

На правах рукописи

Девятериков Денис Игоревич

**Кристаллическая структура и магнитное упорядочение в
сверхрешетках Dy/No и тонких плёнках Dy и No**

1.3.12. Физика магнитных явлений

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург — 2022

Работа выполнена в лаборатории нейтронно-синхротронных исследований наноструктур
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт физики металлов
имени М. Н. Михеева уральского отделения российской академии наук

Научный руководитель:

Кравцов Евгений Алексеевич

доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией нейтронно-синхротронных исследований наноструктур ФГБУН Института физики металлов имени М. Н. Михеева уральского отделения российской академии наук, г. Екатеринбург

Официальные оппоненты:

Плешанов Николай Константинович

доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник отдела нейтронной оптики инжинирингового центра «Нейтронные технологии» НИЦ «Курчатовский институт» - ПИЯФ, г. Гатчина

Сиколенко Вадим Витальевич

доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории нейтронной физики имени И.М.Франка отделения нейтронных исследований и разработок в области конденсированных сред Объединённого института ядерных исследований (ОИЯИ), г.Дубна.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет» (СПбГУ), г. Санкт-Петербург.

Защита состоится 2 декабря 2022 года в 11-00 на заседании диссертационного совета 24.1.133.01 на базе ИФМ УрО РАН по адресу: 620108, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18. С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФМ УрО РАН и на сайте института www.imp.uran.ru.

Автореферат разослан «___» _____ 2022 г.

Учёный секретарь диссертационного совета,

доктор физико-математических наук

Чарикова Татьяна Борисовна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследований

Уникальные магнитные свойства тяжёлых редкоземельных металлов, сочетающих большие значения магнитного момента на атом с многообразием реализующихся в них типов магнитного упорядочения, обусловили интерес академического сообщества к их изучению. В связи с совершенствованием методов синтеза высококачественных тонких плёнок и сверхрешёток на основе редкоземельных элементов, отдельным направлением таких исследований является изучение влияния эпитаксиальных напряжений и размерных эффектов на магнитные свойства планарных наноструктур. Поскольку такие редкоземельные металлы, как Dy и Ho, обладают геликоидальным магнитным упорядочением в широком диапазоне температур, наноструктуры на их основе могут представлять интерес и с точки зрения наноспинтроники, так как хиральные магнитные структуры рассматриваются в качестве перспективной основы для устройств для хранения информации и создания спинового тока.

Высокая актуальность тематики исследования связана и с выбором перспективного метода исследования магнитной микроструктуры тонких плёнок и многослойных наноструктур — рефлектометрии поляризованных нейтронов, ранее практически не использовавшегося для изучения редкоземельных сверхрешёток и тонких плёнок. Успешное применение данного метода для исследования геликоидального магнитного упорядочения в планарных наноструктурах на основе Dy и Ho позволит в дальнейшем более эффективно применять его для изучения иных объектов со сложными типами периодического магнитного упорядочения. Актуальность данной темы также подтверждается тем, что работы по ней получили поддержку РФФИ (проект №19-32-90007 Аспиранты «Стрейнтроника планарных наноструктур на основе редкоземельных гелимагнетиков»).

Степень разработанности темы исследований

Кристаллическая структура и магнитные свойства объёмных монокристаллов Dy и Ho были достаточно хорошо изучены за последние шестьдесят лет. В частности, были построены подробные магнитные фазовые диаграммы в зависимости от поля и температуры, и измерены периоды магнитных геликоид в зависимости от температуры. Вместе с тем планарные наноструктуры и тонкие плёнки на их основе остаются сравнительно малоисследованными. Тем не менее, ряд интересных результатов был получен при исследовании сверхрешёток, состоящих из чередующихся слоёв гелимагнетика (Dy или Ho) и слоёв элемента с иным типом магнетизма и отличиями в кристаллической структуре. В частности, для сверхрешёток Dy/Y и Dy/Lu было

обнаружено сильное влияние эпитаксиальных напряжений на температуру Кюри ферромагнитной фазы Dy, в то время как обнаруженная в сверхрешётке Dy/Zn зависимость направления оси магнитной анизотропии в образце от выбранного метода синтеза свидетельствует о влиянии механизма роста образца на его магнитные свойства. В сверхрешётках Dy/Y, Ho/Y, Dy/Gd было установлено существование сложных типов длиннопериодического магнитного упорядочения, при которых магнитные геликоиды в Dy или Ho когерентно распространялись в сверхрешётке. При этом сверхрешётки из двух чередующихся слоёв гелимагнетиков Dy и Ho практически не исследовались ранее, и существует всего одна работа, в которой магнитное упорядочение в них изучалось методами широкоугольной дифракции нейтронов. Выводом данной работы стало утверждение о формировании в сверхрешётке Dy/Ho длиннопериодической магнитной структуры из двух геликоид различного периода, когерентно распространяющихся в сверхрешётке. При этом, информация о кристаллической структуре и влиянии размерных эффектов, эпитаксиальных напряжений и ориентационных соотношений на магнитные свойства этих и других описанных ранее сверхрешёток, ограничена.

Это делает изучение сверхрешёток Dy/Ho с различными ориентационными соотношениями в них, и тонких плёнок Dy и Ho, служащих модельными объектами для исследования влияния размерных эффектов и эпитаксиальных напряжений, перспективной темой для исследований.

Целью данной работы является определение кристаллической структуры и магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy и Ho и сверхрешётках Dy/Ho.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Синтез тонких плёнок Dy и Ho и сверхрешёток Dy/Ho, определение их кристаллической структуры;
2. Исследование зависимости намагниченности полученных образцов от магнитного поля и температуры;
3. Уточнение магнитной структуры тонких плёнок Dy и Ho и сверхрешёток Dy/Ho методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Объектами исследования выступали тонкие плёнки Dy и Ho и сверхрешётки Dy/Ho, выращенные на монокристаллических подложках Al_2O_3 .

Научная новизна:

В работе получены новые экспериментальные данные о кристаллической структуре и магнитном упорядочении в тонких плёнках Dy и Ho и сверхрешётках Dy/Ho.

К принципиально новым результатам можно отнести:

1. Впервые были получены тонкие пленки Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётки [Dy/Ho] с ориентационным соотношением $[01\bar{1}2] \text{ Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{ Nb} \parallel [0001]$ редкоземельный металл.
2. Впервые методом рефлектометрии поляризованных нейтронов определены температурные зависимости периодов магнитных геликоид в тонких плёнках Dy(200 нм) и Ho(200 нм) и сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)]. Обнаружено увеличение этого периода в сверхрешётках относительно периода в тонких плёнках и объёмных монокристаллах Ho и Dy.
3. Впервые обнаружено уменьшение температуры Кюри в тонких плёнках Dy (200 нм) по сравнению со значением, известным для объёмных образцов. Обнаружено подавление магнитного фазового перехода в соизмеримую конечную фазу в тонкой плёнке Ho (200 нм).
4. Впервые обнаружено существование веерной магнитной фазы в слоях диспрозия в сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] в интервале температур от 50 К до 80 К и при температурах от 1.5 К до 80 К в тонкой плёнке Dy (200 нм).

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» и пункту 4 «Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств» паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

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

Научная и практическая ценность работы. Полученная информация об особенностях геликоидального упорядочения в тонких плёнках Dy и Ho и сверхрешётках Dy/Ho позволяет углубить понимание магнитных свойств наноструктур на основе Dy и Ho, что будет способствовать развитию дальнейших исследований и может быть использована для разработки новых материалов спинтроники.

Методология и методы исследования. В настоящей работе для исследования кристаллической структуры и микроскопических магнитных свойств плёнок Dy и Ho и сверхрешёток Dy/Ho применялись методики, использующие рентгеновское и нейтронное рассеяние.

Синтез образцов осуществлялся методом магнетронного распыления. Кристаллическая структура образцов была определена с помощью рентгеновской дифракции высокого разрешения. Макроскопические магнитные свойства образцов были определены методом низкотемпературной магнитометрии. Микроскопическая магнитная структура образцов определена с помощью рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Методом магнетронного распыления синтезированы тонкие плёнки Dy(200нм) и Ho(200нм) и сверхрешётки [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] с аксиальной текстурой (0001) на подложках сапфира поверх буферного слоя Nb с ориентационными соотношениями $[01\bar{1}2]Al_2O_3 \parallel [110]Nb \parallel [0001]PЗМ$ и $[11\bar{2}0]Al_2O_3 \parallel [110]Nb \parallel [0001]PЗМ$;
2. Размерные эффекты приводят к уменьшению температуры Кюри в тонкой плёнке Dy (200 нм). В плёнке Ho (200 нм) наблюдается подавление магнитного фазового перехода из геликоидальной в соизмеримую коническую фазу;
3. В сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] реализуется когерентно распространяющаяся длиннопериодическая магнитная структура, состоящая из двух геликоид с различными периодами;
4. Периоды магнитных геликоид в слоях Dy и Ho в сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] превышают периоды геликоид, наблюдающихся в тонких плёнках Dy(200 нм) и Ho(200 нм);
5. В слоях диспрозия в сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] в интервале температур от 50 К до 80 К, и в тонкой плёнке Dy (200 нм) при температурах от 1.5 К до 80 К, реализуется веерное магнитное упорядочение.

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации.

Личный вклад автора состоит в том, что им совместно с научным руководителем д.ф.-м.н. Е. А. Кравцовым поставлены цели и задачи исследований. Автор совместно с сотрудником лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН В.В. Проглядо осуществлял работы по оптимизации условий синтеза тонких плёнок Dy и Ho и сверхрешёток Dy/Ho. Автор лично производил структурную аттестацию методом рентгеновской дифрактометрии тонких плёнок Dy и Ho и сверхрешёток [Dy/Ho] и обрабатывал результаты магнитометрических измерений данных образцов. Данные измерений температурных зависимостей намагниченности объёмных монокристаллов гольмия предоставлены Зверевым В.И для сопоставления с результатами измерений намагниченности тонких пленок Dy и Ho и сверхрешёток Dy/Ho. Автор совместно с В.Д. Жакетовым выполнял измерения тонких плёнок Dy и Ho методом рефлектометрии поляризованных нейтронов на рефлектометре «РЕМУР» (ОИЯИ, Дубна) и лично обрабатывал

результаты эксперимента по рефлектометрии поляризованных нейтронов. Результаты исследований докладывались автором лично на российских и международных конференциях. Совместно с научным руководителем д.ф.-м.н. Е. А. Кравцовым автор готовил к опубликованию тезисы докладов и статьи.

Достоверность результатов обеспечивается использованием аттестованных образцов и апробированных методик экспериментальных исследований, проведением экспериментов с соблюдением идентичности экспериментальных условий. Полученные результаты не противоречат известным в научной литературе представлениям и результатам.

Апробация работы. Результаты работы были представлены на конференциях: XXV Международный симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника» (Россия, Нижний Новгород, 2021), конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021) (Россия, Екатеринбург, 2021), XXIV Уральская международная зимняя школа по физике полупроводников (UIWSPS-2022) (Россия, Екатеринбург, 2022), International conference «Condensed Matter Research at IBR-2» (CMR@IBR-2), (Россия, Дубна, 2022).

Публикации. Основные результаты по теме диссертации изложены в 7 публикациях, 3 из которых опубликованы в журналах, входящих в перечень ВАК.

Структура и объём диссертации. Диссертация состоит из оглавления, введения, пяти глав, заключения, списка использованных обозначений и сокращений, списков литературы и публикаций по теме диссертации, содержит 98 страниц, 41 рисунок, 7 таблиц. Во введении обоснована актуальность и новизна диссертационной работы, определены цели и задачи работы, а также сформулированы положения, выносимые на защиту. В первой главе содержится обзор литературы по тематике исследования, приведены общие сведения о кристаллической и магнитной структуре монокристаллов Dy и Ho и наноструктур и тонких плёнок на их основе. Во второй главе рассмотрены методики получения тонкоплёночных образцов и сверхрешёток, исследования их кристаллической структуры, магнитных свойств и особенностей магнитного упорядочения, а также описаны условия проведения экспериментальных исследований, результаты которых приводятся в работе. Третья глава посвящена исследованию влияния кристаллографической ориентации подложек Al_2O_3 и материала буферного слоя на кристаллическую структуру и магнитные свойства тонких плёнок Dy. В четвёртой главе приводятся результаты исследования структурных и магнитных свойств тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) а также сверхрешёток r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Пятая глава содержит результаты изучения особенностей магнитного упорядочения в рассмотренных в главе 4 образцах методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. В заключении приводятся основные результаты, полученные в ходе выполнения задач работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность и новизна диссертационной работы, определена цель и поставлены задачи работы, сформулированы положения, выносимые на защиту, перечислены экспериментальные методы, использованные для получения описанных в работе результатов, обоснована научная и практическая ценность полученных в работе результатов и соответствие её содержания паспорту специальности, конкретизирован личный вклад автора в диссертационную работу и приведён список публикаций по её теме, описана структура и объём работы.

Первая глава содержит обзор литературы по тематике исследования. В первом параграфе данной главы приведены самые общие сведения о редкоземельных металлах, описаны основные сферы их применения и причины их научно-практической ценности. Во втором параграфе рассмотрены особенности кристаллической и электронной структуры редкоземельных металлов, отмечено высокое сходство кристаллических решёток группы тяжёлых редкоземельных металлов между собой и рассмотрены особенности электронной оболочки атомов редкоземельных металлов, наиболее важной из которых является локализованность 4f-электронных оболочек атомов редкоземельных элементов, находящихся в конденсированном состоянии. В третьем параграфе приведены сведения о возникающих в тяжёлых редкоземельных элементах вследствие особенностей их кристаллической и электронной структуры длиннопериодических магнитных упорядочениях различных типов. В четвёртом параграфе подробно описаны магнитные свойства Dy и Ho, приведены магнитные фазовые диаграммы данных редкоземельных магнетиков в координатах поле-температура и температуры магнитных фазовых переходов. В пятом параграфе рассматриваются магнитные свойства наноструктур на основе Dy и Ho, рассмотрено влияние эпитаксиальных напряжений и размерных эффектов на эти свойства в тонкой плёнке и сверхрешётках, приведены сведения о формировании сложных типов длиннопериодического магнитного упорядочения, когерентно распространяющихся в слоях сверхрешёток на основе Dy и/или Ho.

Во второй главе рассмотрены методики получения тонкоплёночных образцов и сверхрешёток, исследования их кристаллической структуры, магнитных свойств и особенностей магнитного упорядочения.

С целью определения влияния кристаллографической ориентации подложки и материала буферного слоя на кристаллическую структуру и магнитные свойства наноструктур на основе Dy, методом высоковакуумного магнетронного распыления на установке MPS 4000 C6 (ULVAC) были синтезированы плёнки типа R (40 нм)/Dy (20 нм)/V (15 нм) (R=Nb, Ta), на монокристаллических подложках Al_2O_3 с двумя ориентациями монокристалла - $[01\bar{1}2]$ и $[11\bar{2}0]$,

всего четыре образца, для удобства далее в тексте обозначенных: $[01\bar{1}2]Al_2O_3/Nb$ (40 нм)/Dy (20 нм)/V (15 нм) – **r-Nb**, $[01\bar{1}2]Al_2O_3/Ta$ (40 нм)/Dy (20 нм)/V (15 нм) – **r-Ta**, $[11\bar{2}0]Al_2O_3/Nb$ (40 нм)/Dy (20 нм)/V (15 нм) – **a-Nb**, $[11\bar{2}0]Al_2O_3/Ta$ (40 нм)/Dy (20 нм)/V (15 нм) – **a-Ta**.

Кристаллическая структура, особенности магнитного упорядочения и влияние размерных эффектов на магнитные свойства тонких плёнок Dy и Ho изучались на двух образцах, синтезированных тем же методом со структурной формулой $[01\bar{1}2]Al_2O_3/Nb$ (40 нм)/R (200 нм)/V (15 нм) (R=Dy, Ho). Наконец, в синтезированных на той же установке сверхрешётках на монокристаллических подложках Al_2O_3 с двумя типами ориентации монокристалла - $[01\bar{1}2]$ и $[11\bar{2}0]$, со структурной формулой Nb (40 нм)/[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] \times 34/Nb (10 нм) (далее в тексте: $[01\bar{1}2]Al_2O_3/Nb$ (40 нм)/[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] \times 34/Nb (10 нм) - **r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]**, $[11\bar{2}0]Al_2O_3/Nb$ (40 нм)/[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] \times 34/Nb (10 нм) - **a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]**) изучались кристаллическая структура и особенности магнитного упорядочения, а также влияние кристаллографической ориентации подложки на него. Алгоритм синтеза предполагал отжиг подложек при температуре $T=435$ °C в течении одного часа, напыление при этой температуре буферного слоя, после чего при температуре $T=150$ °C происходил синтез редкоземельных слоёв наноструктуры, а также напыление защитного поверхностного слоя.

Толщины слоёв и среднеквадратичная величина шероховатостей на интерфейсах слоёв Dy в образцах тонких плёнок Dy (20 нм) определялись с помощью фитирования данных рентгеновской рефлектометрии в программе X'pertReflectivity. Кривые отражения рентгеновской рефлектометрии были получены на дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2, в геометрии съёмки параллельного пучка, источником излучения служила рентгеновская трубка, работающая на характеристической длине волны $Co K\alpha$.

Структурная аттестация всех перечисленных выше образцов с целью определения текстур входящих в их состав слоёв осуществлялась методом рентгеновской дифрактометрии также на дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2, геометрия съёмки и длина волны рентгеновского излучения совпадали с использованными для получения кривых отражений рентгеновской рефлектометрии.

Измерения температурных и полевых зависимостей намагниченности образцов производились при помощи SQUID-магнитометра MPMS XL7 Quantum Design, магнитное поле прикладывалось в плоскости образцов. Измерения температурных зависимостей намагниченности тонких плёнок Dy (20 нм) производились в ходе нагрева до 220 К от температуры 4.2 К во внешнем магнитном поле 1 кЭ и 50 кЭ, после охлаждения в нулевом поле, измерения температурных зависимостей намагниченности тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] с двумя кристаллографическими ориентациями

подложки Al_2O_3 производились в ходе нагрева до 220 К от температуры 4.2 К в полях 1 кЭ, 10 кЭ и 50 кЭ после охлаждения в нулевом поле, а также в ходе охлаждения во внешнем магнитном поле 1 кЭ, 10 кЭ и 50 кЭ от температуры 220 К до 4.2 К. Полевые зависимости намагниченности измерялись после охлаждения образца от температуры 220 К до целевой температуры.

Измерения по рефлектометрии поляризованных нейтронов образцов тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) и сверхрешётки r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] на подложке $[01\bar{1}2]$ Al_2O_3 , были проведены на рефлектометре «РЕМУР», ОИЯИ, Дубна, работающем во времяпролётной моде в конфигурации с двумя поляризациями падающего пучка нейтронов по спине. Измерения по рефлектометрии поляризованных нейтронов сверхрешётки a-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] на подложке $[11\bar{2}0]$ Al_2O_3 , были проведены на рефлектометре SUPERAdam, ILL, Гренобль в моде с фиксированной длиной волны $\lambda=5.183$ Å и двумя поляризациями падающего пучка. Измерения при различных температурах проводились после охлаждения от температуры 220 К до целевой температуры во внешнем магнитном поле величиной 1кЭ. Измерения в различных магнитных полях производились после охлаждения до целевой температуры в отсутствие внешних магнитных полей с последующим увеличением поля при постоянной температуре. Данные измерения преследовали цель получения информации о периоде магнитного упорядочения, реализующегося в образцах, температурах и особенностях магнитных фазовых переходов, происходящих при изменении температуры и величины внешнего магнитного поля в плоскости образца.

Третья глава посвящена исследованию влияния кристаллографической ориентации подложек Al_2O_3 и материала буферного слоя на кристаллическую структуру и магнитные свойства тонких плёнок Dy. Известно, что в тонких плёнках состава $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{R}/\text{Dy}$ (R=Nb, Ta) реализуются следующие ориентационные соотношения для различных кристаллографических ориентаций подложки Al_2O_3 :

$$1) [11\bar{2}0] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110]\text{R} \parallel [0001]\text{Dy} \text{ (R=Nb, Ta)}$$

$$2) [01\bar{1}2] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [100]\text{R} \parallel [10\bar{1}2]\text{Dy} \text{ (R=Nb, Ta)}$$

Однако использование ранее не применявшегося для изготовления образцов такого состава метода магнетронного распыления привело к необходимости определять кристаллическую структуру полученных образцов. В работе показано, что в плёнках a-Nb и a-Ta реализуются ориентационные соотношения $[11\bar{2}0]\text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110]\text{R} \parallel [0001]\text{Dy}$ (R=Nb, Ta), в то время как в образце r-Nb было обнаружено ранее ненаблюдавшееся ориентационное соотношение $[01\bar{1}2]\text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110]\text{Nb} \parallel [0001]\text{Dy}$, а образец r-Ta представляет собой поликристаллический образец с двумя основными текстурами в слое Dy (рисунок 1).

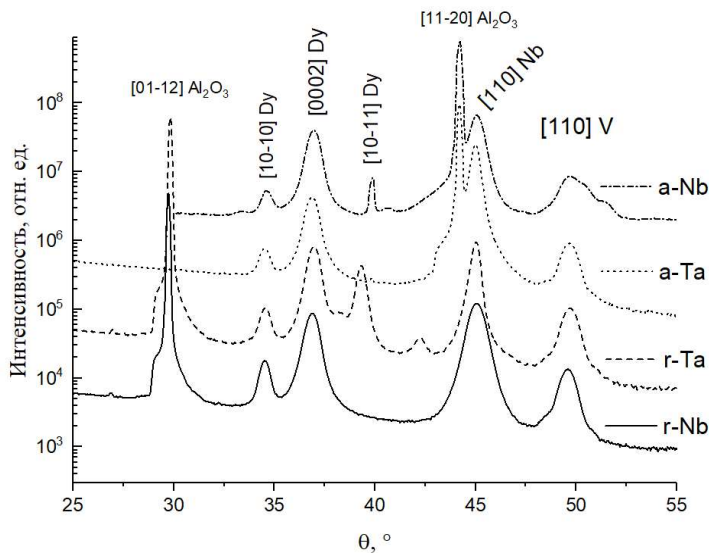


Рисунок 1 — дифрактограммы образцов r-Nb, r-Ta, a-Nb, a-Ta

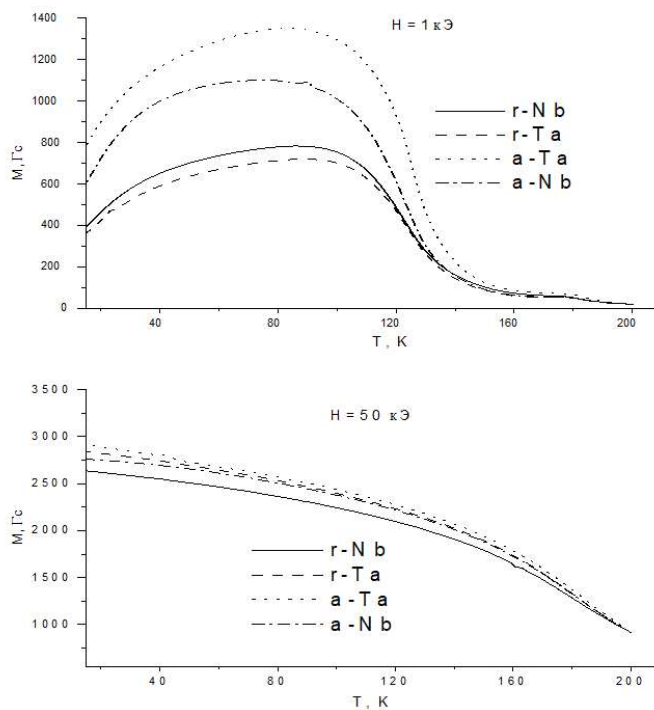


Рисунок 2 — температурные зависимости намагниченности образцов a-Ta, a-Nb, r-Ta, r-Nb, полученные во внешнем поле 1 кЭ (а) и 50 кЭ (б)

температурного гистерезиса. В то же время, было определено, что значение намагниченности насыщения слоёв Dy при $T=10$ К достигает максимума в поликристаллической плёнке Dy образца a-Ta, при этом минимальная намагниченность насыщения наблюдается в образце r-Nb с аксиально текстурированной плёнкой Dy.

По положениям брэгговских рефлексов, в работе были определены величины отклонения постоянных решёток Dy и материала буферного слоя (Nb либо Ta) от их значений в монокристаллах. Было установлено, что эпитаксиальные напряжения наиболее велики в слоях Dy в образцах r-Nb и a-Ta где постоянные решётки с увеличены на 0.18% относительно своих значений в объёмном Dy, а постоянные решётки a-Nb — на 3%, в то время как кристаллическая решётка слоя Dy в образце r-Ta деформирована меньше всего, с постоянной решётки с соответствующей своему значению в объёмном Dy и постоянной решётки a превосходящей своё значение в объёмном Dy на 2.8%. В ходе анализа температурных зависимостей намагниченности образцов r-Nb, r-Ta, a-Nb, a-Ta во внешних полях величиной 1 кЭ и 50 кЭ (рисунок 2 а-б)), в работе делается вывод об отсутствии существенного влияния материала буферного слоя и ориентации подложки на температуры Нееля и Кюри слоёв Dy, составляющие $T_N=181\pm 1$ К и $T_C=123\pm 3$ К для всех четырёх образцов. При этом повышение температуры Кюри на 41 К относительно T_C объёмного монокристалла Dy связывается с возникновением сильного

Четвёртая глава посвящена исследованию структурных и магнитных свойств тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) а также сверхрешёток r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)].

Структурные свойства данных образцов были исследованы путём анализа дифрактограмм (рисунок 3). Было установлено, что в образцах реализуются ориентационные соотношения $[11\bar{2}0] \text{ Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{ Nb} \parallel [0001] \text{ R}$ и $[01\bar{1}2] \text{ Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{ Nb} \parallel [0001] \text{ R}$, (R=Dy, Ho, [Dy/Ho]). В сравнении с плёнками Dy (20 нм.) отмечается практически полное исчезновение текстур $[10\bar{1}0]$ и $[10\bar{1}1]$ Dy и Ho, и полное соответствие постоянной решётки c в тонких плёнках

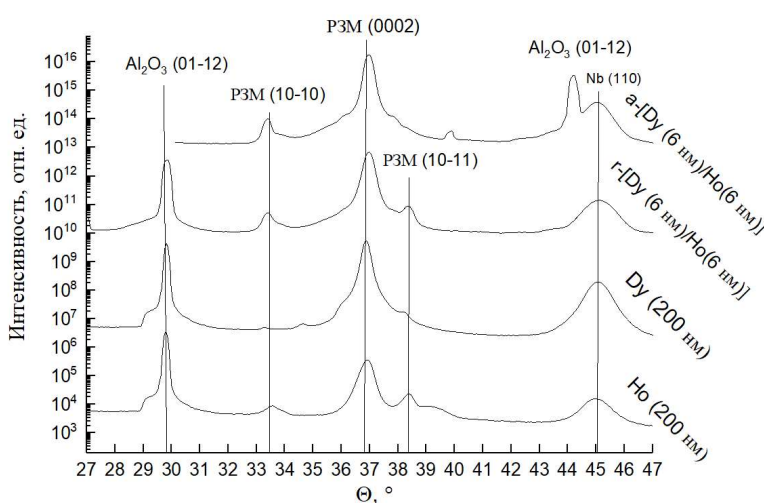


Рисунок 3 — Рентгеновские дифрактограммы тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) и сверхрешёток r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)], a-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)]

Dy (200 нм) и Ho (200 нм) своему значению в объёмных монокристаллах Dy и Ho. Это позволяет говорить о локализации кристаллографических фаз $[10\bar{1}0]$ и $[10\bar{1}1]$ и деформированных участков кристаллической решётки вблизи области интерфейса редкоземельный металл/буферный слой Nb и об исключении влияния эпитаксиальных напряжений на магнитные свойства тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм).

Анализ температурных зависимостей намагниченности тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) и сверхрешёток r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)], a-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] позволил установить температуры магнитных фазовых переходов в данных образцах. В частности, отмечено полное совпадение температурных зависимостей намагниченности и температур магнитных фазовых переходов в сверхрешётках r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] друг с другом.

Температура Нееля в плёнке Dy (200 нм) во внешнем магнитном поле 1 кЭ совпадает с температурой Нееля объёмного монокристалла Dy (рисунок 4), при увеличении внешнего магнитного поля до 50 кЭ эта температура уменьшается до 155 К.

В то же время, температура Кюри, определённая по FC и ZFC температурным зависимостям намагниченности, отличается на 45 К, что говорит о существовании температурного гистерезиса в плёнке Dy во внешнем магнитном поле 1 кЭ.

Появление данного эффекта, не замеченного в объёмных монокристаллах Dy, связывается с

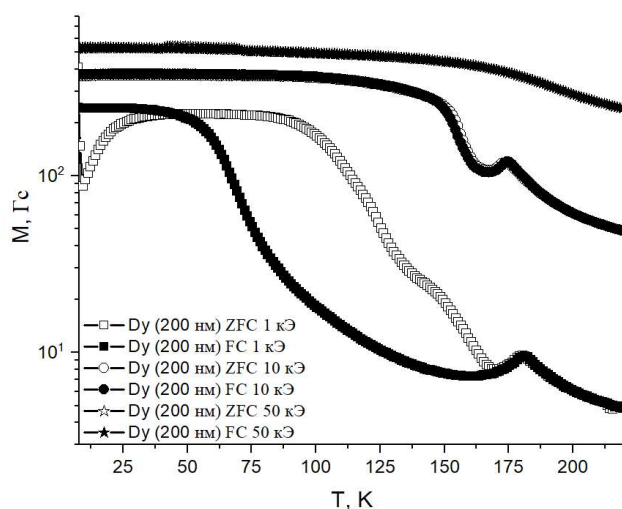


Рисунок 4 — температурные зависимости намагниченности плёнки Dy (200 нм) геликоидальную магнитную фазу не происходит.

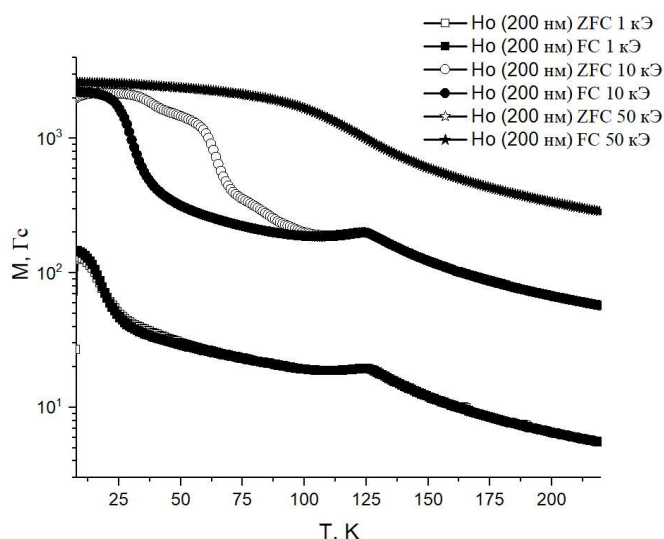


Рисунок 5 — температурные зависимости намагниченности плёнки Ho (200 нм)

Но (200 нм) возникает температурный гистерезис намагниченности в интервале температур от 100 К до 23 К, что также связывается с формированием веерного магнитного упорядочения в этом интервале температур. Анализ температурных зависимостей намагниченности сверхрешёток а-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и г-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] (рисунок 6) осложнён невозможностью разделения вклада слоёв Dy и Ho в намагниченность.

формированием веерного магнитного упорядочения в интервале температур, где наблюдается температурный гистерезис намагниченности в плёнке Dy (200 нм). Установлено, что при усилении внешнего магнитного поля до 10 кЭ, температурный гистерезис намагниченности в тонкой плёнке Dy (200 нм) пропадает, а температура Кюри увеличивается до 156 К. При увеличении внешнего магнитного поля до 50 кЭ плёнка Dy (200 нм) намагничена до насыщения и магнитного фазового перехода в

В тонкой плёнке Ho (200 нм) во внешнем магнитном поле 1 кЭ обнаружено (рисунок 5) снижение температуры Нееля на 6 К в сравнении с температурой Нееля в объёмном монокристалле Ho (данные по монокристаллу Ho предоставлены Зверевым В.И.) и установлено отсутствие минимума температурной зависимости намагниченности, сопровождающего переход из геликоидальной магнитной фазы в соизмеримую коническую магнитную фазу. Показано, что при усилении внешнего магнитного поля до 10 кЭ, в тонкой плёнке

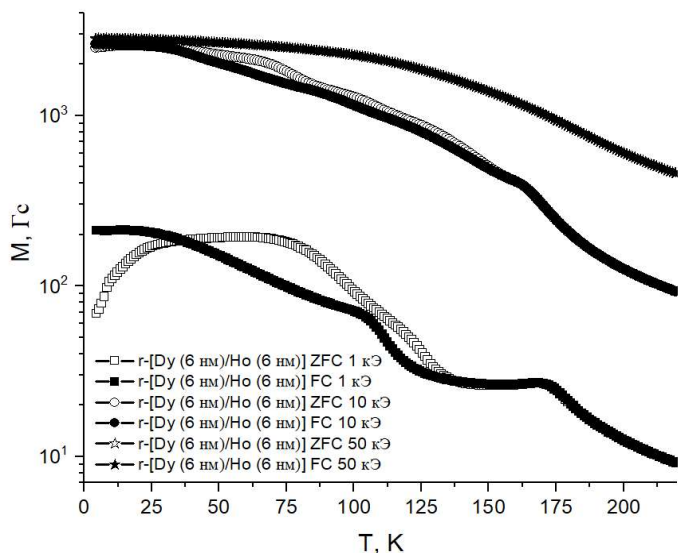


Рисунок 6 — температурные зависимости намагниченности сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]
верной магнитной структуры в слоях Dy и Ho соответственно.

Полевые зависимости намагниченности в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм), а также сверхрешётках r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] (рисунок 7) позволили уточнить диапазон температур и определить диапазон полей, при которых в образцах сохраняется геликоидальное магнитное упорядочение. В частности, был сделан вывод об отсутствии сколько-нибудь существенных отличий полевых зависимостей намагниченности для сверхрешёток a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Оценка значения критических величин магнитных полей, достаточных для разрушения геликоидального магнитного упорядочения в плёнке Dy (200 нм), в слоях Dy в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], и в плёнке Ho (200 нм) при различных температурах показала, что во всех образцах уменьшение температуры приводит к уменьшению критического поля, при этом максимальная величина критического поля в плёнке Ho (200 нм) превышает 20 кЭ, в то время как в тонкой плёнке Dy (200 нм) - всего 8 кЭ, что позволило предположить меньшую устойчивость геликоидального магнитного упорядочения в слоях Dy в сверхрешётках a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в сравнении со слоями Ho в них же. Одновременно было установлено, что при температурах менее 120 К в тонкой плёнке Dy (200 нм), менее 100 К в сверхрешётках a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], и менее 25 К в тонкой плёнке Ho (200 нм), геликоидальная магнитная фаза разрушается приложением внешнего магнитного поля необратимо, и петли гистерезиса образцов свидетельствуют о существовании ферромагнитного упорядочения в образцах при любых величинах магнитных полей.

Тем не менее, было установлено, что во внешнем поле 1 кЭ и 10 кЭ температура Нееля слоёв Dy в данных наноструктурах существенно уступает температуре Нееля в тонкой плёнке Dy, а магнитный фазовый переход в соизмеримую коническую фазу в слоях Ho подавлен, как и в плёнке Ho (200 нм). Температурная зависимость намагниченности слоёв сверхрешёток демонстрирует наличие температурного гистерезиса как при напряжённости внешнего магнитного поля 1 кЭ, так и при 10 кЭ, что связывается с формированием

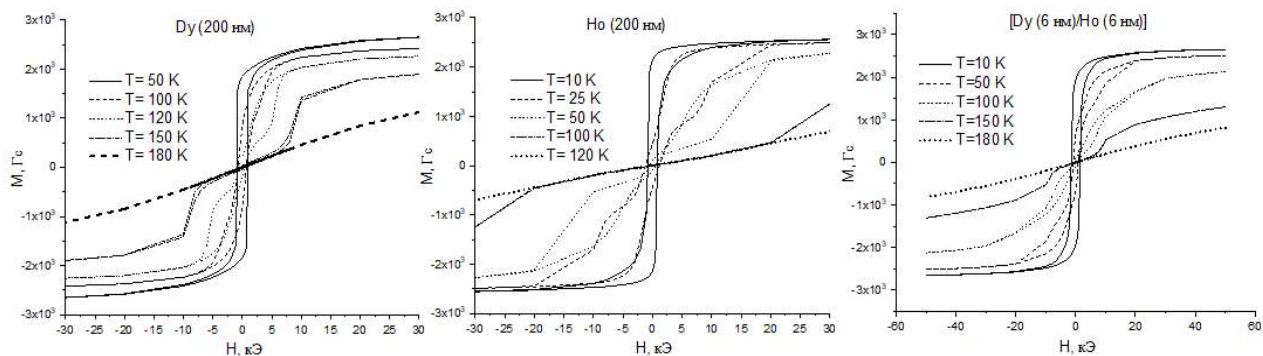


Рисунок 7 — петли магнитного гистерезиса тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

Пятая глава содержит результаты изучения особенностей магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] методом рефлектометрии поляризованных нейтронов.

Исследование геликоидального магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при различных температурах

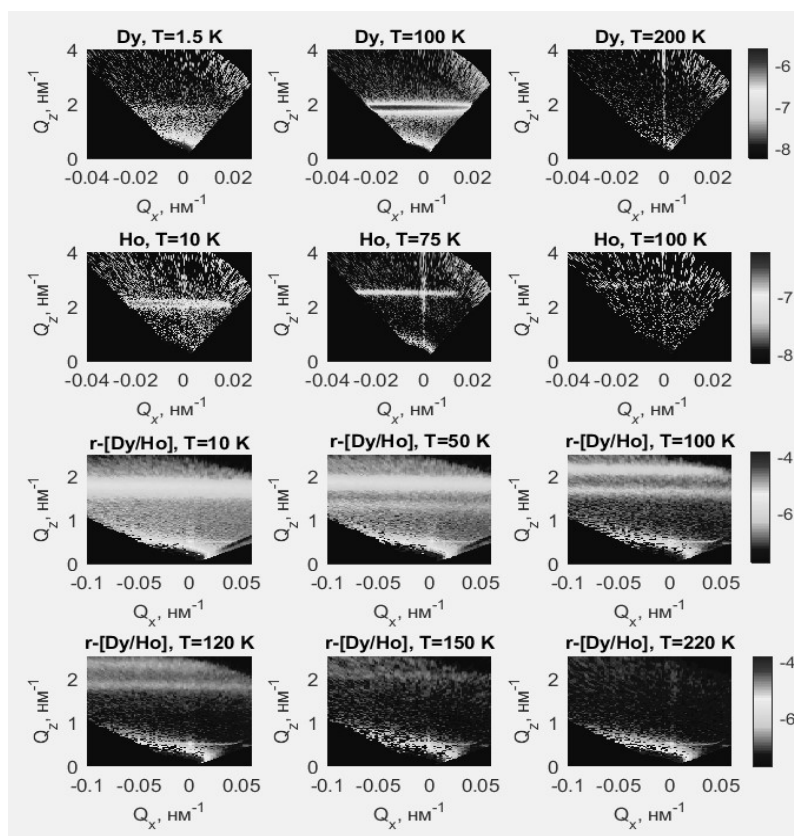


Рисунок 8 — карты рассеяния нейтронов для тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётки r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] при различных температурах в координатах компонент вектора рассеяния Q_x - Q_z

осуществлялось путём измерения спектров нейтронной рефлектометрии при различных значениях температур. Формирование геликоидального магнитного упорядочения в Dy и Ho связывается с появлением на двумерных картах рассеяния образцов Dy(200 нм), Ho (200 нм) одного магнитного сателлита 0000^+ , а формирование сложного длиннопериодического магнитного упорядочения из двух геликоид с различными периодами, когерентно распространяющихся в образце, — с появлением двух магнитных сателлитов на картах рассеяния образца r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] (Рисунок 8).

Установлено, что аналогичное магнитное упорядочение приводит к появлению двух магнитных спутников (M1 и M2) на кривых зеркального отражения нейтронов в образце a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], однако неоднородное магнитное упорядочение в слоях Ho данного образца приводит к появлению и третьего, низкоинтенсивного спутника M3 (рисунок 9).

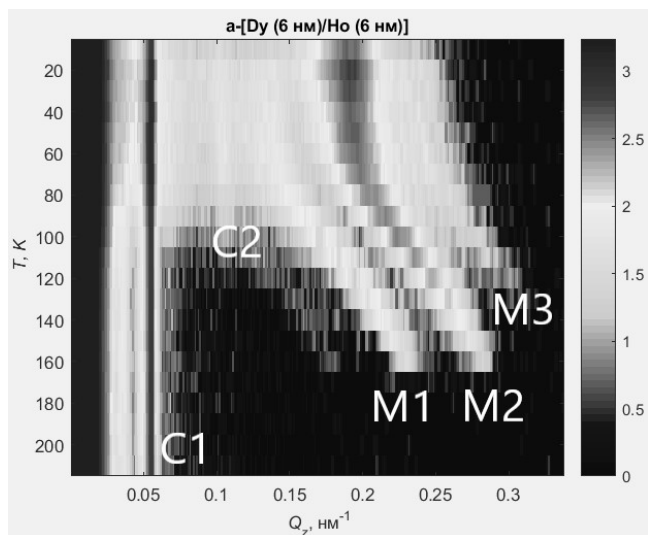


Рисунок 9 — кривые зеркального отражения нейтронов для образца a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в координатах Q_z -T

Проведённый анализ температурной зависимости интенсивности магнитных спутников на спектрах нейтронной рефлектометрии образцов a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] позволил отождествить спутники с типом слоёв, в которых распространяется магнитный геликоид, что в свою очередь позволило произвести сравнительный анализ температурных зависимостей периодов геликоид, распространяющихся в слоях Dy в сверхрешётках a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)], в тонкой плёнке Dy (200

нм), в слоях Dy в ранее исследованной сверхрешётке [Dy(4.5 нм)/Ho (6.2 нм)], синтезированной

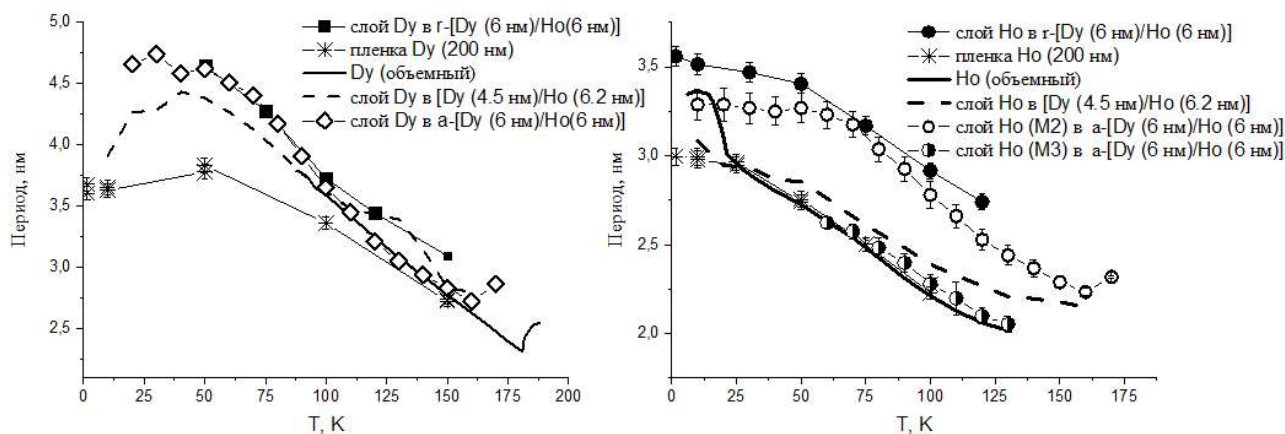


Рисунок 10 — периоды магнитных геликоид в слоях Dy (а) и слоях Ho (б) в сравнении с литературными данными о периодах геликоид в сверхрешётке [Dy(4.5 нм)/Ho (6.2 нм)] и объёмных Dy и Ho методом молекулярно-лучевой эпитаксии, и в объёмном монокристалле Dy (рисунок 10 а), и аналогичный анализ периодов геликоид для Ho (рисунок 10 б).

Показано, что период магнитных геликоид, распространяющихся в слоях Dy и Ho сверхрешёток превышает периоды магнитных геликоид в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм).

Установлено, что вне зависимости от метода синтеза и кристаллографической ориентации подложки, в сверхрешётках [Dy/Ho] наблюдается существование периодического магнитного упорядочения при температурах ниже T_C для объёмного Dy что, вероятно, объясняется формированием веерного магнитного упорядочения, сохраняющего периодичность, в слоях Dy. Наиболее выражен этот эффект в тонкой плёнке Dy (200 нм), где магнитный сателлит от периодической магнитной структуры сохраняется при температуре $T=1.5$ К. Сделан вывод о повышении температуры Нееля в слоях Ho всех сверхрешёток [Dy/Ho] в сравнении с температурой Нееля в тонкой плёнке Ho (200 нм), при этом показано, что наиболее выражен данный эффект в сверхрешётках на подложках сапфира $[11\bar{2}0]$ Al_2O_3 , к числу которых относится и сверхрешётка [Dy(4.5 нм)/Ho (6.2 нм)]. Подтвердился вывод о подавлении характерного для

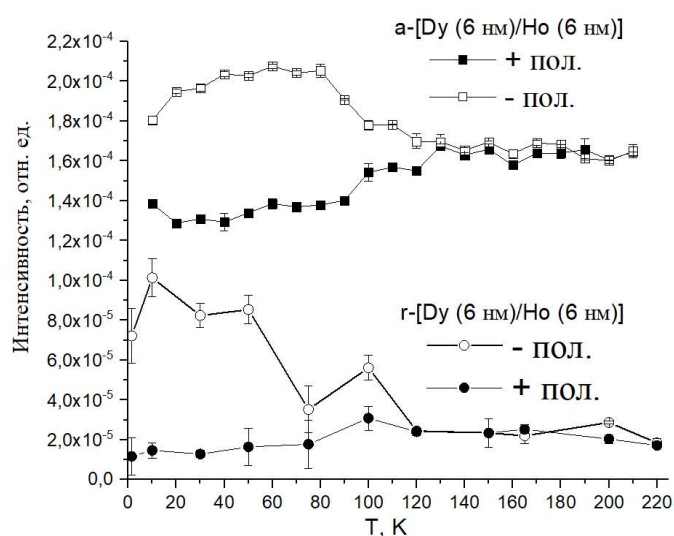


Рисунок 11 — температурная зависимость величины сверхрешёточного брегговского пика для двух полярizations падающего пучка и двух сверхрешёток - r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

объёмных монокристаллов Ho перехода в соизмеримую коническую фазу при $T=17$ К в рассматриваемых наноструктурах, имеющих слои Ho в своём составе.

Анализ интенсивности брегговских рефлексов от периодической слоистой структуры в зависимости от температуры и поляризации падающих на образец нейтронов по спине, позволил заключить, что в слоях Dy в сверхрешётках r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при температурах менее 120 К возникает веерное, а затем ферромагнитное упорядочение (рисунок 11).

Исследование геликоидального магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при различных значениях внешнего магнитного поля также осуществлялось путём измерения спектров нейтронной рефлектометрии при различных значениях внешнего магнитного поля при фиксированной температуре $T=150$ К для плёнки Dy (200 нм), $T=100$ К для сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и $T=50$ К для плёнки Ho (200 нм). Удалось подтвердить сделанные в главе 4 выводы о величинах критического поля, необходимых для разрушения геликоидальной магнитной структуры, однако было исключено полное исчезновение периодических магнитных структур во всех образцах в силу наблюдения слабоинтенсивных магнитных сателлитов даже во внешних полях силой 15 кЭ, превышающих критическое поле. Показано (рисунок 12), что повышение

магнитного поля выше критического значения для периодических магнитных структур в плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) приводит к скачкообразному изменению периода.

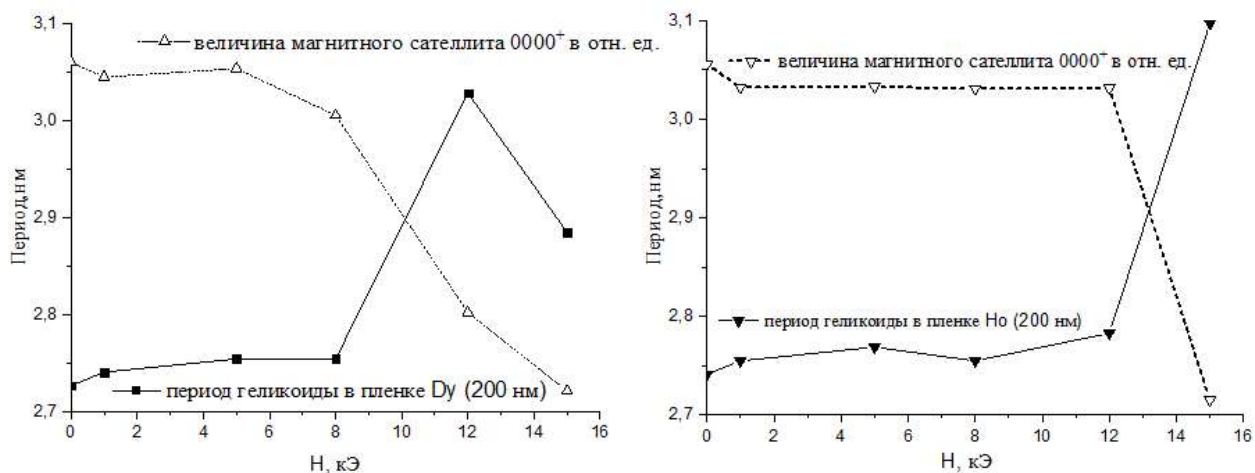


Рисунок 12 — зависимости интенсивности магнитных сателлитов и периодов геликоид в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) от внешнего магнитного поля

В то же время, полевые зависимости периода геликоид и интенсивности магнитных сателлитов в сверхрешётке г-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] не демонстрируют признаков скачкообразного изменения, что указывает на постепенный характер изменения магнитного состояния этой системы с увеличением внешнего магнитного поля.

В заключении представлены основные результаты, полученные в ходе выполнения работы, заключающиеся в следующем:

1. В ходе выполнения поставленных задач, методом магнетронного распыления были успешно синтезированы тонкие плёнки Dy(200нм) и Ho(200нм) и сверхрешётка [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] с текстурой [0001] на подложках сапфира поверх буферного слоя Nb с ранее не наблюдавшимися ориентационными соотношениями $[01\bar{1}2]Al_2O_3 \parallel [110]Nb \parallel [0001]PЗМ$, а также сверхрешётка [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] на подложке сапфира $[11\bar{2}0]Al_2O_3$ с ориентационными соотношениями $[11\bar{2}0]Al_2O_3 \parallel [110]Nb \parallel [0001]PЗМ$.
2. Было установлено, что в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) кристаллическая решётка PЗМ не деформирована, и следовательно, к уменьшению температуры Кюри в тонкой плёнке Dy (200 нм) и подавлению магнитного фазового перехода из геликоидальной в соизмеримую коническую фазу в плёнке Ho (200 нм) приводят размерные эффекты.

3. Было также подтверждено, что в сверхрешётках [Dy/Ho] формируется когерентно распространяющаяся в сверхрешётке длиннопериодическая магнитная структура, состоящая из двух геликоид с различными периодами.

4. Были измерены периоды магнитных геликоид в сверхрешетках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] и тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм), в результате чего обнаружилось, что в сверхрешетках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] периоды магнитных геликоид в слоях Dy и Ho превышают периоды геликоид, наблюдающихся в тонких плёнках Dy(200 нм) и Ho(200 нм).

5. Получены экспериментальные доказательства существования в слоях диспрозия в сверхрешётках [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)] в интервале температур от 50 К до 80 К, и в тонкой плёнке Dy (200 нм) при температурах от 1.5 К до 80 К во внешнем магнитном поле, приложенном в плоскости образца, величиной 1 кЭ, веерного магнитного упорядочения.

ПУБЛИКАЦИИ АВТОРА НА ТЕМУ ДИССЕРТАЦИИ:

Публикации в изданиях из списка ВАК:

1. Магнитные свойства тонких пленок Dy, выращенных на подложках Al_2O_3 с различной кристаллографической ориентацией [Текст] / Девятериков Д.И., Васьковский В.О., Жакетов В.Д., Кравцов Е.А., Макарова М.В., Проглядо В.В., Степанова Е.А., Устинов В.В. // Физика металлов и металловедение. — 2020. — № 121. — С. 1229—1233.

2. Влияние размерных эффектов на температуру кюри в тонких пленках Dy и Ho [Текст] / Девятериков Д.И., Проглядо В.В., Жакетов В.Д., Никитенко Ю.В., Кондратьев О.А., Пашаев Э.М., Субботин И.А., Зверев В.И., Кравцов Е.А., Устинов В.В. // Физика металлов и металловедение. — 2021. — № 122. — С. 499—505.

3. Исследование гелимагнетизма в тонких пленках Dy и Ho методом нейтронной рефлектометрии [Текст] / Девятериков Д.И., Кравцов Е.А., Проглядо В.В., Жакетов В.Д., Никитенко Ю.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. — 2021. — № 6. — С. 3—9.

Прочие публикации:

4. Наблюдение гелимагнетизма в тонких пленках Dy и Ho в сверхрешетке Dy/Ho [Текст] / Д.И.Девятериков, Е.А.Кравцов, В.Д.Жакетов, Ю.В.Никитенко // Конференция по использованию рассеяния нейтронов в исследовании конденсированных сред (РНИКС-2021), Екатеринбург, 27 сентября – 1 октября, 2021: Тез.докл. — Екатеринбург:ИФМ УрО РАН. — 87 с.

5. Influence of dimensional effects on Curie temperature in Dy and Ho thin films [Текст] / D.I.Devyaterikov, V.D.Zhaketov, Yu.V.Nikitenko, E.A.Kravtsov // XXV Международный симпозиум «Нанопфизика и наноэлектроника», Нижний Новгород, 9-12 марта, 2021: Труды симпозиума — Нижний Новгород:Изд-во Нижегородского ун-та. — 117 с.
6. Применение нейтронной рефлектометрии для изучения геликоидального упорядочения в редкоземельных наноструктурах [Текст] / Девятериков Д.И., Кравцов Е.А., Жакетов В.Д., Никитенко Ю.В. // XXIV Уральская международная зимняя школа по физике полупроводников, Екатеринбург, 14-19 февраля, 2022: Тез. докл. — Екатеринбург: ИФМ УрО РАН., 2022. — 290 с.
7. Observation of helimagnetism in Dy/Ho superlattice via neutron reflectivity measurements [Текст] / D.I.Devyaterikov, V.D.Zhaketov, Yu.V.Nikitenko, E.A.Kravtsov // International conference «Condensed Matter Research at IBR-2» (CMR@IBR-2), Dubna, april 25-29, 2022: Programme and Abstracts — Dubna: JINR, 2022. — 192 p.

Отпечатано на ризографе ИФМ УрО РАН тир. 100 зак. №18

Объем 0,8 печ. л. Формат 60x84 1/16

620108, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18