммы выполнена в излучении $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) на дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2. На дифрактограммах сверхрешёток присутствуют линии, отвечающие отражениям от плоскостей (111), рисунок 4.3:

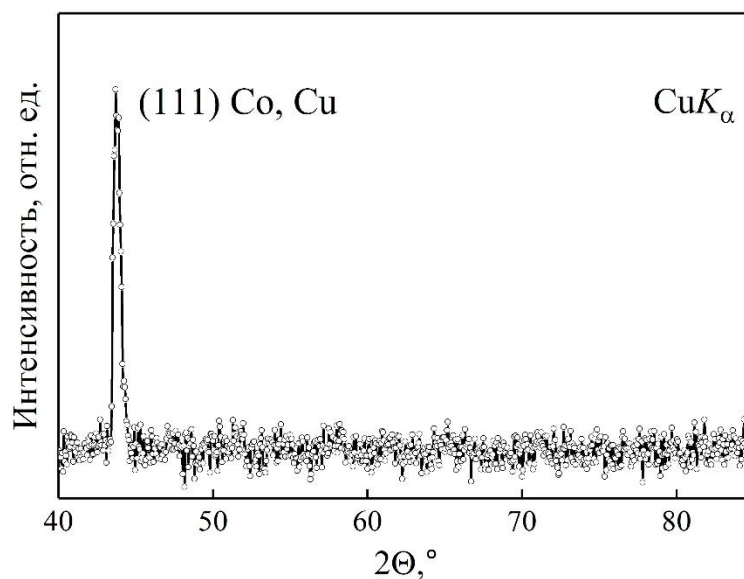


Рисунок 4.3 – Рентгеновская дифрактограмма сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(2,28нм)]₁₀/Cr(2нм). Излучение $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$

Это позволяет утверждать, что в исследуемых сверхрешётках формируется аксиальная текстура (111) с осью, нормальной к плоскости плёнки.

Для оценки шероховатости межслойных границ применим метод рентгеновской рефлектометрии, позволяющий оценить состояние интерфейсов в исследуемых сверхрешётках.

На рисунке 4.4 приведены рентгеновские рефлектограммы для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), $t_{\text{Cu}} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7 \text{ нм}$. Запись рефлектограмм выполнена в излучении $\text{CrK}\alpha$ ($\lambda = 2,2898 \text{ \AA}$) на дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2. Существование периодической части сверхструктуры подтверждается наличием максимума интенсивности при $2\theta \sim 5^\circ$ для сверхрешётки с наименьшей толщиной немагнитного слоя $t_{\text{Cu}} = 0,85 \text{ нм}$, который соответствует первому брегговскому пику.

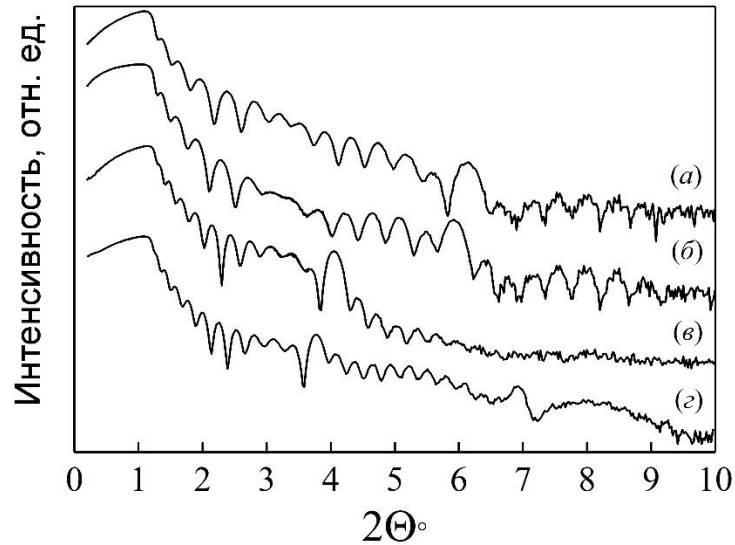


Рисунок 4.4 – Экспериментальные рефлектограммы для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), $t_{Cu} = 0,85$ (а), 0,93 (б), 2,28 (в), 2,7 нм (г). Излучение CrK_{α} , $\lambda = 2,2898 \text{ \AA}$

Увеличение толщины медного слоя приводит к увеличению периода сверхрешётки, этим и обусловлено смещение первого брегговского пика в область меньших углов. Для сверхрешётки с наибольшей толщиной медного слоя ($t_{Cu} = 2,7$ нм) можно наблюдать возникновение дополнительного максимума интенсивности, соответствующего второму брегговскому пику. Структурные особенно межслойных границ проявляются в основном в амплитуде осцилляций Киссига.

На рисунке 4.5 показан пример моделирования рентгеновской рефлектограммы сверхрешётки с толщиной медного слоя $t_{Cu} = 2,7$ нм:

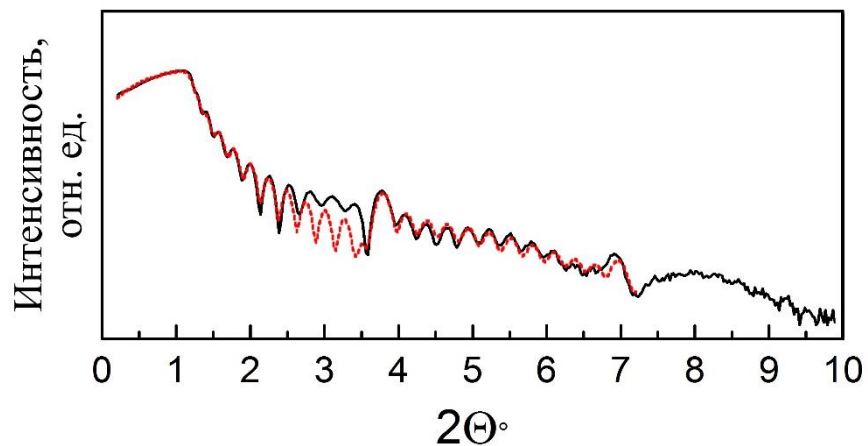


Рисунок 4.5 – Моделирование рефлектограммы сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,85нм)]₁₀/Cr(2нм). Сплошная линия – экспериментальные данные, штриховая линия – результат моделирования

Моделирование выполнено в диапазоне углов $2\Theta = 0,2^\circ - 7,2^\circ$. Можно видеть достаточно хорошее совпадение экспериментальной и смоделированной рефлектограмм, что говорит о верном подходе к обработке экспериментальных данных. Отметим, что область рефлектограммы в окрестности $2\Theta = 3^\circ$ характеризует область защитного слоя сверхрешётки, состояние которого в рамках поставленной задачи не подлежала точному моделированию. При моделировании варьировали толщины слоёв и их плотности, шероховатость межслойных границ, численно значение которой получается посредством расчёта среднеквадратичной шероховатости [97].

На рисунке 4.6 приведена зависимость шероховатости интерфейсов Co/Cu от толщины медного слоя t_{Cu} для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), при $t_{Cu} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7$ нм, полученная из результатов моделирования рентгеновских рефлектограмм:

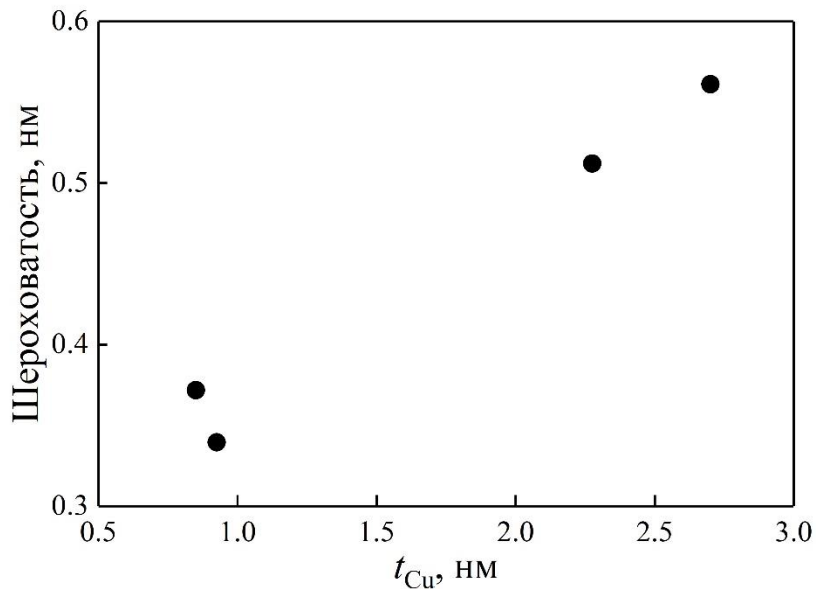


Рисунок 4.6 - Зависимость шероховатости интерфейсов Co/Cu от толщины медного слоя t_{Cu} для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм) при $t_{Cu} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7$ нм

Из рисунка 4.6 видно, что увеличение толщины медного слоя t_{Cu} от 0,85 до 2,7 нм приводит к увеличению шероховатости межслойных границ Co/Cu от 0,37 до 0,56 нм соответственно.

4.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках Co/Cu с различной толщиной медного слоя

Методом ядерного магнитного резонанса на ядрах ^{59}Co были записаны спектры сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм) при $t_{Cu} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7$ нм в диапазоне 90 – 240 МГц.

На рисунке 4.7 приведены спектры ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм) при $t_{Cu} = 0,85$ (а), 2,28 (б) нм:

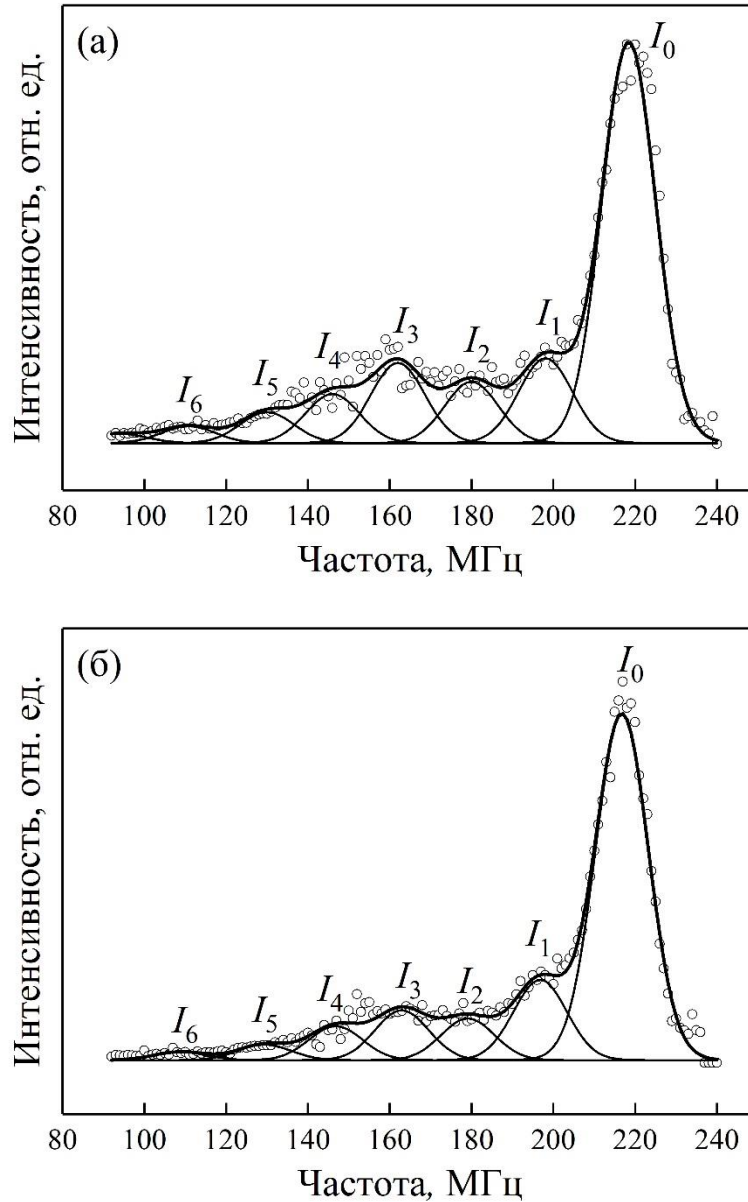


Рисунок 4.7 – Зависимость интенсивности сигнала спинового эха от частоты для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), при $t_{Cu} = 0,85$ (а), 2,28 (б) нм. Толстая чёрная линия – результат обработки экспериментальных данных

Обработка спектра осуществляется с помощью набора гауссиан: сплошная линия – результат обработки экспериментальных данных. При моделировании спектра ЯМР варьировали следующие параметры: ширина резонансных линий (одинаковая для всех линий), резонансная

частота, а также интенсивности. Спектры ЯМР для различных толщин слоёв Cu качественно подобны, но меняются относительные интенсивности резонансных линий, образующих спектр. Резонансная линия I_0 (0 Cu), характеризующая атомы кобальта, локализованные внутри ферромагнитного слоя с кристаллической решёткой ГЦК, имеет центр на частоте 218 МГц, что близко к значению, полученному для объёмного Co (217 МГц [31]). Отсутствие резонансной линии в диапазоне частот 223-228 МГц говорит об отсутствии ГПУ-модификации Co и дефектов упаковки, что согласуется с результатами электронно-микроскопических и рентгеноструктурных исследований. Компоненты спектра с меньшей резонансной частотой характеризуют атомы кобальта, локализованные в интерфейсной области сверхрешёток – случаи, когда один или больше атомов Co в ближайшем окружении ядра-зонда замещены атомами Cu.

Как было показано в разделе 3.2, наличие текстуры (111) в исследуемых сверхрешётках означает, что в координации атомов кобальта, формирующих высокосовершенные межслойные границы, присутствуют три атома меди. В этом случае каждому атому Co, расположенному в такой межслойной границе, соответствует три атома Cu в первой координационной сфере. Этой ситуации соответствует резонансная линия I_3 (3 Cu). Для оценки доли высокосовершенных интерфейсов в интерфейсной области использовали следующее выражение: $I_3 / \sum_{i=1}^{i=6} I_i$. На рисунке 4.8 показана доля высокосовершенных границ $I_3 / \sum_{i=1}^{i=6} I_i$ в зависимости от толщины немагнитного медного слоя t_{Cu} :

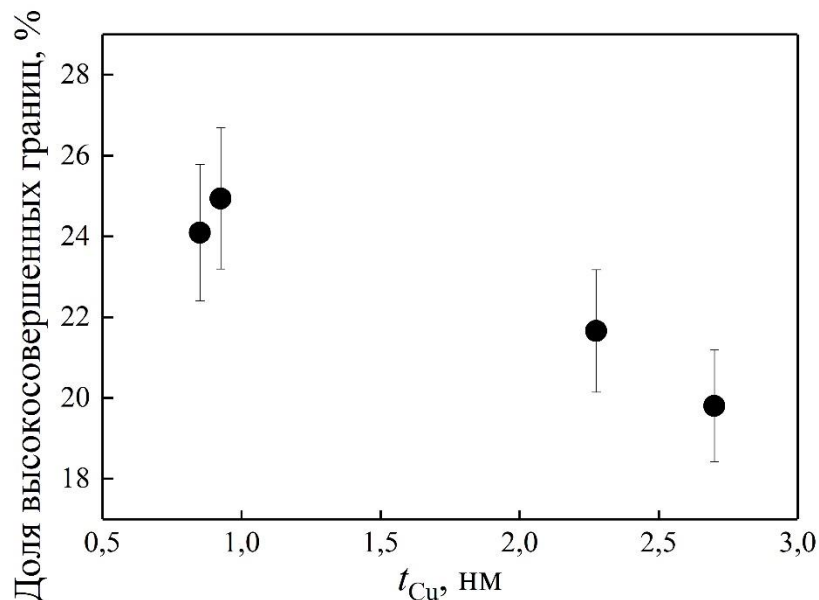


Рисунок 4.8 - Доля высокосовершенных границ $I_3 / \sum_{i=1}^{i=6} I_i$ в зависимости от толщины немагнитного слоя t_{Cu} для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), при $t_{Cu} = 0,85, 0,93, 2,28, 2,7$ нм

На рисунке 4.8 видно, что доля высокосовершенных интерфейсов $I_3/\sum_{i=1}^{i=6} I_i$ уменьшается при увеличении толщины медного слоя t_{Cu} : от 25 % при $t_{Cu} = 0,925$ нм до 20 % при $t_{Cu} = 2,7$ нм.

Состояние интерфейсов также можно охарактеризовать посредством оценки доли атомов кобальта, локализованных в интерфейсной области. Эту величину рассчитывали как отношение интенсивностей резонансных линий, возникающих от атомов кобальта, формирующих интерфейсы, к суммарной интенсивности всех резонансных линий спектра ЯМР: $\sum_{i=1}^{i=6} I_i / \sum_{i=0}^{i=6} I_i$. Влияние толщины медного слоя на долю атомов Co, локализованных в интерфейсной области, приведено в таблице 6.

Таблица 6 – Влияние толщины медного слоя t_{Cu} на долю атомов Co, локализованных в области интерфейсов

t_{Cu} , нм	$\sum_{i=1}^{i=6} I_i / \sum_{i=0}^{i=6} I_i$, %
0,85	45±4
0,93	38±4
2,28	40±4
2,7	40±3

Согласно таблице 6, доля атомов кобальта, участвующих в формировании интерфейсов, незначительно изменяется при толщинах медного слоя от 0,85 нм до 2,7 нм.

Выводы по главе 4

1. Установлено, что сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(t_{Cu})]₁₀/Cr(2нм), при $t_{Cu} = 8,5, 9,3, 2,28, 2,7$ нм, имеют нанокристаллическую структуру с размером кристаллитов 10 - 20 нм;
2. Показано, что в исследуемых сверхрешётках формируется кристаллическая решётка типа ГЦК и отсутствует фаза с гексагональной структурой;
3. Определено, что в многослойных структурах Co/Cu сформирована аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$ с осью, нормальной к плоскости плёнки;
4. Установлено влияние толщины медного слоя t_{Cu} на состояние интерфейсов в периодической структуре Co/Cu. Увеличение толщины медного слоя t_{Cu} от 0,85 до 2,7 нм приводит к увеличению шероховатости межслойных границ Co/Cu от 0,37 до 0,56 нм, соответственно. Доля высокосовершенных интерфейсов $I_3/\sum_{i=1}^{i=6} I_i$ уменьшается при увеличении толщины t_{Cu} медного слоя: от 25 % при $t_{Cu} = 0,925$ нм до 20 % при $t_{Cu} = 2,7$ нм. Доля атомов

кобальта, участвующих в формировании интерфейсов, незначительно изменяется при толщинах медного слоя от 0,85 нм до 2,7 нм.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работах [98, 99].

5 Изменение состояния межслойных границ сверхрешёток [Co/Cu]₁₀ после термообработки

Как было показано в главах 3 и 4, количество бислоёв и толщина немагнитного слоя оказывают влияние на состояние межслойных границ в магнитных наноструктурах Co/Cu, приготовленных методом магнетронного напыления. В свою очередь состояние интерфейсов оказывает значительное влияние на магнитотранспортные свойства и, следовательно, на магниторезистивные характеристики обменно-связанных сверхрешёток Co/Cu [29, 36, 43, 55].

В настоящей главе приведены результаты исследования структурных особенностей сверхрешёток Co/Cu и влияния состояния межслойных границ на магнитные и магниторезистивные характеристики многослойных наноструктур стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм). Состояние интерфейсов модифицируется путём отжига образцов при температурах $T_{\text{отж}} = 150, 200, 300$ °С, длительность отжига 1 час.

На рисунке 5.1 показано изменение магнитосопротивления исследуемых сверхрешёток в зависимости от температуры отжига.

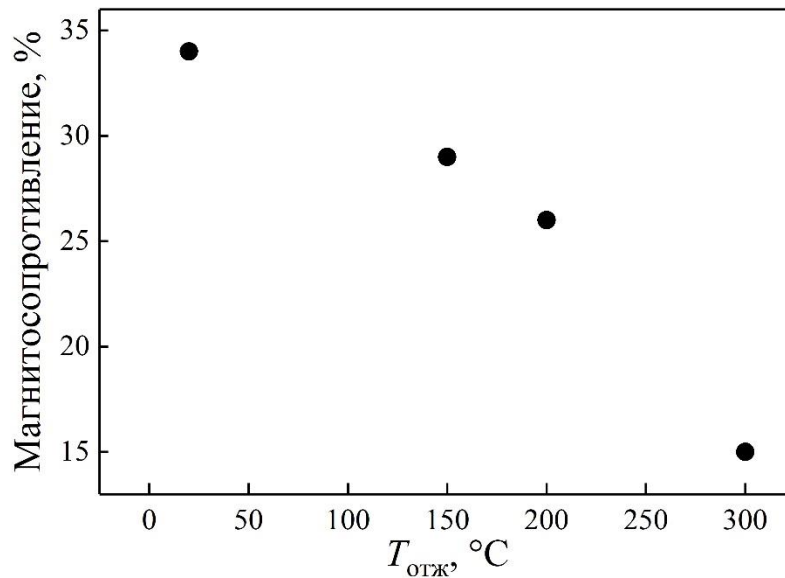


Рисунок 5.1 — Зависимость магнитосопротивления сверхрешёток Стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) от температуры отжига: после напыления, отжиг при 150 °С, 200 °С, 300 °С длительностью 1 час

Из рисунка 5.1 видно, что исследуемые наноструктуры демонстрируют высокий уровень термостабильности в диапазоне температур от 20 до 200 °С, при длительности термообработки 1 час. Численные значения магнитосопротивления для различных температур отжига приведены в таблице 7:

Таблица 7 - Зависимость величины магнитосопротивления от температуры отжига сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм)

$T_{отж}, ^\circ\text{C}$	$MR, \%$
После напыления	34
150	29
200	26
300	15

Из таблицы 7 видно, что только при температуре отжига $T_{отж} = 300$ °С происходит более чем двукратное уменьшение магнитосопротивления: от 34 % (после напыления) до 15 % (после отжига).

5.1 Электронно-микроскопические исследования сверхрешеток [Co/Cu]₁₀ после термообработки

Электронно-микроскопические исследования показали, что исследуемые сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) характеризуются нанокристаллической структурой. Кристаллиты хорошо различимы как на светлопольном (рисунок 5.2а), так и на темнопольном (рисунок 5.2б) изображениях:

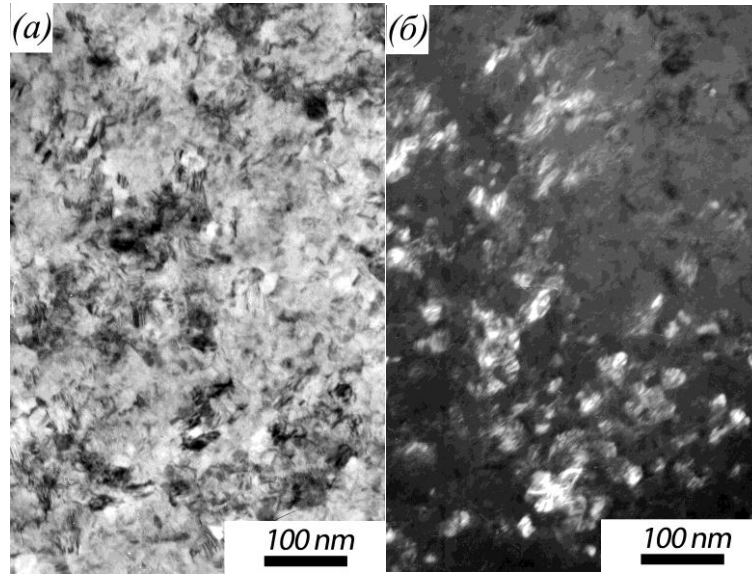


Рисунок 5.2 – микрофотографии свехрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления в светлом (а) и темном (б) полях

На рисунке 5.3 представлена гистограмма распределения зёрен по размерам. Диапазон изменения размеров кристаллитов $D = 7 - 45$ нм, средний размер кристаллитов составляет примерно 20 нм.

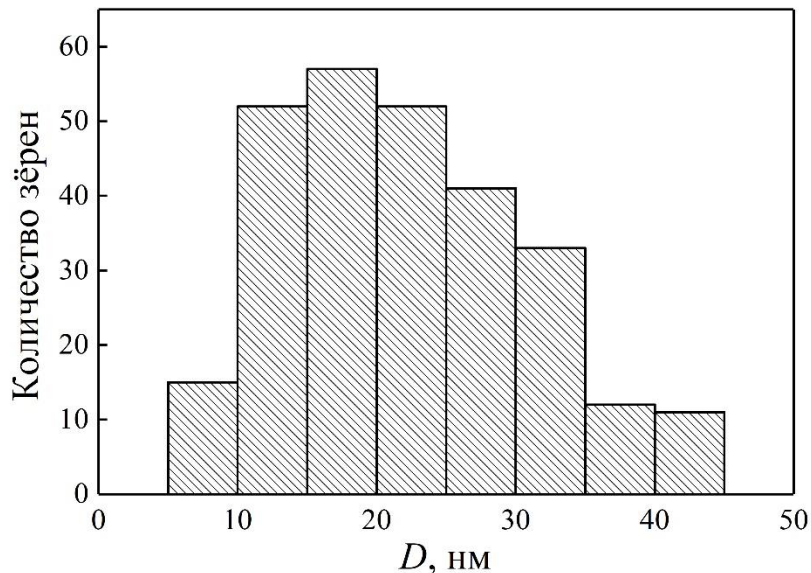


Рисунок 5.3 – гистограмма распределения кристаллитов по размерам в свехрешётке стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) в исходном состоянии

5.2 Рентгеноструктурные исследования сверхрешеток [Co/Cu]₁₀ после термообработки

На рисунке 5.4 приведена рентгеновская дифрактограмма сверхрешётки стекло//Fe(5нм)//[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления, материал анода Co, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$:

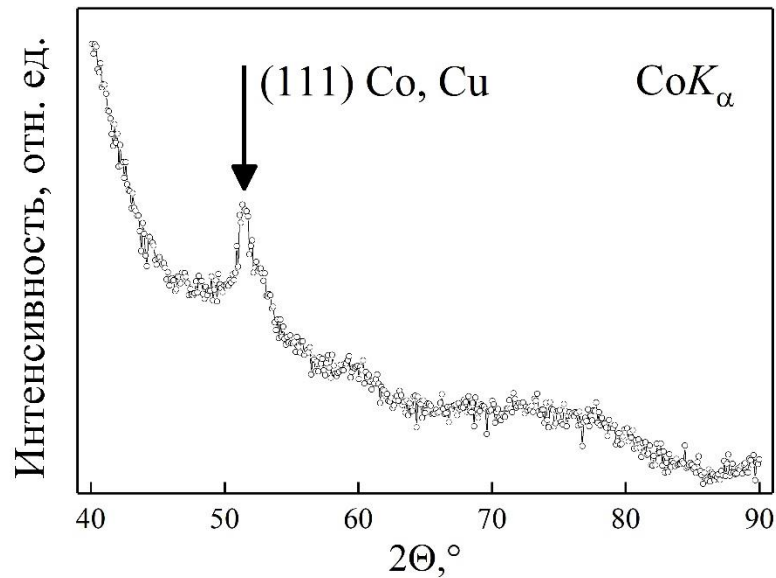


Рисунок 5.4 – Дифрактограмма сверхрешётки стекло//Fe(5нм)//[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления. Излучение CoK_α, $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$

На дифрактограмме присутствует только одна линия, соответствующая отражению от плоскостей (111). Это говорит о том, что в исследуемых плёночных системах формируется аксиальная текстура <111> с осью, нормальной плоскости подложки.

На рисунке 5.5 показаны рентгеновские рефлектограммы сверхрешёток стекло//Fe(5нм)//[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) в исходном состоянии и после отжига при $T_{\text{отж}} = 150, 200, 300 \text{ } ^\circ\text{C}$:

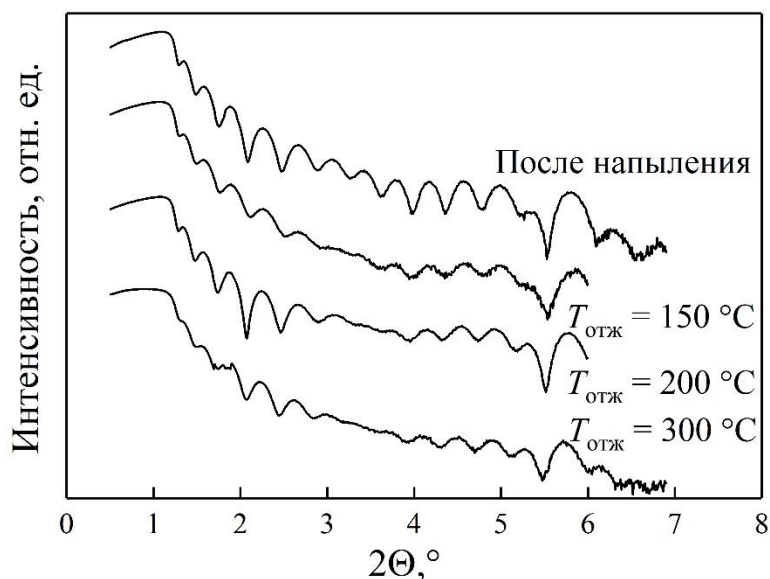


Рисунок 5.5 – Рефлектограммы образцов стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления и после отжига при 150, 200, 300 °С, длительность – 1 час. Излучение $\text{CrK}\alpha$, $\lambda = 2,2898 \text{ \AA}$

Качественный анализ экспериментальных рефлектограмм позволяет сделать несколько заключений. Во-первых, наличие максимума интенсивности, соответствующего первому брегговскому пику, говорит о существовании периодической части в исследуемой плёночной системе. Во-вторых, неизменное положение брегговского пика вблизи угла $2\Theta = 5.8^\circ$ свидетельствует о равенстве периодов, вне зависимости от температуры отжига. Поскольку в этой серии сверхрешёток не варьируются номинальные толщины слоёв и период сверхрешётки, то дополнительным источником информации о структурных особенностях интерфейсов даёт анализ осцилляций в области $2\Theta = 1.25^\circ - 5.5^\circ$. Амплитуда осцилляций для сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) в исходном состоянии наибольшая, среди рефлектограмм, приведённых на рисунке 5.5. После отжига при температурах 150 и 200 °С амплитуда осцилляций уменьшается, в сравнении с образцом после напыления. При увеличении температуры отжига до 300 °С амплитуда осцилляций уменьшается значительно. Уменьшение этой величины говорит об увеличении шероховатости межслойных границ (перемешивании атомов Co и Cu в интерфейсной области) при увеличении температуры отжига.

Для получения численных значений шероховатости интерфейсов было выполнено моделирование рефлектограмм сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм). Зависимость шероховатости интерфейсов от температуры отжига приведена на рисунке 5.6:

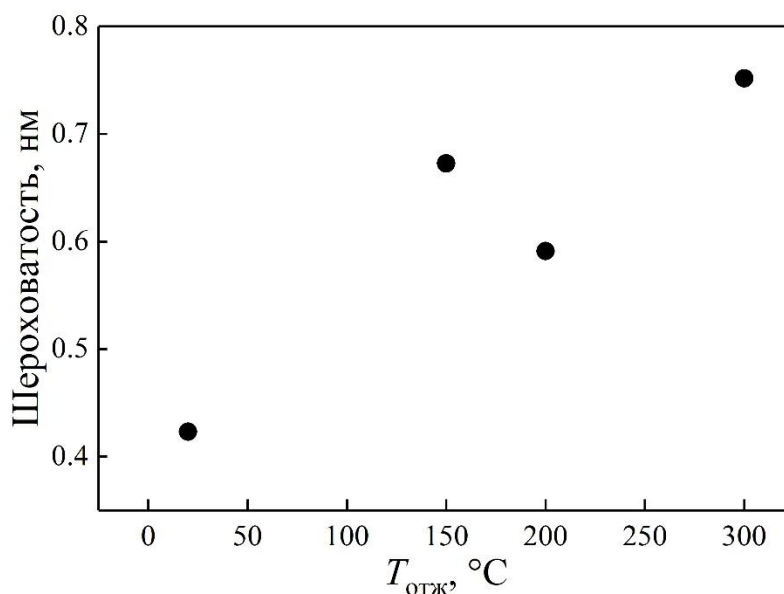


Рисунок 5.6 - Зависимость шероховатости интерфейсов Co/Cu от температуры отжига для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм), в исходном состоянии и после отжига при $T_{отж} = 150, 200, 300$ °C длительностью 1 час

Моделирование рефлектограмм позволяет сделать следующий вывод: при увеличении $T_{отж}$ происходит увеличение шероховатости межслойных границ от 0,42 нм для образца в исходном состоянии до 0,75 нм для образца, отожжённого при температуре 300 °C.

5.3 Ядерный магнитный резонанс в сверхрешётках [Co/Cu]₁₀ после термообработки

Регистрация спектров ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) (после напыления, $T_{отж} = 150, 200, 300$ °C, длительность – 1 час) на ядрах ⁵⁹Co выполнена в диапазоне частот 80-240 МГц при $T = 4,2$ К в отсутствие внешнего магнитного поля. Методика регистрации спектров ЯМР в широком частотном диапазоне описана в разделе 4.3.

На рисунке 5.7 приведены спектры ЯМР образцов стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления (а) и после отжига $T_{отж} = 300$ °C длительностью 1 час (б).

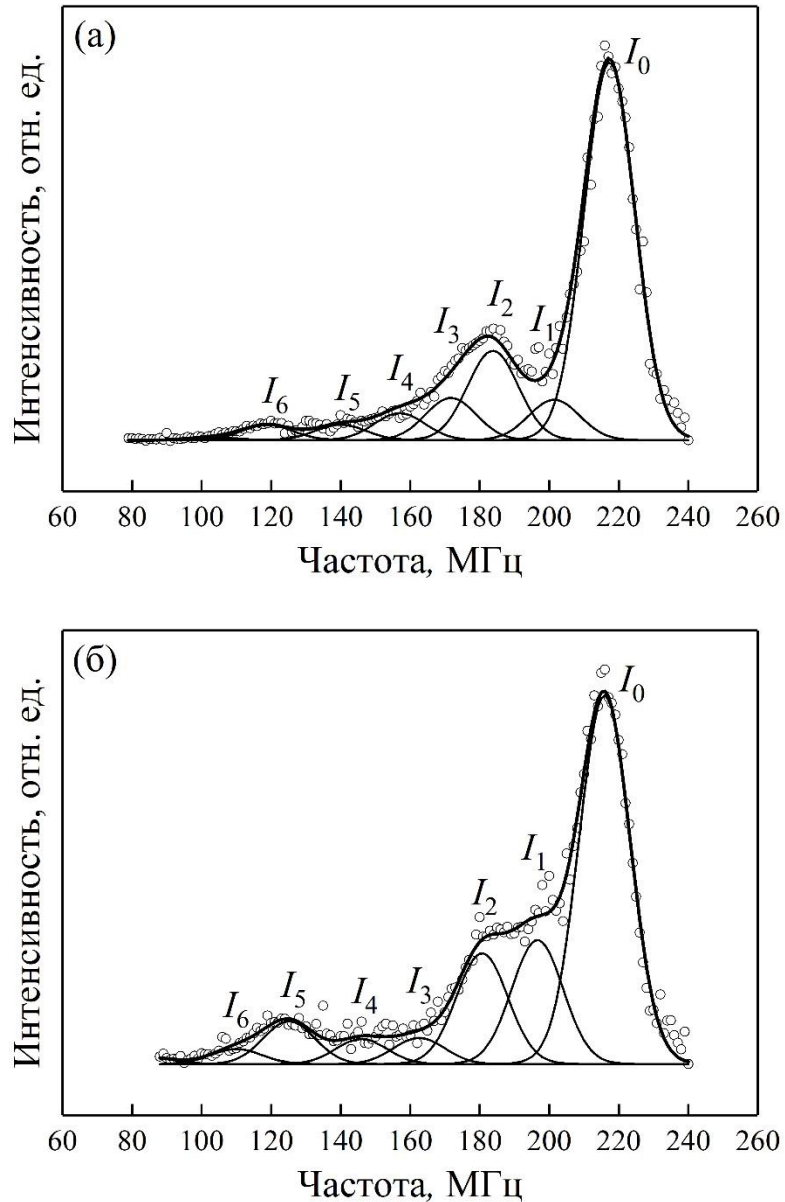


Рисунок 5.7 - Спектры ЯМР сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) после напыления (а) и после отжига $T_{\text{отж}} = 300\text{ °C}$ длительностью 1 час (б)

Тонкие линии на графике соответствуют резонансным линиям для различных координаций атомов кобальта, толстая линия – результат моделирования спектра ЯМР. На рисунке 5.7 видно, что в исследуемых сверхрешётках кобальт имеет кристаллическую решётку ГЦК – резонансная частота 218 МГц, ГПУ-модификация Со отсутствует. Об отсутствии ГПУ-модификации кобальта можно утверждать по отсутствию линии на 225-228 МГц. Также этот вывод согласуется с данными раздела 5.1. Линии с меньшей частотой характеризуют область межслойных

интерфейсов. В этом случае в первой координационной сфере ядра-зонда ^{59}Co один или более атомов кобальта замещены атомами меди. Среднее расстояние между линиями составляет 16-18 МГц, что хорошо согласуется с литературными данными [31, 100].

Как описано в литературном обзоре и главах 3, 4, при направлении роста текстуры $\langle 111 \rangle$ высокосовершенная межслойная граница формируется атомами Co, в ближайшем окружении которых имеется три атома меди. Линия на частоте ~ 164 МГц соответствует атомам кобальта, формирующим высокосовершенные интерфейсы.

Для оценки доли атомов, локализованных в высокосовершенных границах, использовали величину $I_3/\sum_{i=1}^{i=6} I_i$, где I_i – линия от атомов кобальта с i атомами меди в первой координационной сфере. На рисунке 5.8 показана доля высокосовершенных интерфейсов $I_3/\sum_{i=1}^{i=6} I_i$ в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) при различных температурах отжига.

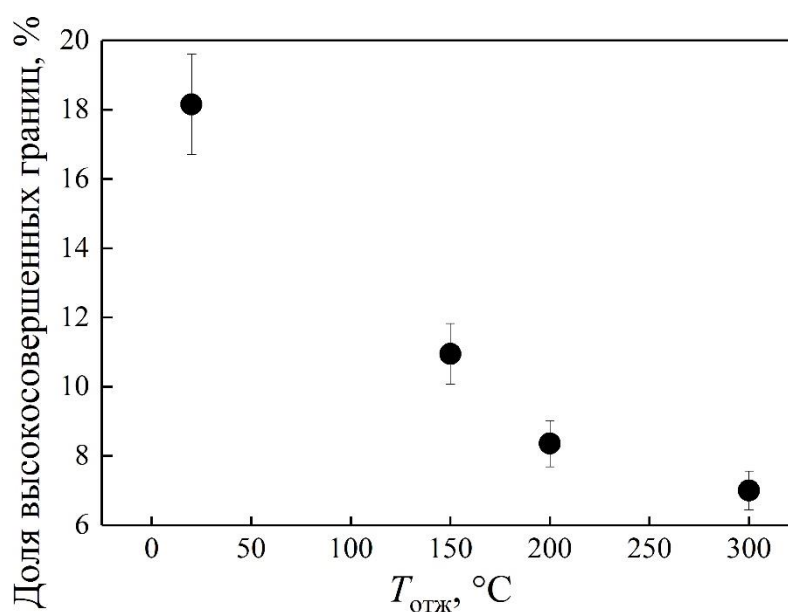


Рисунок 5.8 – Доля высокосовершенных интерфейсов $I_3/\sum_{i=1}^{i=6} I_i$ в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) при различных температурах отжига

На рисунке 5.8 видно, что при увеличении температуры отжига происходит уменьшение доли высокосовершенных интерфейсов: от 18 % при комнатной температуре до 7 % после отжига при 300 °C длительностью 1 час. Состояние границ Co/Cu можно охарактеризовать долей атомов кобальта, участвующих в формировании интерфейсов. Для оценки этой доли было использовано

выражение $\sum_{i=1}^{i=6} I_i / \sum_{i=0}^{i=6} I_i$. На рисунке 5.9 показана доля атомов кобальта, локализованных в интерфейсах всех типов:

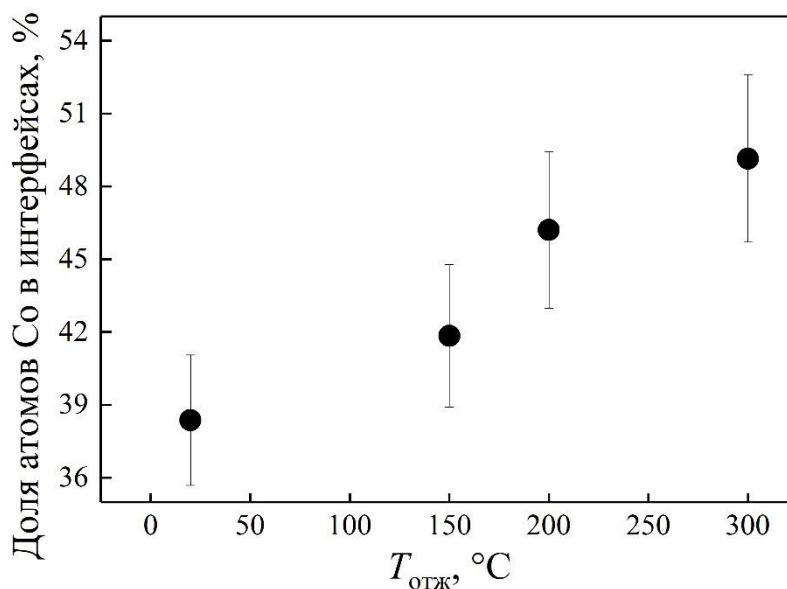


Рисунок 5.9 – Доля атомов кобальта, локализованных в межслойных границах Co/Cu в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) при различных температурах отжига

Согласно рисунку 5.9, при увеличении температуры отжига в сверхрешётках стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) происходит увеличение доли атомов кобальта, участвующих в формировании интерфейсов, от 38 % для исходного образца, до 49 % для сверхрешётки после отжига при температуре 300 °С длительностью 1 час. Это свидетельствует о размытии межслойных границ Co/Cu при отжиге.

5.4 Вероятность рассеяния электронов на интерфейсах в сверхрешётках [Co/Cu]₁₀ после термообработки

Данные, описанные в разделе 5.3, могут быть использованы для оценки вероятности единичного акта рассеяния электрона на интерфейсе. Если время релаксации импульса электрона обозначить τ , то скорость релаксации импульса электрона внутри слоя кобальта определим как τ^{-1} . Положим, что эффективная скорость релаксации импульса электрона, пересекающего слой кобальта и две соответствующие ему границы, может быть оценена как сумма скорости релаксации импульса электрона внутри слоя τ^{-1} и удвоенной скорости релаксации электрона на

межслойной границе. Скорость релаксации на интерфейсе определим как PV_F/L , где P – вероятность единичного акта рассеяния электрона на интерфейсе, V_F – скорость Ферми, L – толщина слоя Co.

Используя формулу Друде-Лоренца, связывающую удельное электросопротивление материала ρ и τ , можно оценить время релаксации электронов τ . Для простоты пренебрежём отличием вероятности рассеяния для электронов с отличным направлением спина и получим следующее выражение, связывающее магнитосопротивление сверхрешётки MR и вероятность рассеяния на интерфейсе P :

$$MR = MR_0 \frac{1}{1 + \frac{2mV_F P}{\rho L N e^2}} \quad (5.1)$$

где MR_0 – магнитосопротивление образца, в котором интерфейсное рассеяние электронов пренебрежимо мало, m , e , N – масса, заряд и концентрация электронов проводимости соответственно, ρ – удельное электросопротивление кобальта.

Численные значения концентрации электронов проводимости, удельного электросопротивления, скорость фермиевских электронов взяты из [74-77]: $N = 1,7 \cdot 10^{29} \text{ м}^{-3}$, $V_F = 7 \cdot 10^5 \text{ м/с}$, $\rho = 5,8 \cdot 10^{-8} \text{ Ом}\cdot\text{м}$. Значение MR_0 составляет 48 %, что является максимальным значением магнитосопротивления для подобных сверхрешёток с высокосоввершенными межслойными границами [78].

Значения вероятности единичного акта рассеяния электронов, рассчитанные с помощью выражения (5.1), приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Зависимость вероятности рассеяния электронов P на интерфейсах для сверхрешёток стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм)

$T_{\text{отж}}, \text{ }^\circ\text{C}$	$MR, \%$	P
После напыления	34	0,14
150	29	0,21
200	26	0,27
300	15	0,69

Анализ полученных результатов показывает, что наблюдается корреляция между долей атомов кобальта, локализованных в интерфейсах (аналогично шероховатости межслойных границ), и вероятностью рассеяния электронов на интерфейсах Co/Cu. Связь между долей атомов

кобальта, локализованных в интерфейсах, и вероятностью рассеяния электронов на границах иллюстрирует рисунок 5.10:

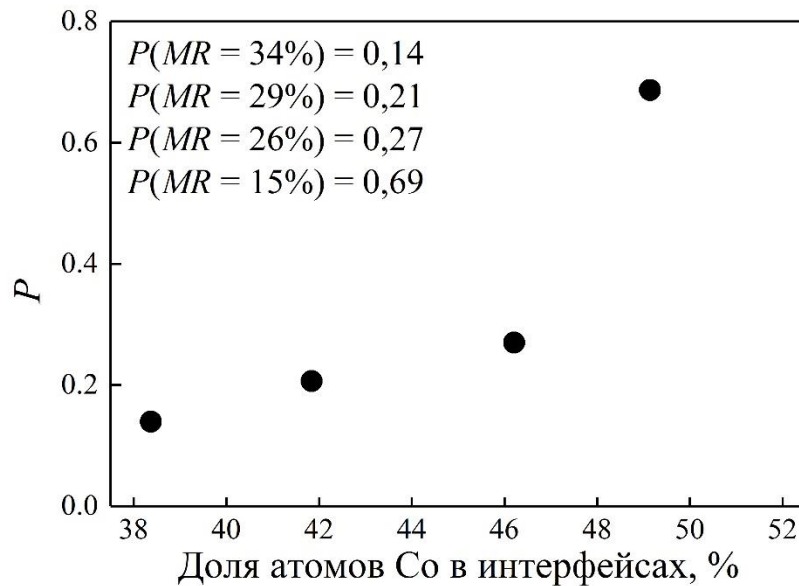


Рисунок 5.10 – Вероятность единичного акта рассеяния электрона на межслойной границе Co/Cu в зависимости от доли атомов Со, локализованных в интерфейсах.

Увеличение доли атомов, формирующих интерфейсы, и шероховатости границ Co/Cu, при повышении температуры отжига, приводит к увеличению вероятности единичного акта рассеяния электрона на интерфейсе и, по-видимому, это является причиной уменьшения величины магнитосопротивления.

Выводы по главе 5

1. Установлено, что сверхрешётки стекло//Fe(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(0,9нм)]₁₀/Cr(2нм) имеют нанокристаллическую структуру, средний размер кристаллитов составляет 20 нм;
2. Показано, что в исследуемых наноструктурах формируется ГЦК структура и отсутствует ГПУ-модификация Со;
3. Определено, что в многослойных структурах Со/Cu сформирована аксиальная текстура <111> с осью, нормальной к плоскости слоёв;
4. Установлено, что увеличение температуры отжига приводит к уменьшению доли высокосоввершенных границ, увеличению доли атомов Со, формирующих интерфейсы, возрастает шероховатость межслойных границ;

5. Оценена вероятность единичного акта рассеяния электрона на интерфейсе и показано, что увеличение доли атомов Со, локализованных в интерфейсах, и шероховатости межслойных границ приводит к увеличению вероятности рассеяния электрона на интерфейсе, что, по-видимому, приводит к уменьшению величины ГМС.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работах [101, 102].

6 ЯМР спектроскопия кобальтсодержащих нанопроволок

6.1 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволоках из чистого Co

Регистрация спектров ЯМР выполнена на ^{59}Co в диапазоне 160-250 МГц с шагом в 1 МГц при температуре жидкого гелия (4,2 К) в нулевом внешнем магнитном поле. Методика регистрации спектра ЯМР приведена в разделе 2.3.4. Подход к обработке экспериментальных спектров ЯМР аналогичен предыдущим главам: разложение на гауссианы, согласно типам ближайшего окружения ядра-зонда. На рисунке 6.1 показан спектр ЯМР для массивов нанопроволок из чистого Co:

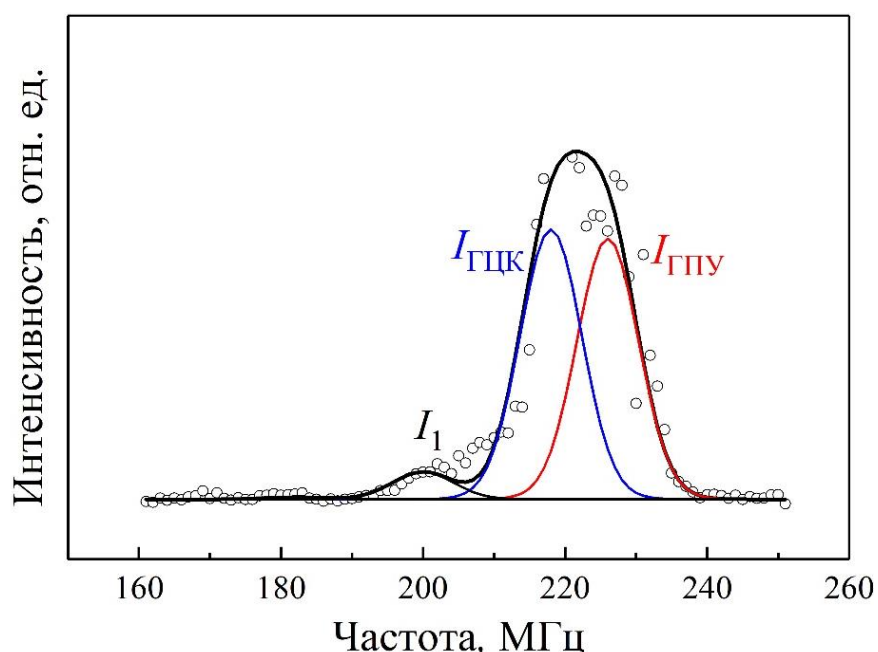


Рисунок 6.1 - Спектр ЯМР для массивов нанопроволок из чистого Co

Сплошная линия является результатом обработки, состоит из трёх гауссиан. Наиболее интенсивная линия $I_{\text{ГЦК}}$ имеет центр на частоте 218 МГц, что соответствует ГЦК фазе кобальта. Менее интенсивная линия $I_{\text{ГПУ}}$ на частоте 226 МГц соответствует кобальту в фазе с гексагональной структурой (ГПУ) с намагниченностью, направленной перпендикулярно оси c [103]. Интенсивность линии $I_{\text{ГЦК}}$ составляет 58 %, $I_{\text{ГПУ}}$ – 38 %. Преобладание фазы ГЦК в кобальтовом слое, вероятно, связано с тем, что при быстром росте нанопроволок возникают значительные растягивающие напряжения [104]. Альтернативной причиной может являться изменение кислотности раствора, которая также может влиять на формирование

кристаллической решётки определенного типа: ОЦК или ГПУ [105]. Линия низкой интенсивности на частоте ~ 200 МГц, вероятно, возникает от примесей в процессе синтеза.

6.2 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволоках CoCu

На рисунке 6.2 показан спектр ЯМР на ядрах ^{59}Co в нанопроволоках $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$. Видно, что форма спектра ЯМР нанопроволок $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$ отличается от формы спектра ЯМР нанопроволок из чистого кобальта (рисунок 6.1):

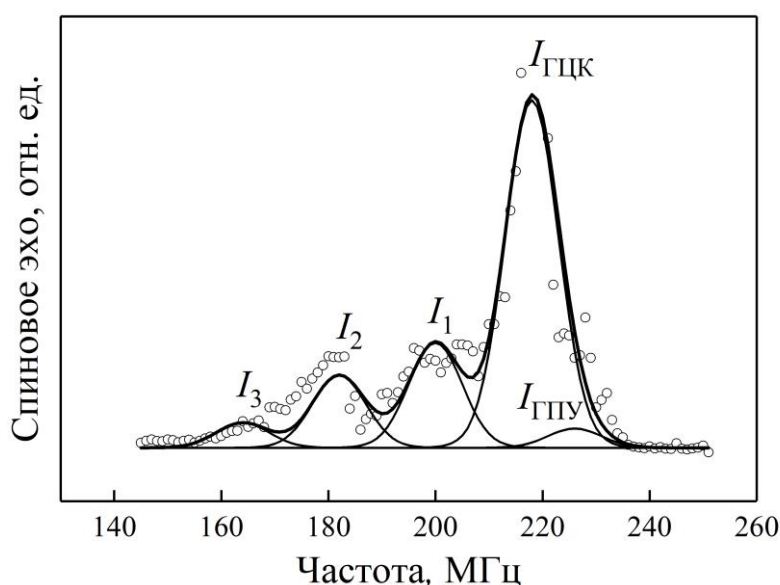


Рисунок 6.2 - Спектр ЯМР для массивов нанопроволок $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$

Переход к нанопроволокам состава $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$ приводит к значительному уменьшению интенсивности линии $I_{\text{ГПУ}}$ на частоте ~ 226 МГц до 4 %. Вероятно, это можно связать с тем, что совместное осаждение кобальта с медью, имеющей структуру ГЦК, способствует осаждению кобальта с преимущественно кубической структурой, что наблюдали в сверхрешётках Co/Cu и согласуется с данными работы [106]. Кроме этого формируется низкочастотная область спектра: резонансные линии I_1 , I_2 , I_3 на частотах 200, 182, 164 МГц, соответственно. Линии $I_{\text{ГЦК}}$ и $I_{\text{ГПУ}}$ возникают от атомов, расположенных в объёме слоя кобальта. Линии, формирующие низкочастотную область спектра, соответствуют атомам кобальта в ГЦК решётке, имеющим от одного до трёх атомов меди в первой координационной сфере.

Интенсивность резонансных линий пропорциональна количеству атомов с различной координацией: без атомов меди, 1-3 атома меди. Тогда отношение $I_{\text{ГЦК}}/(I_1+I_2+I_3) \approx 1,84$ характеризует фактическую долю атомов кобальта без меди в первой координационной сфере.

Для теоретической оценки характера взаимного расположения атомов меди, предположим, что в объёме матрицы (нанопроволок) атомы меди распределены равномерно среди атомов кобальта. Исходя из этого будем считать, что число $N(k)$ атомов Co, имеющих соседями k атомов Cu, можно оценить из закона биномиального распределения [107]. Поскольку число атомов в первой координационной сфере в случае кристаллической структуры ГЦК равно 12, то

$$N(k) = \binom{12}{k} x^k (1-x)^{12-k} \quad (7.1)$$

где x – объёмная концентрация меди в нанопроволоке.

Принимая во внимание, что в исследуемых нанопроволоках $x = 0,2$, получим отношение $N(0)/(N(1)+N(2)) \approx 0,14$, что значительно меньше полученного из эксперимента отношения $I_{ГЦК}/(I_1+I_2+I_3) = 1,84$. Столь значительное расхождение может свидетельствовать о неравномерном распределении атомов меди. По-видимому, в исследованных нанопроволоках медь осаждается в виде кластеров. Для оценки среднего размера такого кластера со стороной L и объёмом L^3 была использована модель, предложенная авторами [106]. Предполагается, что медные кластеры являются кубическими и состоят из L^3 атомов, для каждого кластера существует $n(k)$ атомов Co, у которых k соседей атомов меди, тогда:

$$N(k) = \frac{x}{1-x} \frac{n(k)}{L^3}, k = 1, 2, 4 \quad (7.2)$$

$$N(0) = 1 - [N(1) + N(2) + N(4)] \quad (7.3)$$

где x – концентрация меди в нанопроволоках. Используя $x = 20\%$ и соотношение $I_{ГЦК}/(I_1+I_2) = 1,84$, получим, что средний размер кластера Cu объёмом L^3 составляет ~ 30 атомов.

Отметим, что формирование кластеров Cu в двухкомпонентных нанопроволоках отмечали и ранее: например, в работе [108] были изучены нанопроволоки Cu-Ni и методом просвечивающей электронной микроскопии было обнаружено формирование отдельных фаз (кластеров) меди или оксида меди размером 5-20 нм.

6.3 Ядерный магнитный резонанс в нанопроволок Co/Cu

На рисунке 6.3 приведены спектры ЯМР на ядрах ^{59}Co гетерогенных нанопроволок Co/Cu с толщинами кобальтовых слоёв 5 и 30 нм, обработанные по аналогии со спектрами ЯМР в сверхрешетках (см., например, главу 3.2.3):

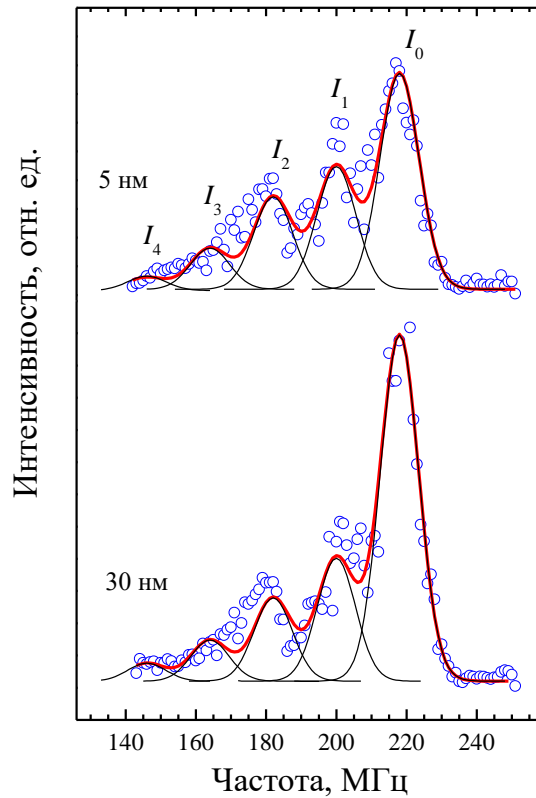


Рисунок 6.3 – Спектры ЯМР на ядрах ^{59}Co гетерогенных нанопроволок Co/Cu с толщинами кобальтовых слоёв 5 и 30 нм. Красная линия – результат обработки экспериментальных данных

Линия на частоте 218 МГц соответствует атомам кобальта, локализованным внутри кобальтового слоя с кристаллической структурой ГЦК. Отсутствие линии кобальта на частоте 226 МГц показывает, что в данных слоистых нанопроволоках ГПУ фаза не формируется. Сравнивая спектры ЯМР на ядрах ^{59}Co слоистых НП Co/Cu, со спектром ЯМР гомогенных НП CoCu (рисунок 6.2), можно сказать, что резонансные линии с частотой меньшей, чем 218 МГц, соответствуют атомам кобальта, формирующим межслойные границы.

Из рисунка 6.3 также видно, что при увеличении толщины слоёв кобальта происходит увеличение интенсивности резонансной линии на частоте 218 МГц относительно резонансных линий меньшей частоты. Это объясняется тем, что увеличение толщины кобальтового слоя приводит к изменению соотношения числа атомов в объёме кобальтового слоя и атомов кобальта, локализованных в интерфейсах.

Выводы по главе 6

1. Показано, что в нанопроволоках из чистого Co формируется две кристаллические структуры: ГЦК и ГПУ, с преобладанием ГЦК фазы;

2. Установлено, что в нанопроволоках $Co_{80}Cu_{20}$ доминирует ГЦК фаза и формируется низкочастотная область спектра, свидетельствующая о существовании атомов Co с 1-3 атомами Cu в координации;

3. Определено, на основе модели, что в нанопроволоках формируются кластеры Cu с агломерацией примерно 30 атомов.

Результаты, изложенные в данной главе, опубликованы в работе [109].

7 3D-моделирование интерфейсов сверхрешёток Co/Cu и кобальтсодержащих нанопроволок

Состояние межслойных границ может значительно влиять на величину эффекта гигантского магнитосопротивления, тем самым являясь предметом пристального изучения ряда научных групп. Согласно литературным данным [24, 27, 38-40], двумерное качественное представление конфигурации интерфейсов является достаточным и общепринятым. Выполняя работу по исследованию состояния межслойных границ в сверхрешётках Co/Cu, было выявлено, что понимание таких терминов, как «среднеквадратичная шероховатость», «толщина интерфейсов», «ширина межслойной границы» являются достаточно абстрактными при переходе от двумерного к трёхмерному представлению, которое в действительности скрывает ряд частных случаев строения межслойных границ. Необходимо отметить, что приведённые рассуждения касаются сверхрешёток, выращенных в кристаллографическом направлении $\langle 111 \rangle$.

Для того чтобы описать экспериментальные спектры ЯМР на ^{59}Co в сверхрешётках Co/Cu, было проведено моделирование интерфейсов этих сверхрешёток в атомном масштабе. Для этого рассмотрены различные типы взаимопроникновения слоёв кобальта и меди. По тексту ниже будут последовательно изложены предполагаемые типы конфигураций межслойных интерфейсов. Аналогичный подход будет использован для моделирования структуры гомогенных нанопроволок CoCu.

7.1 Оценка интенсивности линии на 218 МГц

Номинальные толщины слоёв исследуемых сверхрешёток Co/Cu составляют 1,5 нм для кобальта и 0,9 нм для меди. Толщина медного слоя соответствует первому АФ-максимуму обменного взаимодействия. Проведём моделирование толщины слоёв в количестве атомных слоёв, их формирующих. Для этого построим кристаллическую решётку вдоль кристаллографического направления $\langle 111 \rangle$.

Рассмотрим два случая:

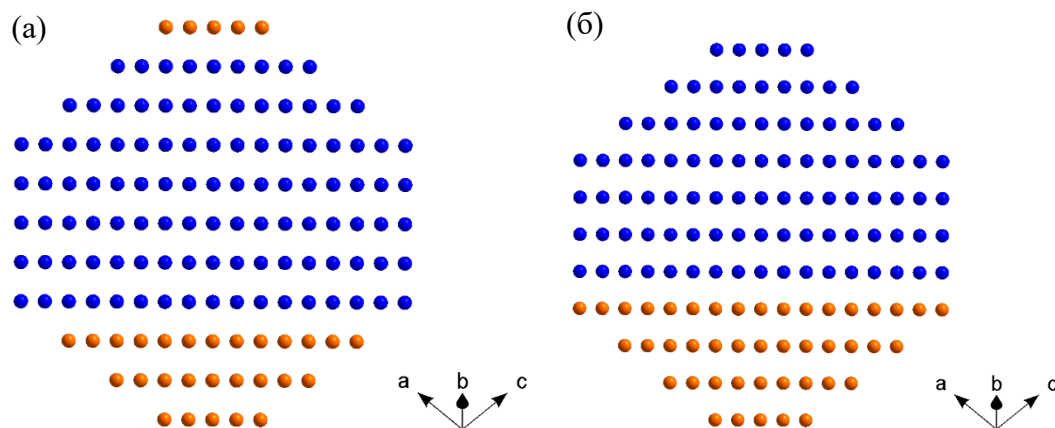


Рисунок 7.1 - Различное число атомных слоёв кобальта и меди при заданной номинальной толщине слоёв: (а) $t_{\text{Cu}} = 7,09 \text{ \AA}$, (б) $t_{\text{Cu}} = 10,6 \text{ \AA}$

Первый случай: толщина медного слоя составляет $7,09 \text{ \AA}$, кобальтового – $15,04 \text{ \AA}$ (рисунок 7.1(а)). Второй случай: толщина слоя Cu – $10,6 \text{ \AA}$, Co – $15,04 \text{ \AA}$. Во втором случае отклонение фактической толщины слоя меди от номинальной меньше, чем в первом, что делает его лучшим вариантом для дальнейшего анализа толщины слоёв в фактическом количестве атомных слоёв. Из рисунка 7.2(б) видно, что кобальтовый слой состоит из 7 атомных слоёв, медный – из четырёх. Забегая вперёд, укажем, что наиболее удачный модельный спектр ЯМР даёт ситуация, когда медь проникает в кобальт на глубину одного атомного слоя. Учтём, что для одного слоя существует две границы, таким образом, 2 из 7 атомных слоёв кобальта вовлечены в формирование границы, или, иначе говоря, 29 % атомов кобальта локализованы в границе. Отметим, что из наших экспериментальных данных следует, что доля атомов кобальта внутри слоя составляет 60-70 %, что находится в согласии с приведённой выше оценкой, полученной в ходе моделирования слоёв кобальта и меди, в рассматриваемых сверхрешётках Co/Cu.

7.2 Внедрение меди в кобальт, модель «остров»

В этом разделе последовательно рассмотрим зарождение и увеличение агломерации атомов меди в атомном слое кобальта, атом за атомом анализируя распределение типов ближайшего окружения ядра-зонда ^{59}Co и, следовательно, конфигурацию спектров ЯМР. В обсуждаемом случае увеличивали площадь внедрения, минимизируя его протяжённость, как один из наиболее простых случаев, пригодных для экстраполяции состояния границы при увеличении агломерации меди в одном атомном слое кобальта. Для краткости и наглядности приведём графическое представление границ и спектры ЯМР для первых шагов моделирования, а также финальный случай, для внедрения типа «остров» из семнадцати атомов меди.

На рисунке 7.2 приведено графическое представление состояния межслойной границы Co/Cu и спектр ЯМР при внедрении одного атома меди в слой кобальта:

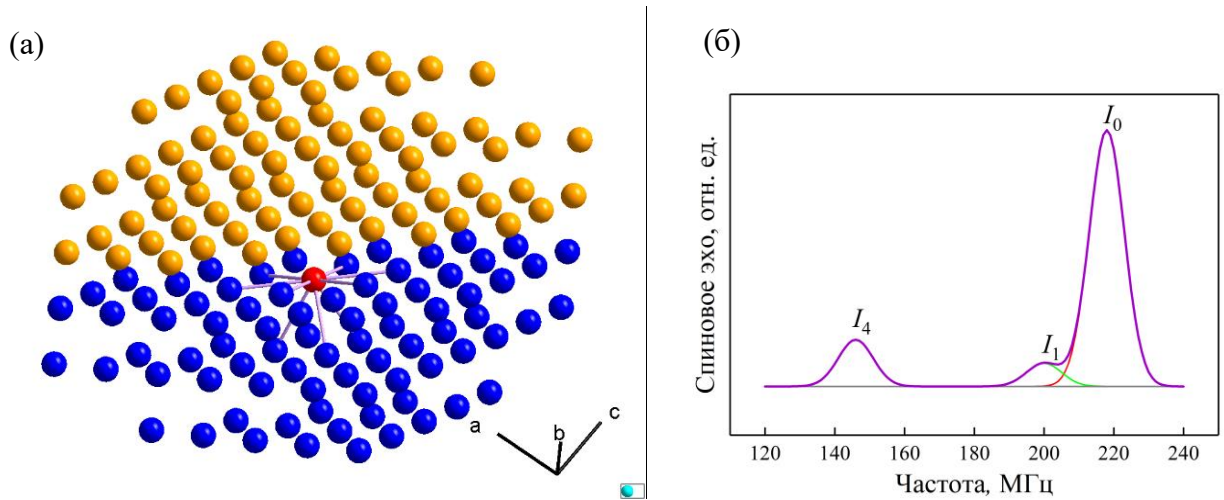


Рисунок 7.2 - «Остров» состоит из одного атома меди. Графическое представление интерфейса Co/Cu (а) и спектр ЯМР (б)

Проанализируем, что происходит в этом случае (рисунок 7.2(а)): атомы кобальта, принадлежащие первому атомному слою кобальта, следующему за атомным слоем меди, получают дополнительного ближайшего соседа – атом Cu в первой координационной сфере. Таким образом, резко возрастает доля атомов кобальта, имеющих 4 атома меди в ближайшем окружении. Число атомов кобальта с такой координацией - 6. Во втором атомном слое кобальта, у атомов Co, которые ранее имели исключительно атомы кобальта в координации, возникает 4 атома Co, имеющих один атом меди в ближайшем окружении. На рисунке 7.2(б) показано, как внедрение одного атома меди влияет на конфигурацию спектра ЯМР: пропорциональные резонансные линии на частотах 200 (1 атом меди в ближайшем окружении ^{59}Co) и 146 МГц (4 атома меди в ближайшем окружении ядра-зонда). В используемом модельном подходе полагали долю атомов кобальта, размещённых в объёме кобальтового слоя (главная линия на частоте 218 МГц) около 65-70 %, как обобщение наших экспериментальных данных, полученных на сверхрешётках Co/Cu различных типов. Проведена оценка межатомных расстояний в разделе 7.1. Это сделано с целью более наглядного представления влияния типа межслойной границы на спектр ЯМР.

Теперь увеличим число атомов меди до двух, глубина проникновения также составляет один атомный слой. На рисунке 7.3(а) приведено графическое представление состояния межслойной границы Co/Cu:

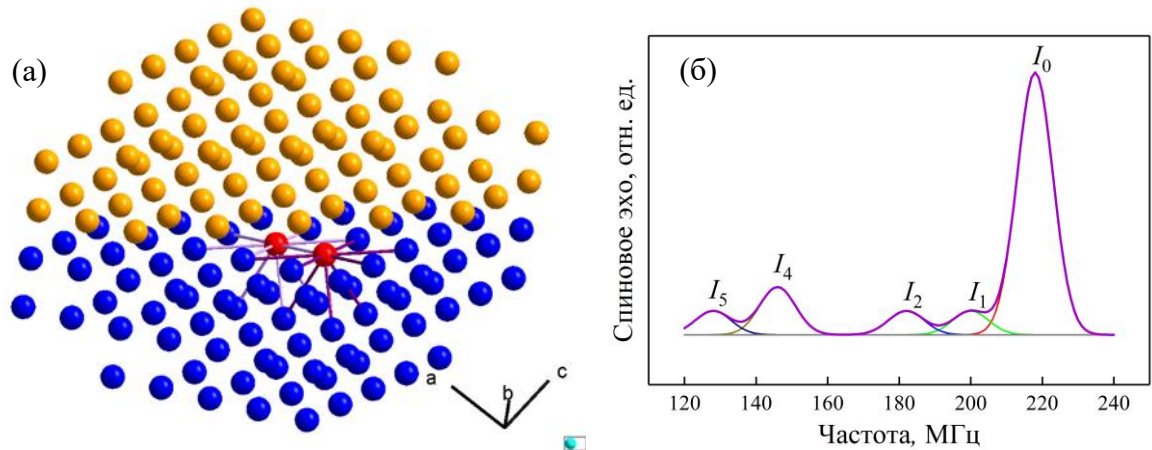


Рисунок 7.3 - «Остров» состоит из двух атомов меди. Графическое представление интерфейса Co/Cu (a) и спектр ЯМР (б)

В первом атомном слое Co 6 атомов кобальта, имеющих 4 атома меди в ближайшем окружении. Также два атома меди, помещённых в слой Co, приводят к появлению двух атомов первого слоя с пятью медными соседями. Во втором слое 4 атома кобальта, с двумя медными соседями и 1 атом кобальта с двумя медными соседями. Смоделированный спектр ЯМР на частотах 200 и 182 МГц похож на экспериментальные спектры ЯМР, но интенсивность линий в низкочастотной части спектра слишком большая. Перейдём к следующему шагу.

Внедрение трёх атомов меди в первый слой кобальта представлено на рисунке 7.4(a):

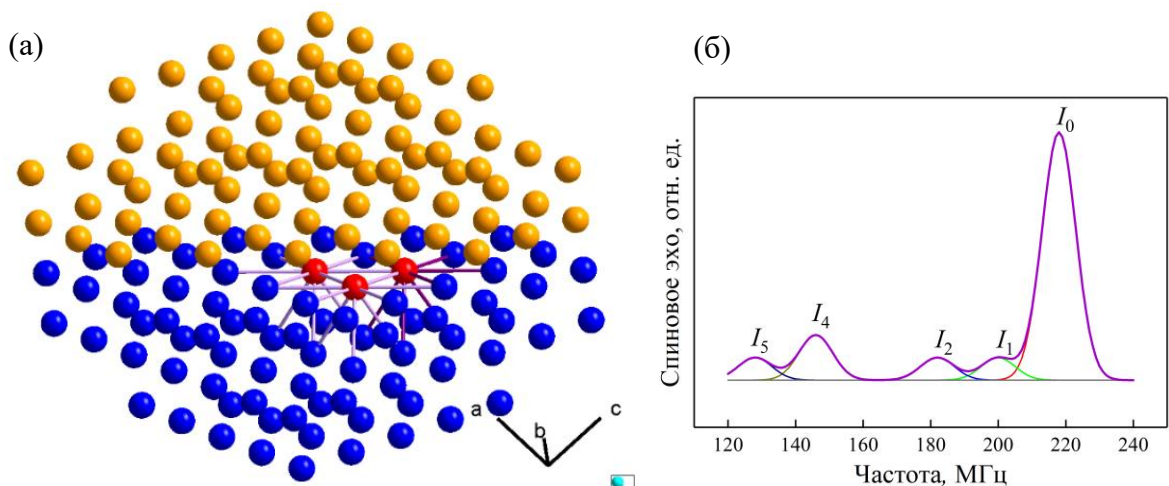


Рисунок 7.4 - «Остров» состоит из трёх атомов меди. Графическое представление интерфейса Co/Cu (a) и спектр ЯМР (б)

Первый атомный слой Co имеет следующие особенности: 6 атомов кобальта имеют 4 медных соседа, 3 атома кобальта имеют 5 медных соседей. Второй атомный слой Co: 3 атома

кобальта имеют 1 атом меди в ближайшем окружении, 3 атома меди с двумя атомами меди в первой координационной сфере. Как видно из рисунков 7.3(б) и 7.4(б), качественного изменения распределения интенсивностей линий спектров ЯМР не происходит.

Внедрение четырёх атомов меди в атомный слой кобальта показано на рисунке 7.5(а):

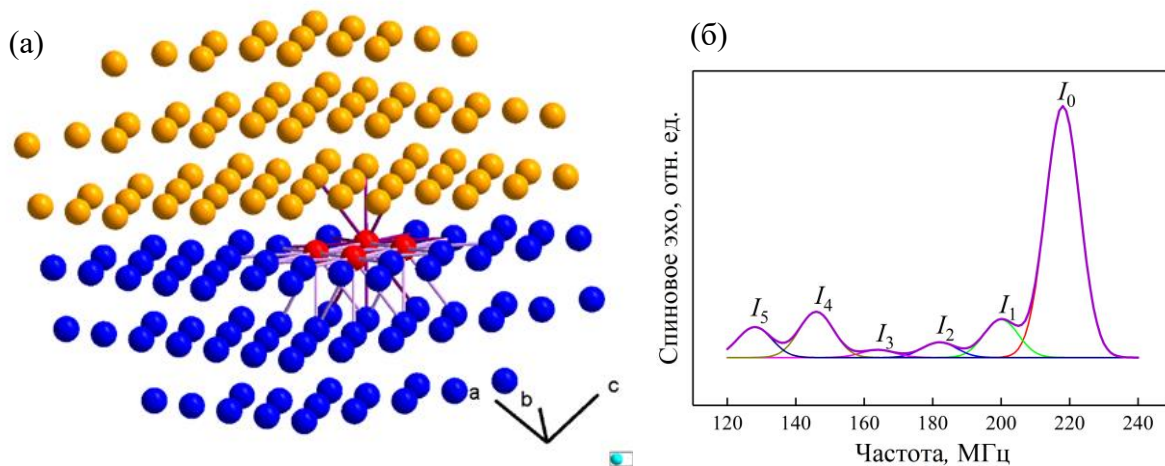


Рисунок 7.5 - «Остров» состоит из четырёх атомов меди. Графическое представление интерфейса Co/Cu (а) и спектр ЯМР (б)

Разберём последовательно, какие конфигурации первой координационной сферы имеют место в обсуждаемом случае. В первом атомном слое кобальта 6 атомов Co с 4 Cu соседями и 4 Co с 5 Cu соседями. Второй атомный слой кобальта: 5 атомов Co с 1 Cu соседом, 2 атома Co с 2 Cu соседями, 1 атом Co с 3 Cu соседями. Спектр ЯМР, являющийся результатом моделирования, представлен на рисунке 7.5(б).

На этом этапе моделирования «островного» внедрения во втором атомном слое кобальта возникает атом кобальта, имеющий в ближайшем окружении три атома меди, подобно высокосовершенному интерфейсу. Как следствие, была выдвинута гипотеза, что протяжённое внедрение типа «остров» позволит получить спектры, качественно похожие на экспериментальные спектры ЯМР, поскольку необходимые нам резонансные линии присутствуют на модельном спектре.

В поддержку этой гипотезы необходимо отметить, что экспериментальные данные – двумерные карты диффузного рассеяния [110] и большая область когерентного рассеяния [111] находятся в согласии с выдвинутым предположением о конфигурации межслойной границы Co/Cu – протяжённое, однородное внедрение островного типа. Несколько последующих шагов моделирования останутся без подробного рассмотрения, но данные этих этапов моделирования

будут приведены в итоговой таблице, описывающей количество атомов кобальта с различной конфигурацией в первой координационной сфере.

Внедрение семнадцати атомов меди в первый атомный слой кобальта. Визуализация интерфейса показана на рисунке 7.6:

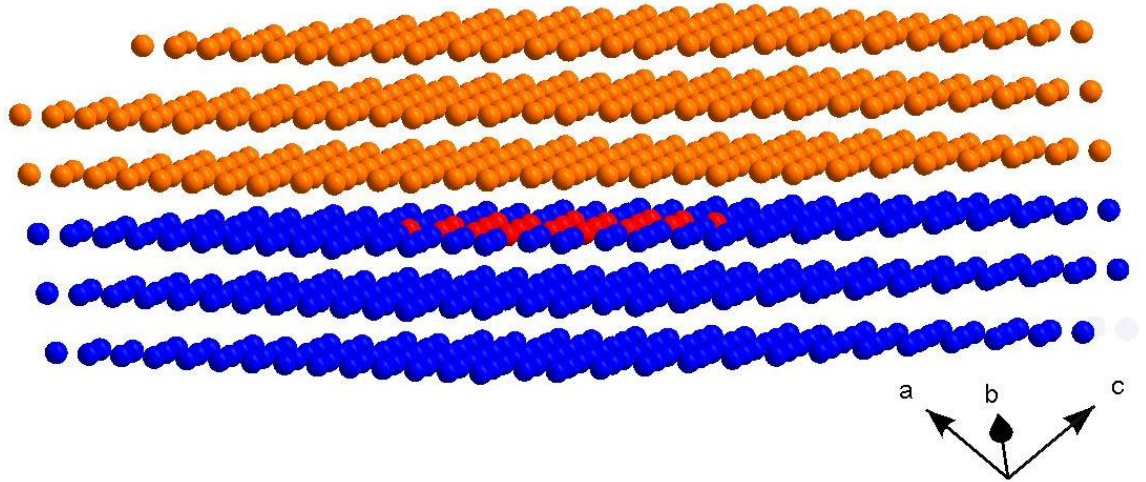


Рисунок 7.6 - «Остров» состоит из семнадцати атомов меди. Графическое представление интерфейса Co/Cu

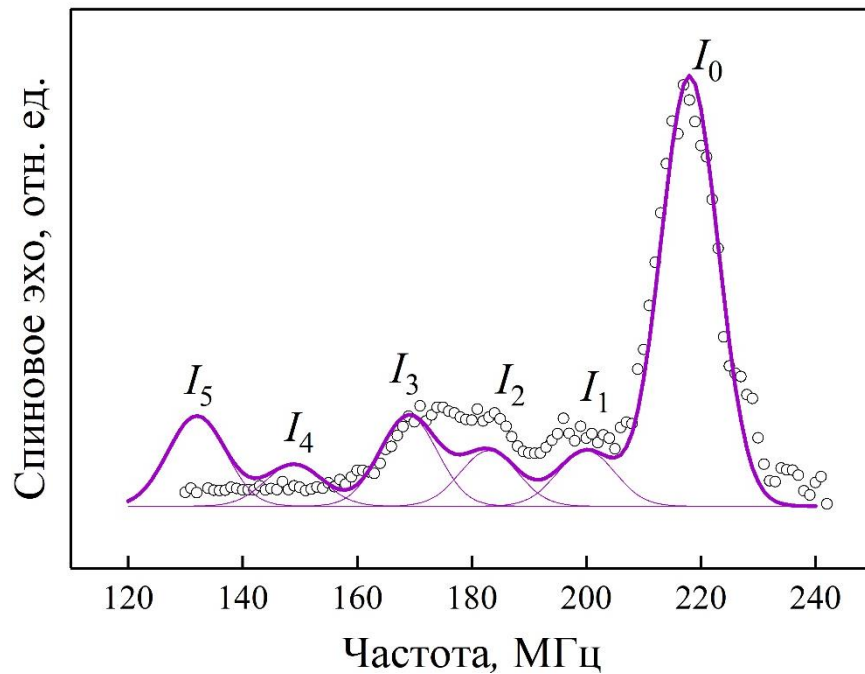


Рисунок 7.7 - Модельный спектр ЯМР, наложенный на экспериментальный спектр ЯМР сверхрешётки стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм)

На рисунке 7.7 показаны экспериментальный (○) и модельный спектры ЯМР (фиолетовая линия). Видно, что положения, интенсивности и ширины линий имеют достаточно хорошую степень совпадения. В то же время резонансная линия модельного спектра на частоте 128 МГц вызывает вопросы. Внедрение типа «остров» толщиной в один медный слой формирует высокосовершенную границу в слое кобальта под островом внедрения меди. Однако по периметру острова возникают атомы кобальта с пятью медными соседями, что приводит к формированию линии на 128 МГц, отсутствующей на экспериментальных спектрах ЯМР.

Таблица 9 - Распределение типов ближайшего окружения для ядра-зонда в зависимости от числа атомов меди, формирующих внедрение типа «остров»

Шаг/Cu	1 Cu	2 Cu	3 Cu	4 Cu	5 Cu	6 Cu
1	3	0	0	6	0	0
2	4	1	0	6	2	0
3	3	3	0	6	3	0
4	5	2	1	6	4	0
5	7	1	2	6	4	0
6	6	3	2	7	4	1
7	6	3	3	6	6	0
17	8	8	13	6	13	0

В ходе обсуждения было выдвинуто предложение сделать неоднородный периметр «островного» внедрения меди в кобальт. В рассматриваемом выше случае «остров» представляет собой максимально ровное внедрение максимальной площади и минимальной протяжённости. Здесь же попробуем сделать периметр островного внедрения менее однородным, что должно сформировать иные конфигурации ближайшего окружения ядра-зонда и уменьшить интенсивность резонансной линии на частоте 128 МГц.

На рисунке 7.8 показана форма внедрения меди типа «остров» с неоднородным периметром в атомный слой кобальта:

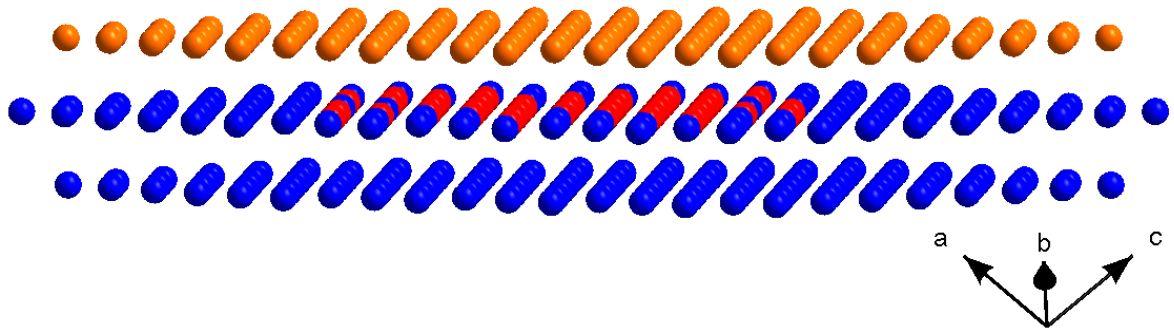


Рисунок 7.8 - Форма внедрения меди типа «остров» с неоднородным периметром в атомный слой кобальта

На рисунке 7.9 показана форма внедрения меди типа «остров» с неоднородным периметром в атомный слой кобальта – вид сверху:

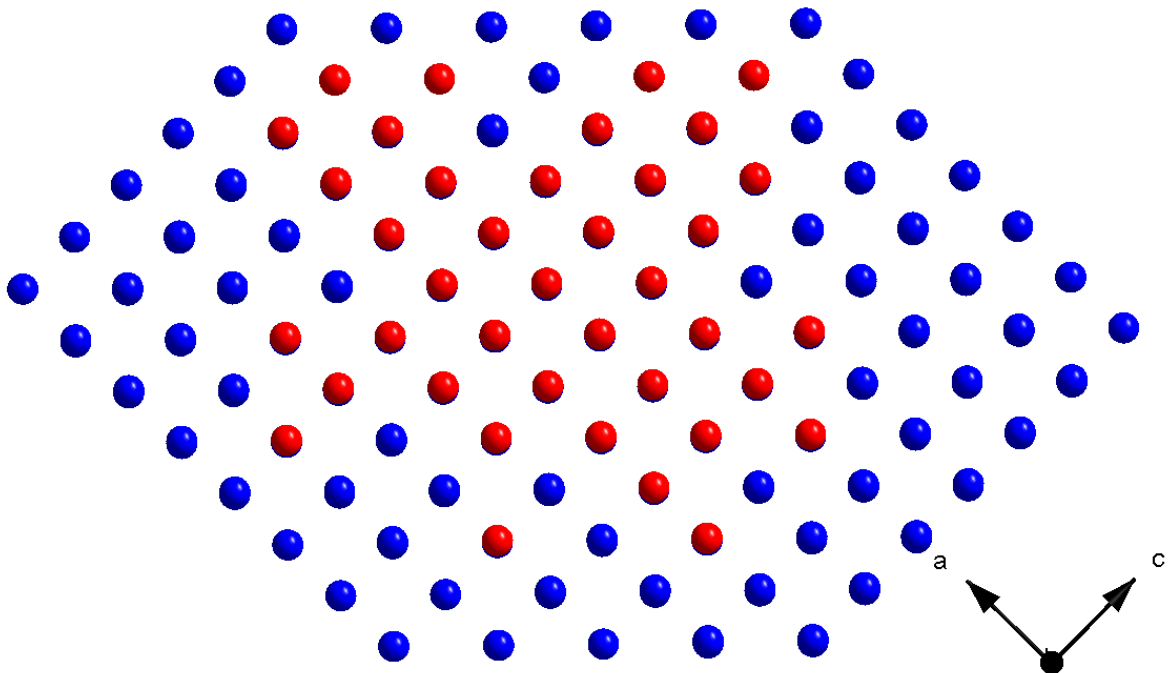


Рисунок 7.9 - Форма внедрения меди типа «остров» с неоднородным периметром в атомный слой кобальта. Вид сверху

На рисунке 7.10 представлен анализ типов ближайшего окружения ядра-зонда ^{59}Co для первого атомного слоя кобальта:

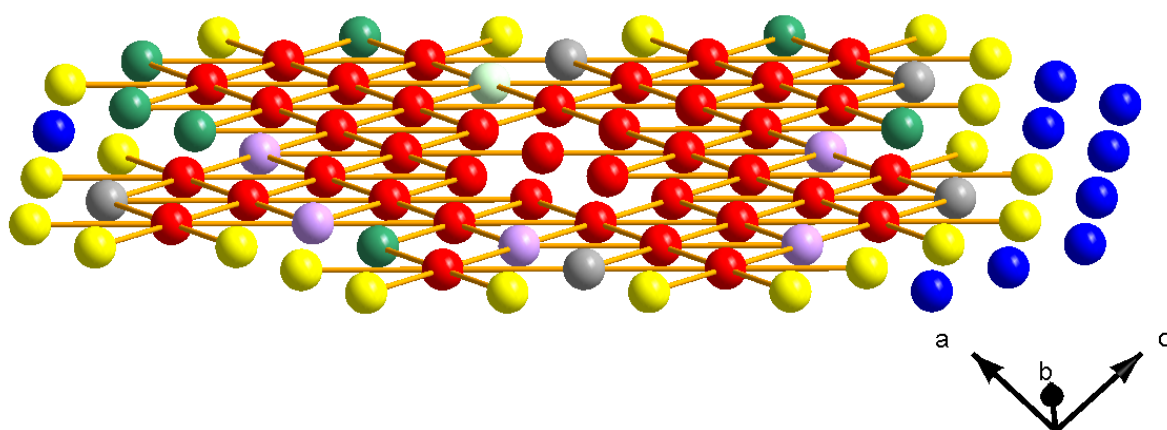


Рисунок 7.10 - Анализ типов ближайшего окружения ядра-зонда ^{59}Co первого атомного слоя кобальта

Цветовая нотация анализа ближайшего окружения первого атомного слоя кобальта: желтый – 4, зелёный – 5, серый – 6, сиреневый – 7, светло-зелёный – 8 атомов меди в первой координационной сфере ядра-зонда ^{59}Co . На рисунке 7.11 приведён анализ типов ближайшего окружения ядра-зонда ^{59}Co второго атомного слоя кобальта:

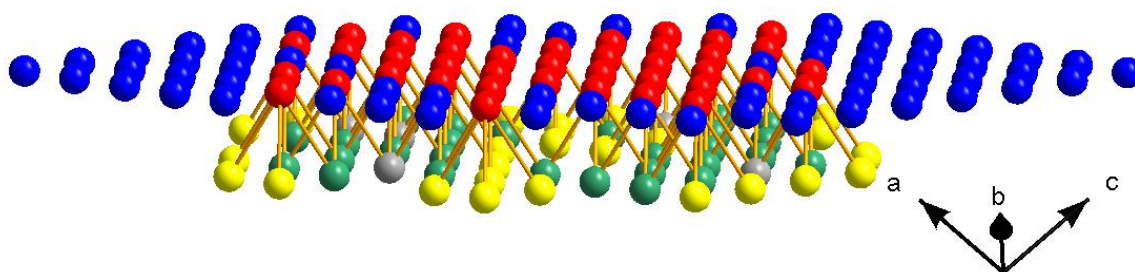


Рисунок 7.11 - Анализ типов ближайшего окружения ядра-зонда ^{59}Co второго атомного слоя кобальта

Цветовая нотация для второго атомного слоя кобальта: желтый – 1, зелёный – 2, серый – 3 атома меди в ближайшем окружении ядра-зонда, соответственно. В этом случае число атомов меди, формирующих внедрение типа «остров» в атомный слой кобальта на глубину один атомный слой, составляет 39 атомов. На рисунке 7.12 представлен экспериментальный и модельный спектры ЯМР – модель внедрения атомов меди «островного» типа с неоднородной границей:

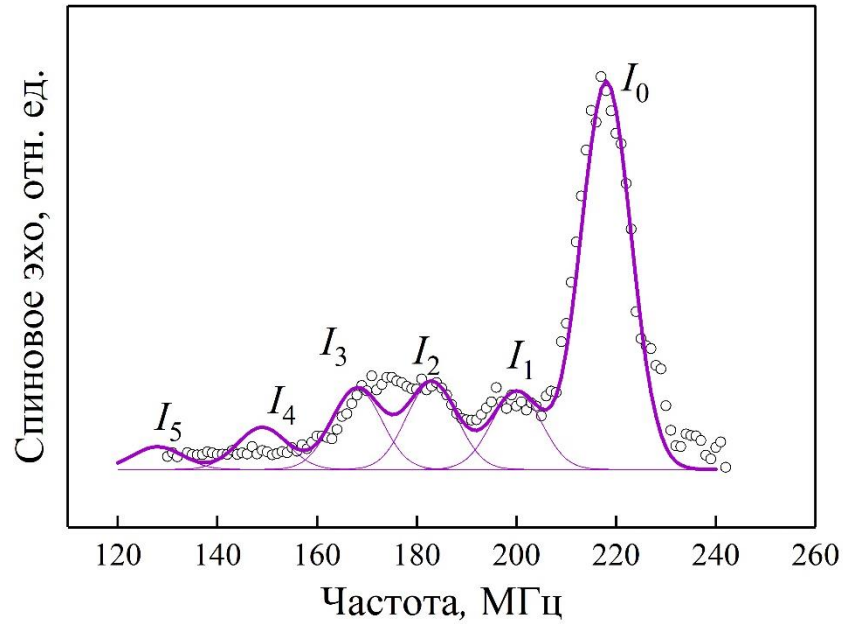


Рисунок 7.12 - Модельный спектр ЯМР (линия), наложенный на экспериментальный спектр ЯМР (○) сверхрешётки стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм)

Из рисунка 7.12 видно, модель внедрения «островного» типа с неоднородной границей позволяет добиться большего совпадения моделируемого спектра ЯМР с экспериментальным спектром ЯМР. Распределение типов ближайшего окружения приведено в таблице 10:

Таблица 10 - Распределение типов ближайшего окружения для внедрения кобальта в медь на глубину в атомный слой типа «остров» с неоднородным периметром

Шаг/Cu	1 Cu	2 Cu	3 Cu	4 Cu	5 Cu	6 Cu	7 Cu	8 Cu
17	24	27	25	22	7	5	5	1

7.3 Внедрение кобальта в медь, модель «остров»

Смоделируем проникновение «острова» кобальта в медь. Форму «острова» положим идентичной рассмотренному выше случаю. Это целесообразно сделать с целью понимания влияния такого внедрения на моделируемый спектр ЯМР. На рисунке 7.13 показан общий вид внедрения кобальта в медь. Тёмно-синие атомы – кобальт, оранжевые – медь, голубые – атомы кобальта, внедренные в медный слой.

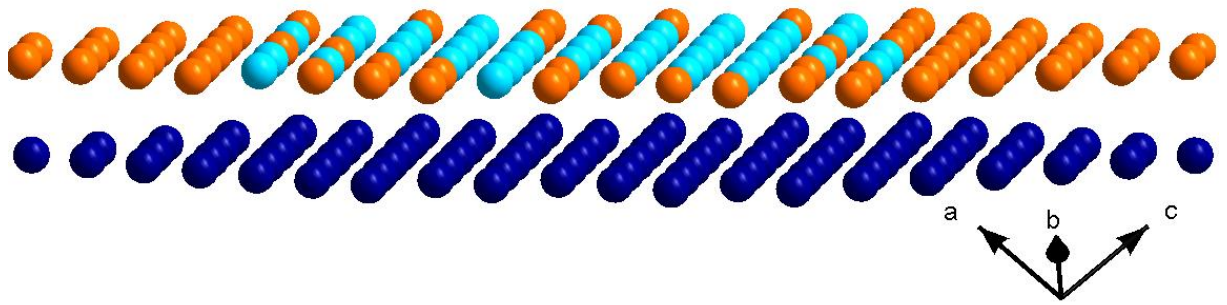


Рисунок 7.13 – Внедрение кобальта в медь типа «остров», состоит из 39 атомов кобальта

На рисунке 7.14 представлен анализ координаций для атомов кобальта, формирующих «островное» внедрение, всего таких атомов 39.

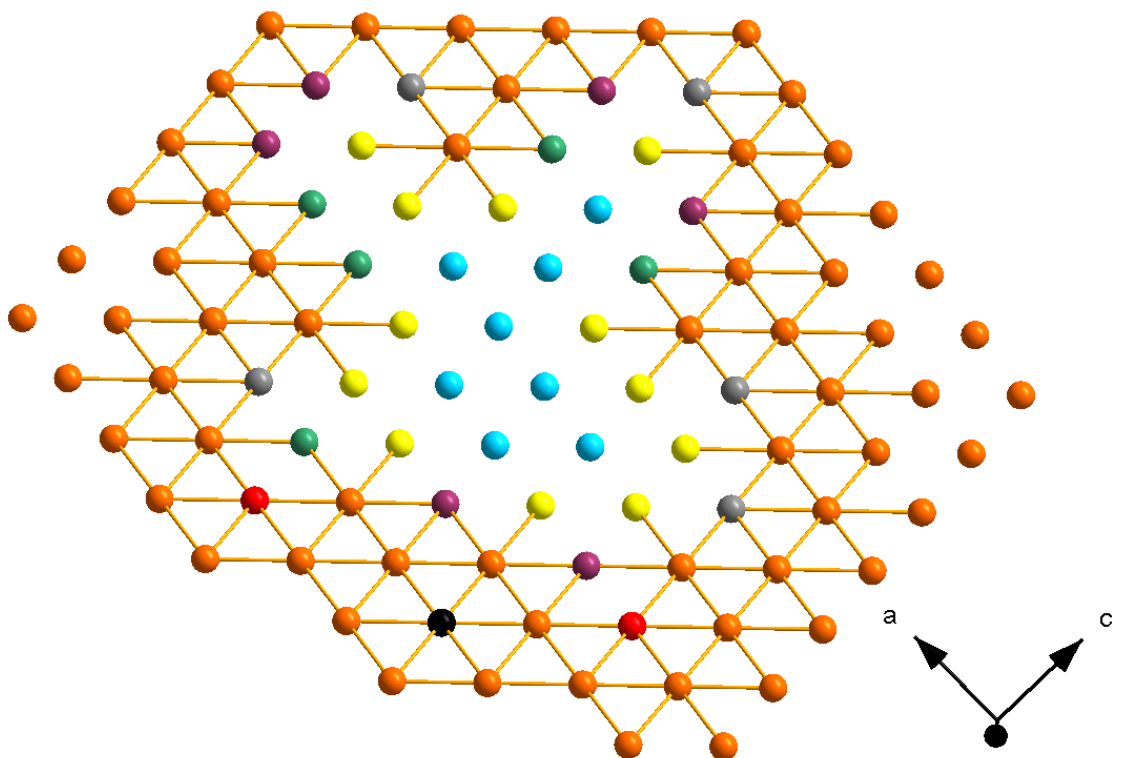


Рисунок 7.14 - Анализ типов ближайшего окружения для атомов кобальта, формирующих внедрение типа «остров» в медный слой

Используемая цветовая нотация: голубой – 3, жёлтый – 4 атома меди в координации атома кобальта внедрения, зелёный – 5, фиолетовый – 6, серый – 7, чёрный – 9. Результат моделирования спектра ЯМР приведён на рисунок 7.15:

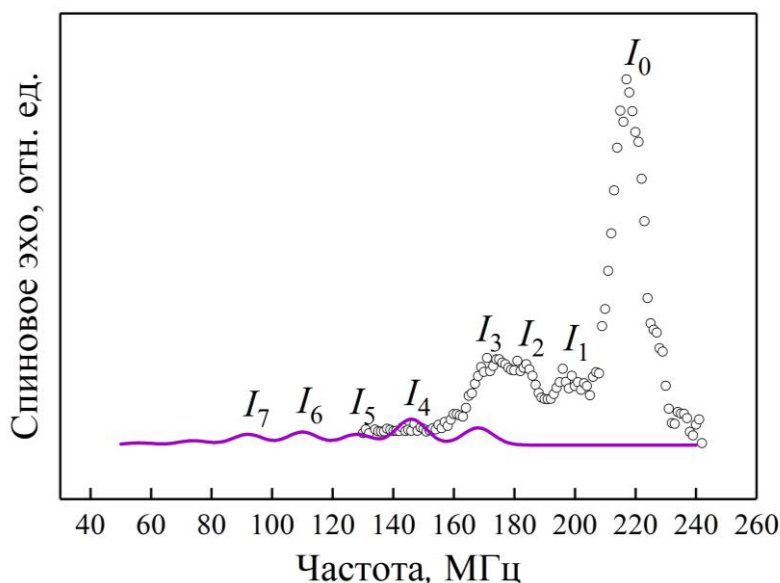


Рисунок 7.15 - Экспериментальные данные (○), фиолетовая линия – моделируемый спектр ЯМР для внедрения «островного» типа атомов кобальта в атомный слой меди

На рисунке 7.15 видно, что достаточно большое, 39 атомов кобальта, внедрение кобальта в медный слой не приводит к изменению конфигурации спектра ЯМР на ядрах ^{59}Co . В низкочастотной части спектра возникают линии очень малой интенсивности. Таким образом, при обработке и моделировании спектров ЯМР получены данные о состоянии интерфейсов Co/Cu со стороны кобальтового слоя, т.е. при внедрении атомов меди в атомный слой кобальта.

7.4 Внедрение меди в кобальт, модель «стена»

Для оценки влияния морфологии внедрения меди в кобальтовый слой на моделируемый спектр ЯМР рассмотрим внедрение типа «стенка». Принцип пошагового внедрения был рассмотрен выше, поэтому не будем подробно останавливаться на каждом шаге моделирования, покажем итоговую структуру внедрения и влияние этого типа внедрения на моделируемый спектр ЯМР. Визуализация внедрения типа «стенка» показано на рисунке 7.16(а), на рисунке 7.16(б) показан смоделированный спектр ЯМР:

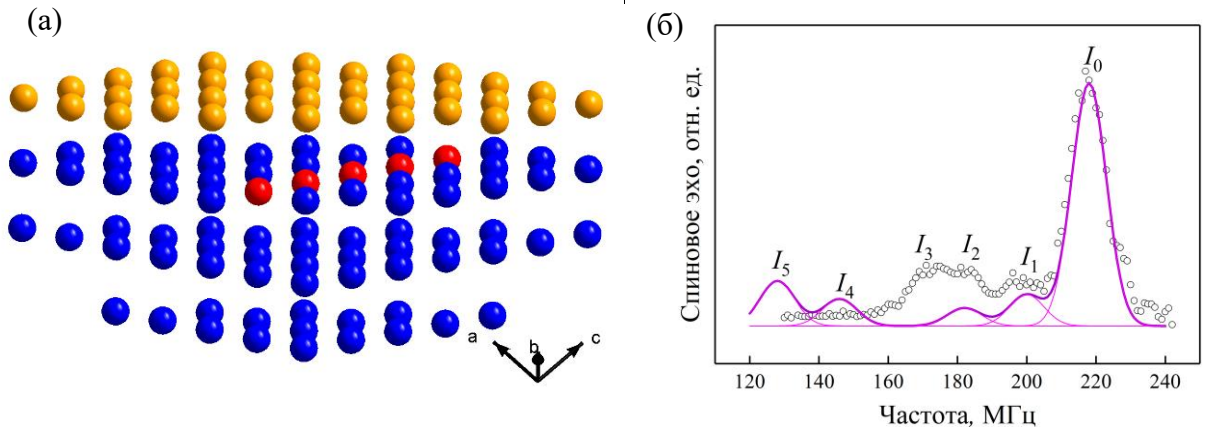


Рисунок 7.16 – Визуализация структуры интерфейса, при внедрении типа «стена» атомов кобальта в атомный слой меди (а). Результат моделирования спектра ЯМР при заданном типе внедрения (б)

На рисунке 7.16(б) фиолетовой линией показан результат моделирования спектра ЯМР. Резонансные линии моделируемого спектра ЯМР на частотах 218 и 200 МГц имеют достаточно хорошую степень совпадения с экспериментом, однако линия I_2 имеет слишком малую интенсивность, линия I_3 имеет нулевую интенсивность. В низкочастотной области спектра (146 и 128 МГц) возникают резонансные линии, отсутствующие на экспериментальных спектрах. Это позволяет сделать вывод о том, что внедрения типа «стена» не реализуются в исследуемых сверхрешётках.

7.5 Кластеры меди в объёме кобальта

Ранее рассмотренные подходы применяются для моделирования спектров ЯМР сверхрешёток Co/Cu. Также проведена работа по моделированию структуры нанопроволок $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$, приготовленных однованновым методом из раствора.

Как было показано в работе [107], размещение атомов меди в объёме кобальта, в случае нанопроволок CoCu, не описывается статистическим распределением. Поэтому будем строить медный кластер в объёме кобальта. Оценка агломерации приведена в предыдущей главе. Последовательно рассмотрим различное размещение атомов меди в обсуждаемых нанопроволоках. Возьмём некоторый объём атомов кобальта и последовательно смоделируем различное размещение атомов меди в этом объёме. Первый шаг – внедрение одного атома меди - не будем рассматривать подробно, поскольку такое внедрение формирует лишь 12 атомов кобальта с одним атомом меди в координации, что приведёт к тривиальной форме спектра ЯМР.

На рисунке 7.17(а) и рисунке 7.17(б) показана визуализация структуры нанопроволок при двух атомах меди в объёме кобальта и смоделированный спектр ЯМР, соответственно:

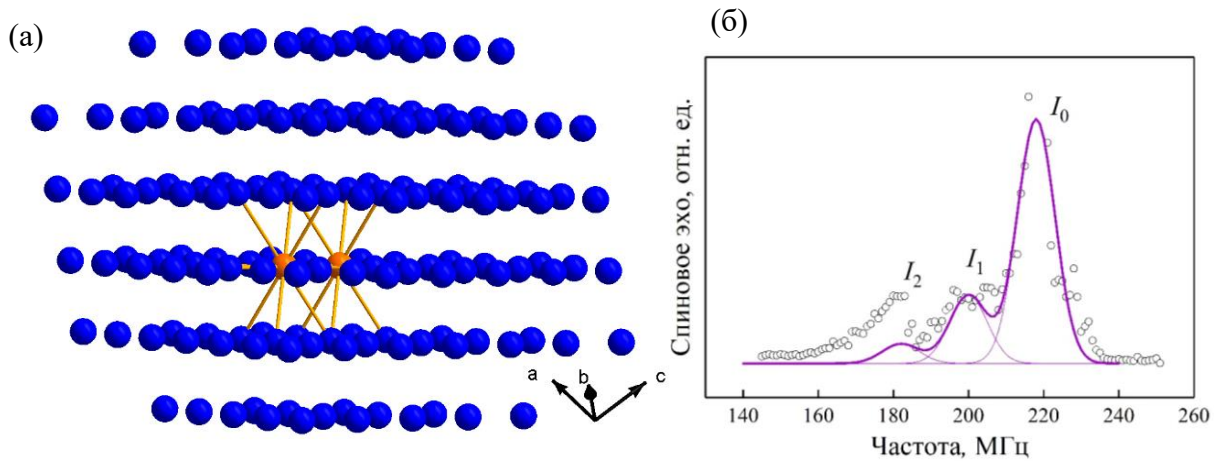


Рисунок 7.17 – Размещение двух атомов меди в объёме кобальта (а). Результат моделирования спектра ЯМР, при размещении двух атомов меди в объёме кобальта (б)

Из приведённых выше рисунков можно видеть, что представленное внедрение двух атомов кобальта в медный слой даёт удовлетворительное совпадение модельного и экспериментального спектров ЯМР. Продолжим развитие модели посредством добавления третьего атома меди в атомный слой, где уже размещены два атома меди - рисунок 7.18(а) и сопоставим форму моделируемого спектра ЯМР с результатом обработки экспериментальных данных - рисунок 7.18(б):

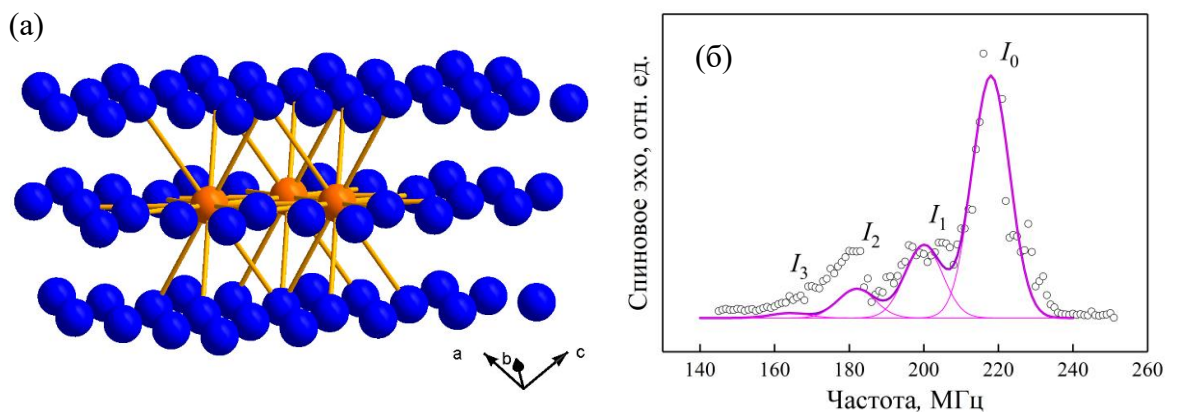


Рисунок 7.18 – Размещение трёх атомов меди в объёме кобальта (а). Результат моделирования спектра ЯМР при размещении трёх атомов меди в одном атомном слое в объёме кобальта (б)

Полученный спектр ЯМР в результате моделирования имеет лучшее совпадение с кривой, получившейся в ходе обработки экспериментальных данных. Теперь попробуем модифицировать форму внедрения: по-прежнему оно формируется из трёх атомов меди, но попробуем их разместить не в одном атомном слое, а в двух. Получившаяся конфигурация внедрения трёх атомов меди в кобальт приведена на рисунке 7.19(а), смоделированный спектр ЯМР – на рисунке 7.19(б):

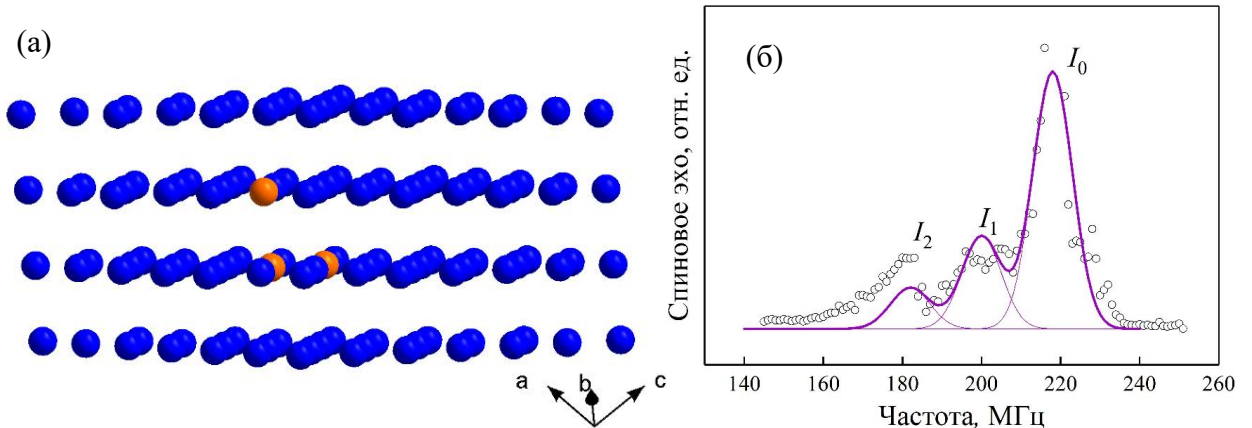


Рисунок 7.19 – Размещение трёх атомов меди в объёме кобальта в двух атомных слоях (а). Результат моделирования спектра ЯМР при размещении трёх атомов меди в двух атомных слоях в объёме кобальта (б)

Линия на 200 МГц имеет значительную интенсивность, попробуем ее уменьшить посредством увеличения объёма агломерации. Поскольку линии на частоте 164 МГц отсутствуют, то попробуем увеличить объём и площадь агломерации или, возможно, усложнить структуру внедрения – сделать неоднородные границы кластера. Визуализация внедрения приведена на рисунке 7.20(а), смоделированный спектр – на рисунке 7.20(б):

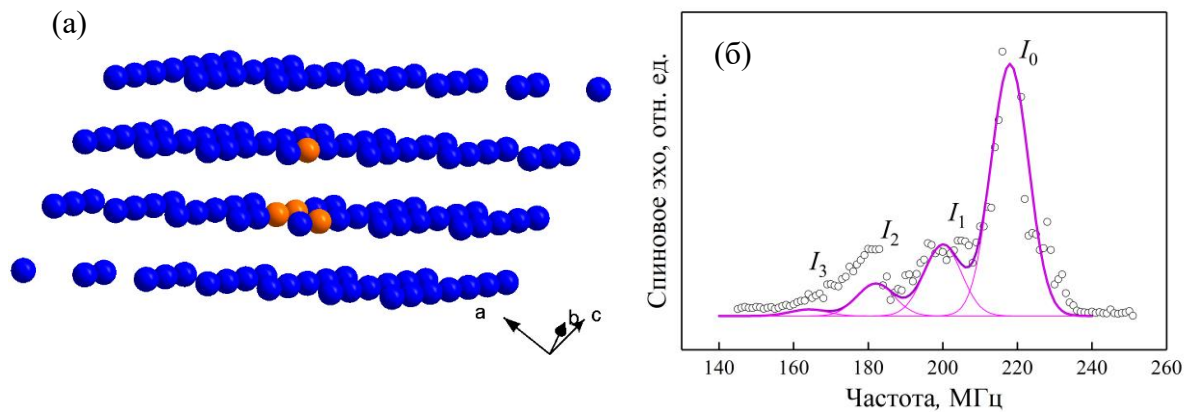


Рисунок 7.20 – Размещение четырёх атомов меди в объёме кобальта в двух атомных слоях (а). Результат моделирования спектра ЯМР при размещении четырёх атомов меди в объёме кобальта (б)

Интенсивность линии на частоте 200 МГц модельного спектра превышает интенсивность линии, полученной в результате обработки. Положительным моментом является увеличение интенсивности смоделированного спектра ЯМР на частоте 164 МГц. Увеличим агломерацию ещё на один атом и сделаем структуру внедрения более сложной. Визуализация получившегося внедрения приведена на рисунке 7.21(а), спектр ЯМР получившийся в результате моделирования показан на рисунке 7.21(б):

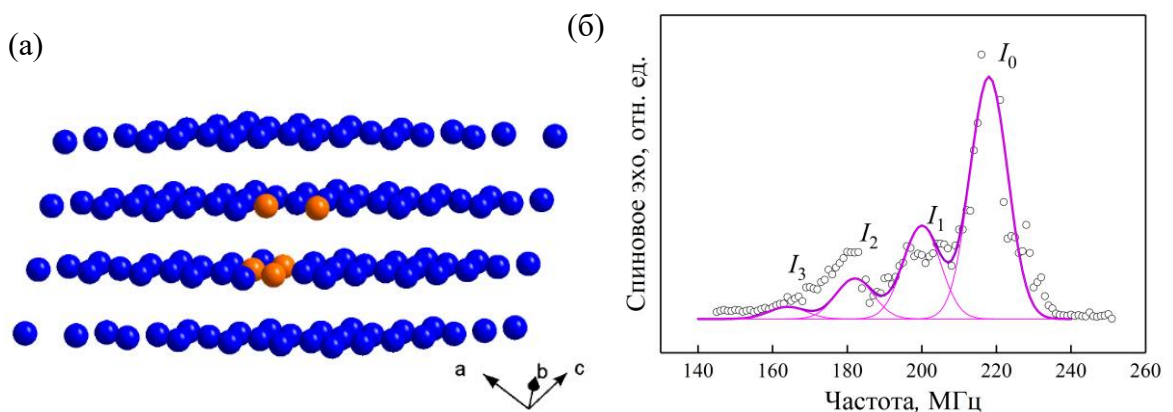


Рисунок 7.21 – Размещение пяти атомов меди в объёме кобальта в двух атомных слоях (а). Результат моделирования спектра ЯМР, при размещении пяти атомов меди в объёме кобальта (б).

Согласно оценке размера кластера из предыдущей главы, построим кластер меди, состоящий из 30 атомов, рисунок 7.22(а) и, соответствующий этому кластеру спектр ЯМР, рисунок 7.22(б):

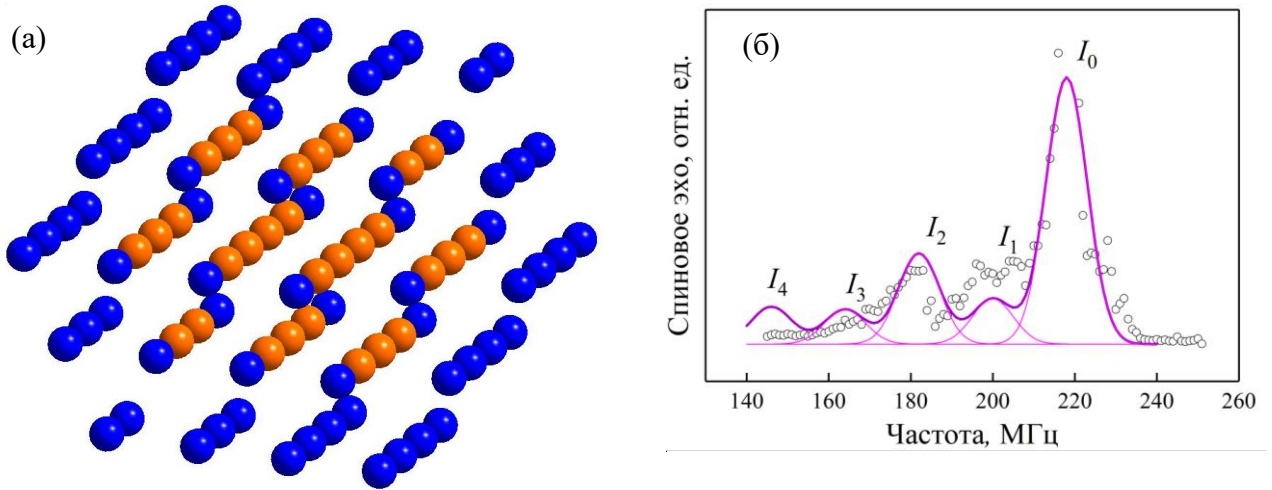


Рисунок 7.22 – Кластер меди в объёме кобальта, 30 атомов (а). Результат моделирования спектра ЯМР кластера меди в объёме кобальта (б).

Для более высокой степени совпадения экспериментального и теоретического спектров ЯМР уменьшим толщину кластера – рисунок 7.23:

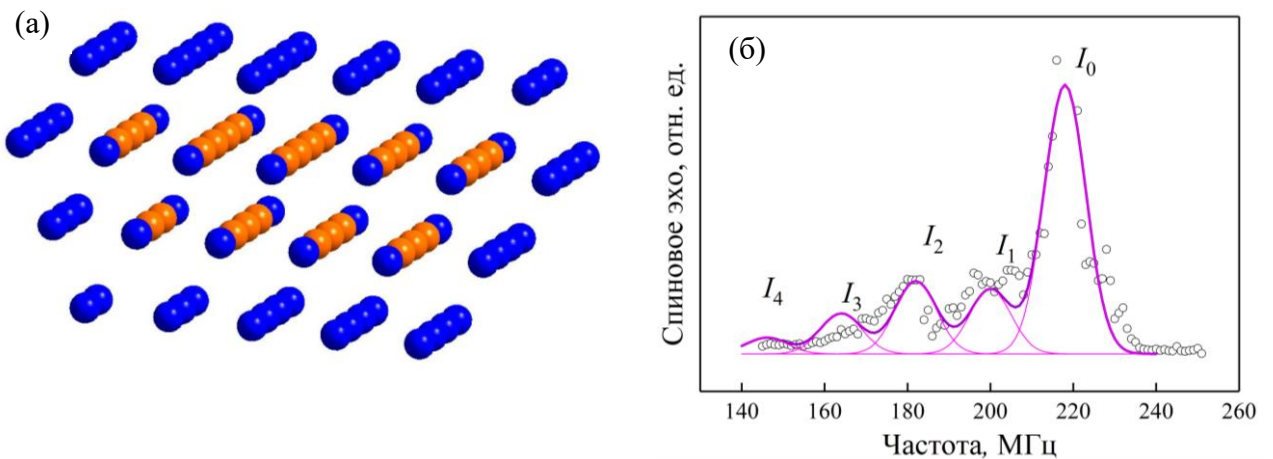


Рисунок 7.23 – Кластер меди в объёме кобальта, 28 атомов (а). Результат моделирования спектра ЯМР кластера меди в объёме кобальта (б).

Соответствие модельного и экспериментальных спектров можно считать отличным. Таким образом, была построена модель кластера меди в объёме кобальта в гомогенных нанопроволоках $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$.

7.6 Внедрение меди в кобальт в нанопроволоках Co/Cu

Настоящий раздел посвящён трёхмерному моделированию интерфейсов гетерогенных (слоевых) нанопроволок Co/Cu. Приведенные в главах 7.1 –7.4 модели, примененные к описанию интерфейсов в сверхрешетках CoCu, не описывают полученные спектры ЯМР на ядрах ^{59}Co в слоевых нанопроволоках Co/Cu. Поэтому в моделировании необходимо рассматривать более глубокое проникновение меди: проникновение меди в два и более слоев кобальта.

Рассмотрим межслойные границы, где внедрение атомов меди в объём кобальта имеет форму пирамиды (форма внедрения и соответствующий такому интерфейсу спектр ЯМР на ядре ^{59}Co представлены на рисунок 7.25 (а-б)), имеет форму глубиной в два атомных слоя (7.26 (а-б)), внедрение глубиной в три атомных слоя (7.27 (а-б)), внедрение глубиной в три и шириной в два атомных слоя (7.28 (а-б)).

При проникновении меди в кобальт в форме пирамиды (рисунок 7.25) на спектре ЯМР наблюдается избыточная интенсивность линии I_4 . Это связано с близким расположением атомов меди внедрения в первом атомном слое кобальта. Внедрение глубиной в два атомных слоя (цепочка) уменьшает площадь соприкосновения внедрения и области высокосовершенного интерфейса, рисунок 7.26. Такая форма приводит к уменьшению интенсивности резонансных как линии I_4 , так и линии I_2 . Увеличим глубину внедрения ещё на один атомный слой, рисунок 7.27. В случае внедрения глубиной в три атомных слоя в спектре ЯМР значительную интенсивность приобретает резонансная линия I_1 . Чтобы уменьшить её интенсивность, необходимо добавить по одному атому меди в ближайшее окружение атомов меди вдоль всей цепочки, рисунок 7.28 (а).

На рисунке 7.28 (б) можно увидеть, что модельный и экспериментальный спектры ЯМР уже имеют удовлетворительную степень совпадения. Интенсивность резонансной линии I_4 можно продолжать уменьшать посредством увеличения глубины внедрения – это уменьшит долю атомов меди, формирующих внедрение, в области границы раздела Co/Cu относительно атомов меди, формирующих внедрение в глубине кобальтового слоя нанопроволок. На рисунке 7.29 (а) показана структура внедрения глубиной четыре атомных слоя и шириной два атома. На рисунке 7.29 (б) приведён модельный спектр ЯМР имеющий высокую степень совпадения с экспериментальными данными.

В результате трёхмерного моделирования структуры интерфейсов и сопоставление его со спектрами ЯМР на ядрах ^{59}Co в слоевых нанопроволоках Co/Cu показало, что происходит проникновение меди в два и более слоев кобальта. Следовательно, шероховатость интерфейсов в НП Co/Cu превосходит шероховатость интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu.

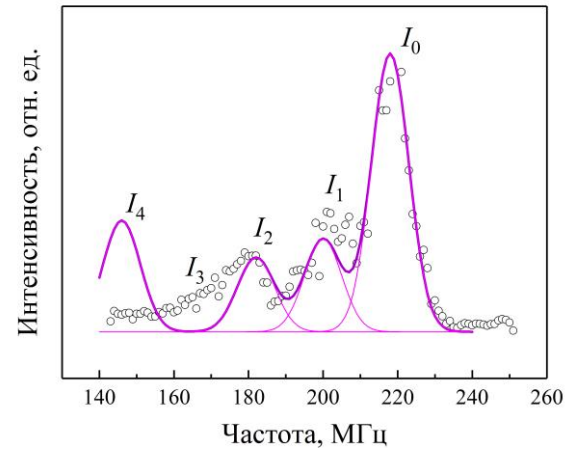
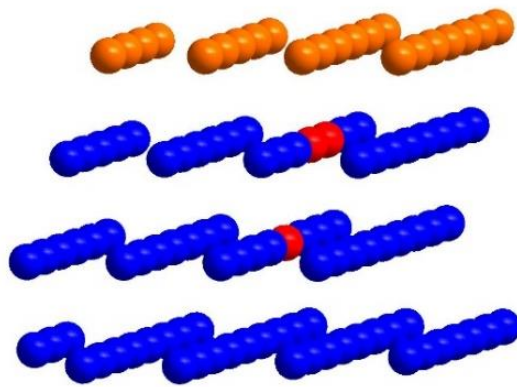


Рисунок 7.25 – Интерфейс нанопроволок Co/Cu, внедрение в форме пирамиды (а). Результат моделирования спектра ЯМР на ядре ^{59}Co (б)

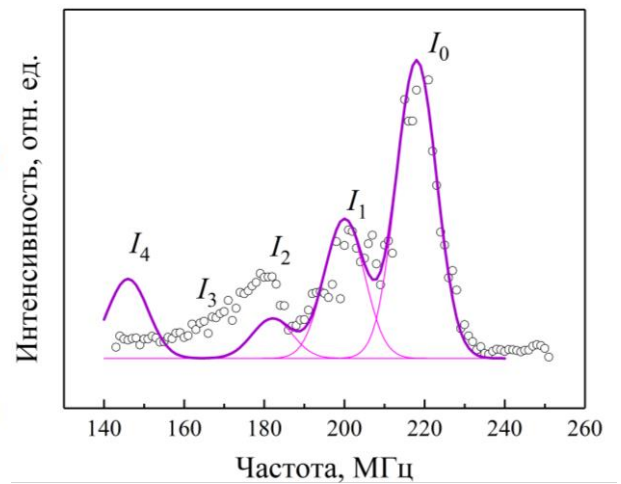
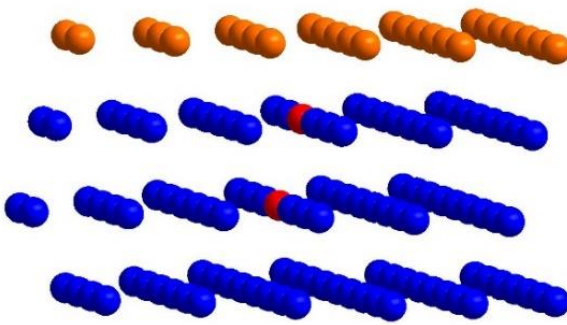


Рисунок 7.26 – Интерфейс нанопроволок Co/Cu, внедрение глубиной в два атомных слоя (а). Результат моделирования спектра ЯМР на ядре ^{59}Co (б)

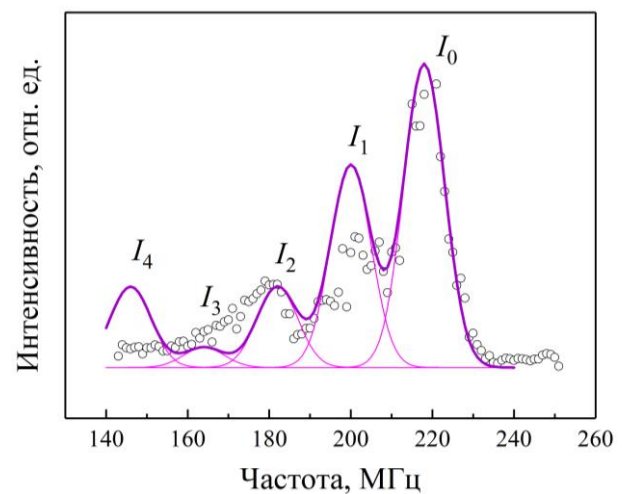
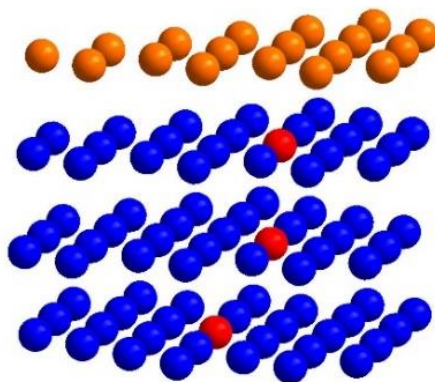


Рисунок 7.27 – Интерфейс нанопроволок Co/Cu, внедрение глубиной в три атомных слоя (а). Результат моделирования спектра ЯМР на ядре ^{59}Co (б)

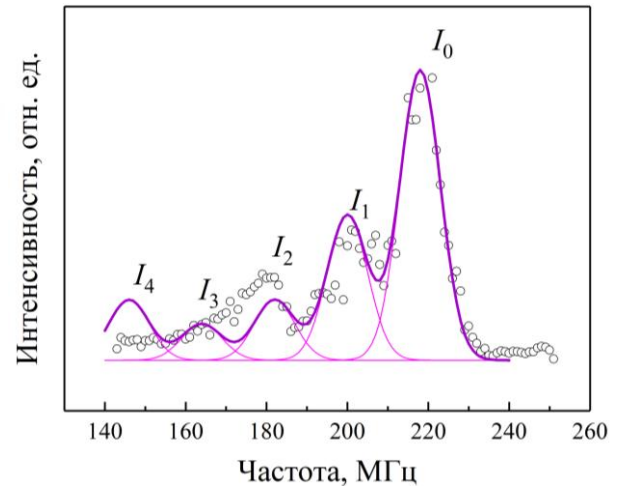
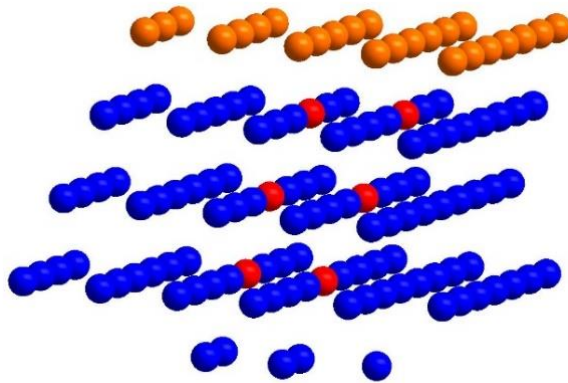


Рисунок 7.28 – Интерфейс нанопроволок Co/Cu, внедрение глубиной в три атомных слоя и шириной в два атома (а). Результат моделирования спектра ЯМР на ядре ^{59}Co (б)

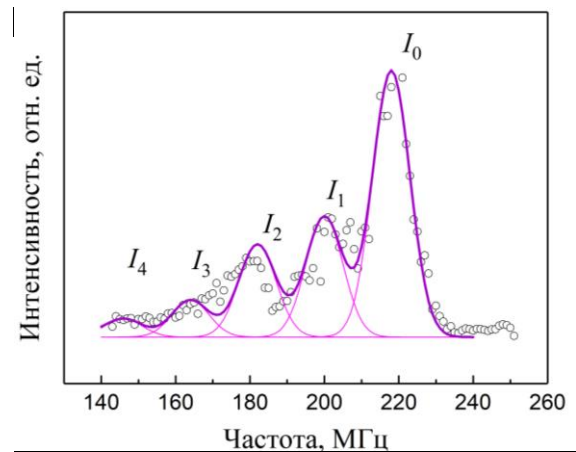
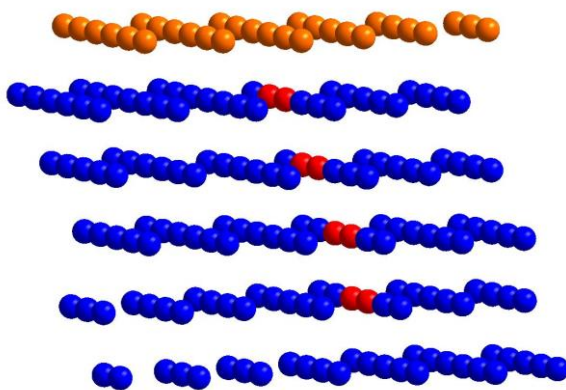


Рисунок 7.29 – Интерфейс нанопроволок Co/Cu, внедрение глубиной в четыре атомных слоя и шириной в два атома (а). Результат моделирования спектра ЯМР на ядре ^{59}Co (б)

Выводы по главе 7

В главе 7 впервые выполнено трёхмерное моделирование интерфейсов обменно-связанных многослойных структур Co/Cu и структуры гомогенных нанопроволок CoCu. В результате моделирования интерфейсов в атомном масштабе смоделированы спектры ЯМР. Эти модельные спектры использованы для сравнения с экспериментальными спектрами ЯМР сверхрешёток Co/Cu и нанопроволок Co/Cu, CoCu.

1. Построена модель внедрения меди в кобальт типа «остров» глубиной в один атомный слой. Показано, что введение неоднородной границы является необходимым для описания

исследуемых сверхрешёток. Построенная модель воспроизводит экспериментальный спектр ЯМР многослойной структуры стекло//RuCr(5нм)/[Co(1,5нм)/Cu(1нм)]₂₀/Cr(5нм);

2. Построена модель внедрения кобальта в медь типа «остров» глубиной в один атомный слой. Показано, что даже при агломерации в 39 атомов кобальта, внедрение кобальта в медный слой не приводит к изменению конфигурации спектра ЯМР на ядрах ⁵⁹Co. В низкочастотной части спектра возникают линии очень малой интенсивности;

3. Построена модель внедрения меди в кобальт типа «стена» глубиной в один атомный слой. Резонансные линии моделируемого спектра ЯМР на частотах 218, 200 и 182 МГц имеют достаточно хорошую степень совпадения с экспериментальным спектром ЯМР. В низкочастотной области спектра (146 и 128 МГц) возникают резонансные линии, отсутствующие на экспериментальном спектре. Это позволяет сделать вывод о том, что внедрения типа «стенка» не реализуются в исследуемых сверхрешётках;

4. Построена модель кластера меди в объёме кобальта в гомогенных нанопроволоках Co₈₀Cu₂₀. Построена модель интерфейса в гетерогенных нанопроволоках Co/Cu, показано что шероховатость интерфейсов гетерогенных нанопроволок превосходит шероховатость интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu.

Заключение

В диссертационной работе проведено исследование структурных особенностей межслойных границ в обменно-связанных сверхрешётках Co/Cu, структурных особенностей кобальтсодержащих нанопроволок. Построены трёхмерные модели интерфейсов сверхрешёток Co/Cu и гетерогенных нанопроволок Co/Cu. Для выполнения эксперимента создан датчик и реализована методика ядерного-магнитного резонанса для исследования кобальтсодержащих сверхрешёток и нанопроволок.

Обобщая полученный экспериментальный материал и результаты моделирования, можно выделить следующие основные результаты:

1. В сверхрешётках Co/Cu, при использовании буферного слоя Fe, увеличение числа пар слоёв выше десяти приводит к увеличению шероховатости межслойных границ, а также к увеличению числа атомов кобальта, локализованных в области межслойных границ, что коррелирует с величиной эффекта ГМС. Установлено, что при использовании буферного слоя $(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20})_{40}\text{Cr}_{60}$, увеличение числа бислоёв, до двадцати, не приводит к уменьшению доли высокосовершенных границ, что позволяет получить сверхрешётки Co/Cu с высокими значениями эффекта ГМС.

2. Увеличение толщины медного слоя приводит к увеличению шероховатости и уменьшению доли высокосовершенных границ; Показано, что при увеличении температуры отжига происходит увеличение шероховатости интерфейсов, доля высокосовершенных интерфейсов уменьшается.

3. В нанопроволоках из чистого кобальта формируются две фазы кобальта: ГЦК и ГПУ. В нанопроволоках $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$ доминирует фаза ГЦК. Рассчитано, что в нанопроволоках $\text{Co}_{80}\text{Cu}_{20}$, в объёме кобальта, формируются кластеры меди агломерацией около 30 атомов.

4. Для описания экспериментальных спектров ЯМР построена трёхмерная модель межслойных границ сверхрешёток Co/Cu. В рамках данной модели показано, что введение неоднородной границы внедрения островного типа глубиной в один атомный слой является необходимым для описания исследуемых сверхрешёток. Построена трёхмерная модель кластера меди в нанопроволоках CoCu, которая позволила интерпретировать экспериментальные спектры ЯМР. Построена трёхмерная модель интерфейсов в гетерогенных нанопроволоках Co/Cu. Показано, что шероховатость интерфейсов нанопроволок Co/Cu превосходит шероховатость интерфейсов в сверхрешётках Co/Cu.

Список работ автора

- A1** Interface structure and magnetoresistance studies of $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$ superlattices by means of NMR and TEM / S. A. Chuprakov, T. P. Krinitsina, N. S. Bannikova, I. V. Blinov, S. V. Verkhovskii, M. A. Milyaev, V. V. Popov, V. V. Ustinov. – Текст : непосредственный // Solid State Phenomena. 2014. – Т. 215. – С. 358–363.
- A2** Исследование интерфейсов многослойных структур Co/Cu методом ядерного магнитного резонанса / С. А. Чупраков, Н. С. Банникова, И. В. Блинов, Т. П. Криницина, М. А. Миляев, В. В. Попов, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2015. – Т. 116, № 2. – С. 145-149.
- A3** Исследование структуры межслойных границ в сверхрешётках $[\text{Co}/\text{Cu}]_{10}$ методами ЯМР и рентгеновской рефлектометрии / С. А. Чупраков, Н. С. Банникова, И. В. Блинов, Т. П. Криницина, М. А. Миляев, В. В. Попов, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2016. – Т. 117, № 12. – С. 1241–1246.
- A4** Nuclear magnetic resonance and X-ray reflectometry of Co/Cu superlattices / S. Chuprakov, N. Bannikova, I. Blinov, T. Krinitsina, M. Milyaev, V. Popov, V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Applied Magnetic Resonance. – 2019. – Т. 50, № 1. – С. 415-423.
- A5** Влияние состояния интерфейсов на магниторезистивные свойства сверхрешёток Co/Cu / С. А. Чупраков, Н. С. Банникова, И. В. Блинов, Т. П. Криницина, М. А. Миляев, В. В. Попов, М. В. Рябухина, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2018. – Т. 119, № 4. – С. 327-333.
- A6** Исследование кобальтсодержащих нанопроволок различных типов методом ЯМР / С. А. Чупраков, И. В. Блинов, Д.Л. Загорский, Д.А. Черкасов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2021. – Т. 122, № 9. – С. 933–939.
- A7** Особенности синтеза, структура, магнитометрия и ЯМР-спектроскопия нанопроволок различных типов / Д. Л. Загорский, И. М. Долуденко, Р. И. Хайбуллин, С. А. Чупраков, А. А. Гиппиус, С. В. Журенко, А. В. Ткачев, Д. А. Черкасов, О. М. Жигалина, Д. Н. Хмеленин, В. М. Каневский, А. Э. Муслимов, Д. В. Панов, И. В. Блинов. – Текст: непосредственный // Физика твёрдого тела. – 2022. – Т. 64. – С. 1153–1161.
- A8** Effect of State of Interface Boundaries on the Magnetoresistive Properties of Layered Co/Cu Nanostructures / S. A. Chuprakov, N. S. Bannikova, I. V. Blinov, M. A. Milyaev, V. V. Oglolichiev, V. V. Popov, V. V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Applied Magnetic Resonance. – 2022. – V. 53. –P. 1621–1632.
- A9** Исследование сверхрешёток $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$ методом ЯМР / С.А. Чупраков, И.В. Блинов, В.В. Оглобличев // XIII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-13), Екатеринбург, 7-14 ноября, 2012: тезисы докладов. – Екатеринбург : ИФМ УрО РАН.- 74 с.
- A10** Interface structure and magnetoresistance studies of $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$ superlattices by means of MNR and TEM / S.A. Chuprakov, T.P. Krinitsina, N.S. Bannikova, I.V. Blinov, N.A. Milyaev, V.V. Popov, V.V. Ustinov // V Euro-Asian Symposium «Trends in MAGnetism:Nanomagnetism»(EASTMAG-2013). – Vladivostok, 15-21 сентября, 2013: тезисы докладов. – Владивосток: ДВФУ. – 280 с.

- A11** TEM and NMR studies of layer and interface structure of $[\text{Co}/\text{Cu}]_n$ superlattices / N.S. Bannikova, S.A. Chuprakov, T.P. Krinitsina, I.V. Blinov, V.V. Popov, V.V. Ustinov // 8-th International Symposium on Metallic Multilayers (MML 2013). – Kyoto, 19-24 мая, 2013: программа и сборник тезисов. – Kyoto, Japan: – 310 с.
- A12** Nanostructure of Interfaces and Giant Magnetoresistance of Co/Cu Superlattices / S.A. Chuprakov, T.P. Krinitsina, N.S. Bannikova, I.V. Blinov, M.A. Milyaev, V.V. Popov, V.V. Ustinov // International Conference «Nanotech.Advanced Materials & Application» (Nanotech-2014) – Washington, DC, USA, 15-19 июня: материалы конференции. – Washington: TechConnect, 2014. – стр. 466-469.
- A13** Исследование интерфейсов многослойных структур Co/Cu методом ядерного магнитного резонанса / С.А. Чупраков, Н.С. Банникова, И.В. Блинов // XV Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-15), Екатеринбург, 13-20 ноября, 2014: тезисы докладов. – Екатеринбург: ИФМ УрО РАН. – 245 с.
- A14** NMR Investigation of Interfaces in $[\text{Co}/\text{Cu}]_{10}$ Superlattices with Varying Cu Thickness / S.A. Chuprakov, T.P. Krinitsina, N.S. Bannikova, I.V. Blinov, M.A. Milyaev, V.V. Popov, V.V. Ustinov // 2-International Conference on Nanomagnetism and Spintronics (RTNSA-2015), Ordizia, 30 июня-3 июля, 2015. На съёмном носителе.- 0 с.
- A15** Изучение состояния интерфейсов в сверхрешетках $[\text{Co}/\text{Cu}]_{10}$ методами ЯМР и рентгеновской рефлектометрии / С.А. Чупраков, Н.С. Банникова, И.В. Блинов, М.В. Рябухина // XVII Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества (СПФКС-17), Екатеринбург, 15-22 ноября, 2016: тезисы докладов. – Екатеринбург: ИФМ УрО РАН. – 80 с.
- A16** Spin-dependent interface scattering contribution to the GMR of Co/Cu superlattices with varying interlayer structure / S.Chuprakov, T.Krinitsina, N.Bannikova, I.Blinov, M.Milyaev, V.Popov, V.Ustinov // International Conference on Magnetism and Spintronics (Sol-SkyMag 2017), San Sebastian, 19-23 июня, 2017: тезисы докладов. – На съёмном носителе. – 70 с.
- A17** Effect of interface state on magnetoresistive properties of Co/Cu-based superlattices / S.A.Chuprakov, I.V.Blinov, T.P.Krinitsina, M.A.Milyaev, V.V.Popov // Moscow International Symposium on Magnetism (MISM-2017), Moscow, 1-5 июля, 2017: тезисы докладов. – Moscow: Lomonosov Moscow State Univ. – 153 с.
- A18** NMR studies of interlayer boundaries in Co/Cu superlattices / V.V.Popov, N.S.Bannikova, I.V.Blinov, S.A.Chuprakov, T.P.Krinitsina, M.A.Milyaev, V.V.Ustinov // VII Euro-Asian Symp. «Trends in MAGnetism» (EASTMAG-2019), Ekaterinburg, 8-13 сентября, 2019: M.N. Miheev Institute of Metal Physics UB RAS. – 63 с.
- A19** Особенности синтеза, структура, магнитометрия и ЯМР-спектроскопия нанопроволок различных типов / Д.Загорский, И.Долуденко, Р.Хайбуллин, С.Чупраков, С.Чигарев, Е.Вилков, А.Гиппиус, С.Журенко, О.Жигалина, Д.Черкасов, В.Каневский, И.Блинов // XXVI Международный симпозиум «Нанозифика и наноэлектроника», Нижний Новгород, 14-17 марта, 2022. – 246 с.

Список литературы

1. **Ферт, А.** Происхождение, развитие и перспективы спинтроники / А. Ферт. – Текст: непосредственный // Успехи физических наук. – 2008. – Т. 178, № 12. – С. 1336-1348.
2. **Касаткин, С. И.** Многослойные тонкопленочные магниторезистивные элементы / С. И. Касаткин, Васильева Н.П., Муравьев А.М. – Тула : Институт проблем управления РАН, 2001. – 188 с. – ISBN 5-8125-0098-3. – Текст: непосредственный.
3. **Tumanski, S.** Thin Film Magnetoresistive Sensors / S. Tumanski. – Boca Raton : CRC Press, 2001. – 576 с. – ISBN 9780750307024. – Текст: непосредственный.
4. Coehoorn, R. Composition dependence of the magnetoresistance and the oscillatory exchange interaction in Fe-Co-Ni/Cu (fcc, 100) multilayers / R.Coehoorn, J.P.W.B.Duchateau. – Текст: непосредственный // J. Magn. Magn. Mater. – 1993. – V.123. – P.390–393.
5. Advantages of using $\text{Cu}_{1-x}\text{In}_x$ alloys as spacers in GMR multilayers / M. A. Milyaev, L. I. Naumova, V. V. Proglyado, A. Y. Pavlova, M. V. Makarova, E. I. Patrakov, N. P. Glazunov, V. V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Journal of Alloys and Compounds. – 2022. – Т. 917. – С. 165512.
6. Effective Co-rich ternary CoFeNi alloys for spintronics application / M. A. Milyaev, N. S. Bannikova, L. I. Naumova, V. V. Proglyado, E. I. Patrakov, N. P. Glazunov, V. V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Journal of Alloys and Compounds. – 2021. – Т. 854. – С. 157171.
7. Giant Magnetoresistance: Basic Concepts, Microstructure, Magnetic Interactions and Applications / I. Ennen, D. Kappe, T. Rempel, C. Glenske, A. Hütten. – Текст: непосредственный // Sensors. – 2016. – Т. 16, № 6. – С. 904.
8. **Reig, C.** Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors From Basis to State-of-the-Art Applications. Smart Sensors, Measurement and Instrumentation. Volume 6. / C. Reig, Cardoso S., Mukhopadhyay S. C. – Berlin : Springer-Verlag, 2013. – 301 с. ISBN 978-3-642-37171-4. – Текст: непосредственный.
9. Magnetoresistive Sensor Development Roadmap (Non-Recording Applications) / C. Zheng, K. Zhu, S. C. d. Freitas, J. Y. Chang, J. E. Davies, P. Eames, P. P. Freitas, O. Kazakova, C. Kim, C. W. Leung, S. H. Liou, A. Ognev, S. N. Piramanayagam, P. Ripka, A. Samardak, K. H. Shin, S. Y. Tong, M. J. Tung, S. X. Wang, S. Xue, X. Yin, P. W. T. Pong. – Текст: непосредственный // IEEE Transactions on Magnetism. – 2019. – Т. 55, № 4. – С. 1-30.
10. **Vovk, V.** Thermal stability of a Co/Cu giant magnetoresistance (GMR) multilayer system / V. Vovk, G. Schmitz. – Текст: непосредственный // Ultramicroscopy. – 2009. – Т. 109. – С. 637-643.
11. Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange / G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, W. Zinn. – Текст: непосредственный // Physical Review B. – 1989. – Т. 39, № 7. – С. 4828-4830.

12. Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices / M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. N. Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas. – Текст: непосредственный // *Physical Review Letters*. – 1988. – Т. 61, № 21. – С. 2472-2475.
13. **Grünberg, P.** Layered magnetic structures in research and application / P. Grünberg. – Текст: непосредственный // *Acta Materialia*. – 2000. – Т. 48, № 1. – С. 239-251.
14. Effect of Interface Roughness on GMR in Fe/Cr Multilayers / A. Gupta, A. Paul, S. M. Chaudhari, D. M. Phase. – Текст: непосредственный // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 2000. – Т. 69, № 7. – С. 2182-2187.
15. Effect of interface structure correlation on magnetoresistance of Fe/Cr multilayers / A. Paul, A. Gupta, S. M. Chaudhari, D. M. Phase. – Текст: непосредственный // *Vacuum*. – 2001. – Т. 60, № 4. – С. 401-405.
16. Effect of interface structure on magnetic and magnetoresistive properties of Fe/Cr multilayers / V. V. Ustinov, L. N. Romashev, T. P. Krinitsina, E. A. Kravtsov, M. A. Milyaev, A. V. Semerikov, V. A. Tsurin, N. V. Kourtina. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2002. – Т. 240, № 1. – С. 511-513.
17. Мессбауэровское исследование процесса формирования слоев Fe в сверхрешетках Fe/Cr / В. А. Цурин, Л. Н. Ромашев, В. В. Устинов, А. П. Танкеев, В. В. Овчинников. – Текст: непосредственный // *Письма в ЖТФ*. – 2009. – Т. 35, № 3. – С. 74-81.
18. **Цурин, В.А.** Мессбауэровское исследование пространственной дисперсии намагниченности интерфейсов сверхрешеток Fe/Cr / В.А. Цурин, Л.Н. Ромашев, В.В. Устинов – Текст: непосредственный // *Известия Академии наук. Серия физическая*. – 2010. – Т. 74, № 3. – С. 382-387.
19. Exafs Study of Co/Cu Multilayers: Mbe Versus Sputtered / C. L. Foiles, M. R. Franklin, R. Loloee, R. Clarke, T. I. Morrison. – Текст: непосредственный // *MRS Online Proceedings Library (OPL)*. – 1994. – Т. 375. – С. 207.
20. XAFS studies of the behaviour of Bi in Co/Cu multilayers / M. Krupiński, M. Kas, A. Polit, Y. Zabala, D. Zajac, M. Marszalek, C. Kapusta, A. Dobrowolska. – Текст: непосредственный // *Acta Physica Polonica Series a*. – 2009. – Т. 115. – С. 565.
21. Investigation of ion beam deposited spin valve interface structure by ^{59}Co nuclear magnetic resonance / E. Jędryka, W. E. Bailey, M. Wójcik, S. Nadolski, S. X. Wang. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 1999. – Т. 85, № 8. – С. 4439-4441.
22. Исследование тонких пленок неоднородных сплавов Co-Cu методами ЯМР / Д. Халяпин, Мальцев, В., Ким П., Турпанов И., Бетенькова А. – Текст: непосредственный // *Журнал СФУ. Математика и физика*. – 2010. – Т. 3, № 1. – С. 70-77.

23. Microscopic evidence for pseudo-epitaxy in FCC (100) Co/Cu multilayers / F. Giron, P. Boher, K. L. Dang, P. Veillet. – Текст: непосредственный // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 1992. – Т. 4, № 31. – С. L425-L428.
24. **Me'ny, C.** Structural study of cobalt-copper multilayers by NMR / C. Me'ny, P. Panissod, R. Loloee. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1992. – Т. 45, № 21. – С. 12269-12277.
25. **Suzuki, Y.** NMR study of fcc Co/Cu(100) and (111) artificial superlattices / Y. Suzuki, T. Katayama, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1992. – Т. 104-107. – С. 1843-1844.
26. Influence of crystal structure on the magnetoresistance of Co/Cu multilayers / K. Le Dang, P. Veillet, E. Vélú, S. S. P. Parkin, C. Chappert. – Текст: непосредственный // *Applied Physics Letters*. – 1993. – Т. 63, № 1. – С. 108-110.
27. The critical thickness of Fe buffer layer in giant magnetoresistance of Co/Cu superlattices / M. Suzuki, Y. Taga, A. Goto, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 126, № 1. – С. 495-497.
28. **Thomson, T.** Interfacial quality and giant magnetoresistance in MBE-grown Co/Cu(111) superlattices / T. Thomson, P. C. Riedi, D. Greig. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1994. – Т. 50, № 14. – С. 10319-10322.
29. Correlation of magnetotransport and structure in sputtered Co/Cu multilayers / A. Paul, T. Damm, D. E. Bergler, S. Stein, H. Kohlstedt, P. Grunberg. – Текст: непосредственный // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 2003. – Т. 15, № 17. – С. 2471-2491.
30. **Mathon, J.** Ab initio calculation of the perpendicular giant magnetoresistance of finite Co/Cu(001) and Fe/Cr(001) superlattices with fluctuating layer thicknesses / J. Mathon. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1997. – Т. 55, № 2. – С. 960-969.
31. Nanostructure of Co/Cu multilayers / H. A. M. de Gronckel, K. Kopinga, W. J. M. de Jonge, P. Panissod, J. P. Schillé, F. J. A. den Broeder. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1991. – Т. 44, № 16. – С. 9100-9103.
32. NMR and magnetization studies of Co/Cu superlattices / K. Le Dang, P. Veillet, P. Beauvillain, C. Chappert, H. He, F. J. Lamelas, C. H. Lee, R. Clarke. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1991. – Т. 43, № 16. – С. 13228-13231.
33. Interface Structure and Magnetic and Transport Properties for Co/Cu(111) Multilayers / Y. Saito, K. Inomata, M. Nawate, H. Shigeo, A. Goto, Y. Hiroshi. – Текст: непосредственный // *Japanese Journal of Applied Physics*. – 1995. – Т. 34, № Part 1, No. 6A. – С. 3088-3092.

34. **Thomson, T.** ^{59}Co nuclear magnetic resonance studies of the effect of annealing molecular beam epitaxy grown Co/Cu(111) multilayers / T. Thomson, P. C. Riedi, B. J. Hickey. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 1996. – Т. 79, № 8. – С. 5119-5121.
35. NMR study of copper in [Ni/Cu], [Co/Cu] magnetic superlattices synthesized by the ion beam sputtering method / A. Goto, H. Yasuoka, K. Takanashi, K. Saito, H. Fujimori. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 126, № 1. – С. 358-360.
36. Correlation between the Magnetoresistance Ratio and the Interface Structure, and Local Strain of Co/Cu Superlattices Investigated by ^{59}Co NMR / Y. Saito, K. Inomata, A. Goto, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1993. – Т. 62, № 5. – С. 1450-1454.
37. Correlation between the magnetoresistance ratio and the interface structure investigated by ^{59}Co NMR / Y. Saito, K. Inomata, A. Goto, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 126, № 1. – С. 466-469.
38. hcp-to-fcc stacking switch in thin cobalt films induced by Cu capping / C. Rath, J. Prieto, S. Müller, R. Miranda, K. Heinz. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1997. – Т. 55, № 16. – С. 10791.
39. New phases and chemical short range order in co-deposited CoFe thin films with bcc structure: an NMR study / M. Wojcik, J. P. Jay, P. Panissod, E. Jedryka, J. Dekoster, G. Langouche. – Текст: непосредственный // *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*. – 1997. – Т. 103, № 1. – С. 5-12.
40. **Федосюк, В.** Исследование перехода от мультислойных пленок к гранулированным в системе кобальт–медь / В. Федосюк, Х. Ривас, О. Касютич. – Текст: непосредственный // *Журнал технической физики*. – 1997. – Т. 67, № 12. – С. 89-91.
41. Layered magnetic structures: Evidence for antiferromagnetic coupling of Fe layers across Cr interlayers / P. Grunberg, R. Schreiber, Y. Pang, U. Walz, M. Brodsky, H. Sowers. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 1987. – Т. 61. – С. 3750-3752.
42. **Никитин, С.А.** Гигантское магнитосопротивление / С.А. Никитин – Текст: непосредственный // *Соросовский образовательный журнал*. – 2004. – Т. 8, № 2. – С. 92-98.
43. **Parkin, S. S. P.** Giant magnetoresistance in antiferromagnetic Co/Cu multilayers / S. S. P. Parkin, Z. G. Li, D. J. Smith. – Текст: непосредственный // *Applied Physics Letters*. – 1991. – Т. 58, № 23. – С. 2710-2712.
44. **Parkin, S. S. P.** Oscillations in exchange coupling and magnetoresistance in metallic superlattice structures: Co/Ru, Co/Cr, and Fe/Cr / S. S. P. Parkin, N. More, K. P. Roche. – Текст: непосредственный // *Physical Review Letters*. – 1990. – Т. 64, № 19. – С. 2304-2307.

45. Giant magnetoresistance in Ag/Ni superlattices / B. Rodmacq, B. George, M. Vaezzadeh, P. Mangin. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1992. – Т. 46, № 2. – С. 1206-1208.
46. **White, R. L.** Giant magnetoresistance materials and their potential as read head sensors / R. L. White. – Текст: непосредственный // *IEEE Transactions on Magnetics*. – 1994. – Т. 30, № 2. – С. 346-352.
47. Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers / P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, H. Sowers. – Текст: непосредственный // *Physical Review Letters*. – 1986. – Т. 57, № 19. – С. 2442-2445.
48. Dominant role of the size effect for saturation resistivity and giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers / D. Elefant, D. Tietjen, L. van Loyen, I. Moench, C. M. Schneider. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 2001. – Т. 89, № 11. – С. 7118-7120.
49. Giant magnetoresistance and oscillatory exchange coupling in disordered Co/Cu multilayers / C. H. Marrows, N. Wisser, B. J. Hickey, T. P. A. Hase, B. K. Tanner. – Текст: непосредственный // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 1999. – Т. 11, № 1. – С. 81-88.
50. Contactless magnetoresistance studies of Co/Cu multilayers using the infrared magnetorefractive effect / M. Vopsaroiu, D. Bozec, J. A. D. Matthew, S. M. Thompson, C. H. Marrows, M. Perez. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 2004. – Т. 70, № 21. – С. 214423.
51. **Meaden T.G.** Electrical resistance of metals / T.G. Meaden. – New York : Springer, 1965. – 218 с. – ISBN 978-1-4899-5719-1. – Текст: непосредственный.
52. Method of the reflections function in the X-ray reflectometry study of multilayers / N. V. Kourtina, E. A. Kravtsov, V. V. Ustinov. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2002. – Т. 240, № 1. – С. 494-496.
53. Structure of Co layers in Co/Cu multilayers at the first antiferromagnetic maximum studied by nuclear magnetic resonance / E. Jędryka, M. Wójcik, S. Nadolski, D. J. Kubinski, H. Holloway, P. Panissod. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 1997. – Т. 81, № 8. – С. 4776-4778.
54. NMR study of interface structure in epitaxial Co-Cu superlattices / K. Le Dang, P. Veillet, H. Hui, F. J. Lamelas, C. H. Lee, R. Clarke. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1990. – Т. 41, № 18. – С. 12902-12904.
55. Correlation between the interface structure and magnetic and transport properties for Co/Cu(110) and $\text{Ni}_8\text{Fe}_2/\text{Cu}/\text{Co}/\text{Cu}(110)$ superlattices / Y. Saito, K. Inomata, K. Yusu, A. Goto, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1995. – Т. 52, № 9. – С. 6500-6512.

56. X-ray diffraction and NMR study on the structure of Co/Cu superlattices with artificially modified interfaces / M. Suzuki, Y. Taga, A. Goto, H. Yasuoka. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1994. – Т. 50, № 24. – С. 18580-18585.
57. **Thomson, T.** NMR studies of interfaces, strain and anisotropy in Co/Cu multilayers / T. Thomson, P. C. Riedi. – Текст: непосредственный // *Hyperfine Interactions*. – 1999. – Т. 120, № 1. – С. 23-30.
58. **Riedi P.C.** Chapter 2 NMR of thin magnetic films and superlattices / P. C. Riedi, T. Thomson, G. J. Tomka. – Amsterdam : Elsevier, 1999. – 97-258 с. – ISBN 978-0-444-50249-0. – Текст: непосредственный.
59. **Guo, G. Y.** First-principles study of the magnetic hyperfine field in Fe and Co multilayers / G. Y. Guo, H. Ebert. – Текст: непосредственный // *Physical Review B*. – 1996. – Т. 53, № 5. – С. 2492-2503.
60. **Ebert, H.** A fully relativistic description of the hyperfine interaction in magnetic systems / H. Ebert, P. Strange, B. L. Gyorffy. – Текст: непосредственный // *Hyperfine Interactions*. – 1989. – Т. 51, № 1. – С. 929-932.
61. **Ebert, H.** Consequences of relativity for the hyperfine interactions — with applications to transition metals / H. Ebert, H. Akai. – Текст: непосредственный // *Hyperfine Interactions*. – 1993. – Т. 78, № 1. – С. 361-375.
62. ^{59}Co NMR investigations of sputtered Co/Cu (100) and (111) multilayers / T. Thomson, P. C. Riedi, C. Morawe, H. Zabel. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1996. – Т. 156, № 1. – С. 89-90.
63. The Co Nuclear Magnetic Resonance in Hexagonal Cobalt / M. Kawakami, T. Hihara, Y. Kōi, T. Wakiyama. – Текст: непосредственный // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1972. – Т. 33, № 6. – С. 1591-1598.
64. **Riedi, P. C.** Satellite Lines in the ^{59}Co Resonance in Cobalt-Nickel Alloys / P. C. Riedi, R. G. Scurlock. – Текст: непосредственный // . – 1968. – Т. 39, № 2. – С. 1241-1242.
65. **Riedi, P.** Oscillatory spin echo decay in hexagonal close packed cobalt / P. Riedi, R. J. P. L. A. Scurlock. – Текст: непосредственный // . – 1967. – Т. 24, № 1. – С. 42-43.
66. **Kubo, H.** NMR study of amorphous cobalt alloys made by sputtering / H. Kubo, I. Koike. – Текст: непосредственный // *Hyperfine Interactions*. – 1989. – Т. 51, № 1. – С. 1069-1069.
67. NMR study of ^{59}Co in [Cu/Co/Cu/NiFe] superlattices / H. Nakamura, T. Suzuki, M. Shiga, H. Yamamoto, T. Shinjo. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 126, № 1. – С. 364-366.

68. NMR study of the structural properties of electrodeposited Co/Cu multilayers / E. A. M. van Alphen, A. H. J. Colaris, S. K. J. Lenczowski, C. Schönenberger, W. J. M. de Jonge. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1996. – Т. 156, № 1. – С. 29-30.
69. Correlation between giant magnetoresistance and the microstructure of [Ni₈₀Fe₂₀/Cu/Co] multilayers / T. Valet, P. Galtier, J. C. Jacquet, C. Mény, P. Panissod. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 121, № 1. – С. 402-405.
70. **Meny, C.** Satellite structure of ⁵⁹Co NMR spectra in some Co alloys / C. Meny, E. Jedryka, P. Panissod. – Текст: непосредственный // *Journal of Physics: Condensed Matter*. – 1993. – Т. 5, № 10. – С. 1547-1556.
71. NMR studies of ⁵⁹Co in Cu/Co/Cu(111) trilayer systems grown by MBE / T. Thomson, P. C. Riedi, K. Bröhl, P. Bödeker. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1995. – Т. 148, № 1. – С. 34-35.
72. **Panissod, P.** NMR investigations of the nanostructure of ... /Cu/Co/Cu/ ... layers / P. Panissod, C. Mény. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 126, № 1. – С. 16-18.
73. **Inomata, K.** Giant magnetoresistance with low saturation fields in Co-Fe/Cu and Ni₈₀Fe₂₀/Cu multilayers induced by optimized Ar acceleration voltage in ion beam sputtering / K. Inomata, Y. Saito, S. Hashimoto. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1993. – Т. 121, № 1. – С. 350-356.
74. **Laidler, H.** Spin-dependent scattering in the nonmagnetic layers of annealed Co/Cu multilayers / H. Laidler, B. J. Hickey. – Текст: непосредственный // *Journal of Applied Physics*. – 1996. – Т. 79, № 8. – С. 6250-6252.
75. **Martin, C. R. J. S.** Nanomaterials: a membrane-based synthetic approach / C. R. J. S. Martin. – Текст: непосредственный // *Science*. – 1994. – Т. 266, № 5193. – С. 1961-1966.
76. **Masuda, H.** Ordered metal nanohole arrays made by a two-step replication of honeycomb structures of anodic alumina / H. Masuda, K. J. s. Fukuda. – Текст: непосредственный // . – 1995. – Т. 268, № 5216. – С. 1466-1468.
77. Giant magnetoresistance in magnetic multilayered nanowires / L. Piraux, J. M. George, J. F. Despres, C. Leroy, E. Ferain, R. Legras, K. Ounadjela, A. Fert. – Текст: непосредственный // *Applied Physics Letters*. – 1994. – Т. 65, № 19. – С. 2484-2486.
78. **Blondel, A.** Comparative study of the magnetoresistance of electrodeposited Co/Cu multilayered nanowires made by single and dual bath techniques / A. Blondel, B. Doudin, J. P. Ansermet. – Текст: непосредственный // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1997. – Т. 165, № 1. – С. 34-37.

79. Probing magnetic configurations in Co/Cu multilayered nanowires / J. Wong, P. Greene, R. K. Dumas, K. Liu. – Текст: непосредственный // Applied Physics Letters. – 2009. – Т. 94, № 3. – С. 032504.
80. **Fert, A.** Magnetic nanowires / A. Fert, M. Piraux. – Текст: непосредственный // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – Т. 200, № 1-3. – С. 338-358.
81. Modulated magnetic nanowires for controlling domain wall motion: toward 3D magnetic memories / Y. P. Ivanov, A. Chuvilin, S. Lopatin, J. J. A. n. Kosel. – Текст: непосредственный // . – 2016. – Т. 10, № 5. – С. 5326-5332.
82. Formation of Nanowires of Various Types in the Process of Galvanic Deposition of Iron Group Metals into the Pores of a Track Membrane / D. Zagorskiy, I. Doludenko, O. Zhigalina, D. Khmelenin, V. Kanevskiy. – Текст: непосредственный // Membranes. – 2022. – Т. 12.
83. The Obtaining, Microscopy, and Properties of FeCo and FeNi Alloy Nanowires / D. Zagorskiy, I. Doludenko, V. Kanevsky, A. Gilimyanova, V. Menushenkov, E. Savchenko. – Текст: непосредственный // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2021. – Т. 85, № 8. – С. 848-853.
84. Структура и магнитные свойства слоевых нанопроволок из 3d-металлов, полученных методом матричного синтеза / Д. А. Черкасов, Д. Л. Загорский, Р. И. Хайбуллин, А. Э. Муслимов, И. М. Долуденко. – Текст: непосредственный // Физика твёрдого тела. – 2020. – Т. 62, № 9. – С. 1531-1541.
85. Генерация терагерцевого излучения в магнитных переходах на основе нанопроволок / Ю.В. Гуляев, С.Г. Чигарев, А.И. Панас, Е.А. Вилков, Н.Ф. Максимов, Д.Л. Загорский, А.С. Шаталов. – Текст: непосредственный // Письма в ЖТФ. – 2019. – Т. 45, № 6.
86. Структура и магнитные свойства нанопроволок из металлов группы железа, полученных методом матричного синтеза / Д. Л. Загорский, К.В. Фролов, С.А. Бедин, И.В. Перунов, М.А. Чуев, А.А. Ломов, И.М. Долуденко. – Текст: непосредственный // Физика твёрдого тела. – 2018. – Т. 60, № 11. – С. 2075-2087.
87. Геращенко, А.П. Спектроскопия ЯМР в исследованиях электронных и магнитных свойств сильно коррелированных систем: дис. ... док. физ.-мат. наук 01.04.11 / Александр Павлович Геращенко. – Екатеринбург, 2019. – 256 с.
88. **Liu, W.** Application of surface coil in nuclear magnetic resonance studies of physical properties of quasi-2D materials / W. Liu, L. Lu, V. F. Mitrović. – Текст: непосредственный // Review of Scientific Instruments. – 2017. – Т. 88, № 11. – С. 113902.

89. Оглобличев, В.В. Косвенные взаимодействия ядерных спинов в сверхпроводящих оксидах Ba(Pb,Bi)O₃: исследования методами двойного ядерного магнитного резонанса: дис. ... канд. физ.-мат. наук 01.04.11 / Василий Владимирович Оглобличев. – Екатеринбург, 2006. – 112 с.
90. Садыков, А.Ф. Магнитные структуры низкоразмерных соединений LiCu₂O₂ и NaCuO₂: дис. ... канд. физ.-мат. наук 01.04.11 / Алмаз Фаритович Садыков. – Екатеринбург, 2017. – 137 с.
91. Банникова, Н.С. Структурные, магнитные и магнитотранспортные свойства сверхрешёток на основе меди с плавов 3-d металлов: дис. ... канд. физ.-мат. наук 01.04.11 / Наталья Сергеевна Банникова. – Екатеринбург, 2016. – 132 с.
92. High magnetoresistance permalloy films deposited on a thin NiFeCr or NiCr underlayer / W.-Y. Lee, M. F. Toney, P. Tameerug, E. Allen, D. Mauri. – Текст: непосредственный // J. Appl. Phys. – 2000. – Т. 87, № 9. – С. 6992-6994.
93. **Vas'ko, V. A.** Effect of grain size on the properties of the CoFe–NiFe/NiMn top spin valve / V. A. Vas'ko, M. T. Kief. – Текст: непосредственный // J. Appl. Phys. – 2003. – Т. 93, № 10. – С. 8409-8411.
94. Interface structure and magnetoresistance studies of [Co/C]_n superlattices by means of NMR and TEM / S. A. Chuprakov, T. P. Krinitsina, N. S. Bannikova, I. V. Blinov, S. V. Verkhovskii, M. A. Milyaev, V. V. Popov, V. V. Ustinov. – Текст : непосредственный // Solid State Phenomena. 2014. – Т. 215.– С. 358–363.
95. Исследование интерфейсов многослойных структур Co/Cu методом ядерного магнитного резонанса / С. А. Чупраков, Н. С. Банникова, И. В. Блинов, Т. П. Криницина, М. А. Миляев, В. В. Попов, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2015. – Т. 116, № 2. – С. 145-149.
96. **Wetzig K.** Metal Based Thin Films for Electronics / K. Wetzig, C. Schneider. Weinheim : WILEY-VCH GmbH & Co, 2003. – 424 С. – ISBN 9783527406500. – Текст: непосредственный.
97. **Maradudin A.** Light Scattering and Nanoscale Surface Roughness / A. Maradudin. - New York : Springer, 2007. – 496 С. – ISBN 978-0-387-25580-4. – Текст: непосредственный.
98. Study of the structure of interlayer boundaries in [Co/Cu]₁₀ superlattices by methods of NMR and X-ray reflectometry / S. Chuprakov, N. Bannikova, I. Blinov, T. Krinitsina, M. Milyaev, V. Popov, V. Ustinov. – Текст: непосредственный // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Т. 117, № 12. – С. 1192-1197.
99. Nuclear magnetic resonance and X-ray reflectometry of Co/Cu superlattices / S. Chuprakov, N. Bannikova, I. Blinov, T. Krinitsina, M. Milyaev, V. Popov, V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Applied Magnetic Resonance. – 2019. – Т. 50, № 1. – С. 415-423.

100. **Nasu, Y. H.** Hyperfine field distribution in Co-Cu alloy: ^{59}Co nuclear magnetic resonance / Y. H. Nasu T., Nakamura Y., Murakami Y. – Текст: непосредственный // Acta Met. – 1974. – Т. 22. – С. 1057-1063.
101. Influence of the interface state on the magnetoresistive properties of Co/Cu superlattices / S. Chuprakov, N. Bannikova, I. Blinov, T. Krinitsina, M. Milyaev, V. Popov, M. Ryabukhina, V. Ustinov. – Текст: непосредственный // Physics of Metals and Metallography. – 2018. – Т. 119, № 4. – С. 309-315.
102. Изменение состояния межслойных границ сверхрешеток $[\text{Co}/\text{Cu}]_{10}$ в процессе термообработки / С. А. Чупраков, И. Блинов, М. Миляев, В. Попов. – Текст: непосредственный // Вестник Пермского университета. Серия: Физика. – 2018. № 2 (40). – С. 45-51.
103. **Panissod, P.** Structural and magnetic investigations of ferromagnets by NMR. Application to magnetic metallic multilayers / P. Panissod. – Dordrecht : Springer, 1998. – С. 225-270. – ISBN 978-94-010-6101-8. – Текст: непосредственный.
104. **Celis J.P.** In Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment / J.P. Celis. J.R. Roos, M. De Bonte. – New York : VCH, 1991. – С. 481. – ISBN 3527268286. – Текст: непосредственный.
105. Structure and magnetic properties of Co nanowires in self-assembled arrays / F. Li, T. Wang, L. Ren, J. Sun. – Текст: непосредственный // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2004. – Т. 16, № 45. – С. 8053.
106. **Scarani, V.** The microstructure of electrodeposited cobalt-based nanowires and its effect on their magnetic and transport properties / V. Scarani, B. Doudin, J.-P. Ansermet. – Текст: непосредственный // Journal of magnetism and magnetic materials. – 1999. – Т. 205, № 2-3. – С. 241-248.
107. **Chojcan, A.** Interactions between impurity atoms of 3d transition metals dissolved in iron / A. Chojcan – Текст: непосредственный // Journal of alloys compounds. – 1998. – Т. 264, № 1-2. – С. 50-53.
108. СТРУКТУРА НАНОПРОВОЛОК Cu/Ni , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАТРИЧНОГО СИНТЕЗА / О. Жигалина, И. Долуденко, Д. Хмеленин, Д. Загорский, С. Бедин, И. Я. К. Иванов. – Текст: непосредственный // . – 2018. – Т. 63, № 3. – С. 455-462.
109. NMR Study of Cobalt-Containing Nanowires of Various Types / S. Chuprakov, I. Blinov, D. Zagorskii, D. Cherkasov. – Текст: непосредственный // Physics of Metals and Metallography. – 2021. – Т. 122, № 9. – С. 869-875.
110. Влияние состояния интерфейсов на магниторезистивные свойства сверхрешёток Co/Cu / С. А. Чупраков, Н. С. Банникова, И. В. Блинов, Т. П. Криницина, М. А. Миляев, В. В. Попов, М. В. Рябухина, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2018. – Т. 119, № 4. – С. 327-333.

111. **Миляев, М. А.**, Обменно-связанные сверхрешётки с рекордным магнитосопротивлением / М. А. Миляев, Л. И. Наумова, В. В. Устинов. – Текст: непосредственный // ФММ. – 2018. – Т. 119, № 12. – С. 1224-1228.