

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

На правах рукописи

Девятериков Денис Игоревич

**Кристаллическая структура и магнитное упорядочение в
сверхрешетках Dy/Ho и тонких плёнках Dy и Ho**

Специальность 1.3.12. Физика магнитных явлений

диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук
Кравцов Евгений Алексеевич

Екатеринбург — 2022

Содержание

Введение.....	4
1 Литературный обзор.....	11
1.1 Общие сведения о редкоземельных металлах.....	11
1.2 Кристаллическая и электронная структура РЗМ.....	11
1.3 Модулированные магнитные структуры.....	15
1.4 Магнитные свойства объёмных монокристаллов Dy и Ho.....	19
1.5 Магнитные свойства тонких плёнок и наноструктур на основе Dy и Ho....	22
2 Экспериментальные методики.....	30
2.1 Применение магнетронного распыления для синтеза тонких плёнок и наногетероструктур.....	30
2.2 Рентгеновская дифрактометрия.....	32
2.3 Метод рефлектометрии поляризованных нейтронов.....	35
2.4 SQUID-магнитометрия.....	42
3 Влияние кристаллографической ориентации подложек Al_2O_3 и материала буферного слоя на кристаллическую структуру и магнитные свойства тонких плёнок Dy.....	44
3.1 исследование кристаллической структуры и магнитных свойств тонких плёнок Dy.....	46
3.2 Заключение к главе 3.....	51
4 Структурные и магнитные свойства тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)].....	52
4.1 структурные свойства тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм), а также двух сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)].....	53
4.2 Температурные 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)].....	55

4.3 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)].....	62
4.4 Заключение по главе 4.....	66
5 Особенности магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)].....	68
5.1 Исследование геликоидального магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при различных температурах.....	68
5.2 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.....	82
5.3 Заключение по главе 5.....	86
Заключение.....	87
Список публикаций по теме работы.....	88
Список литературы.....	89

Введение

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 $[01\bar{1}2] Al_2O_3 \parallel [110] Nb \parallel [0001]$ 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 объемных образцов. Обнаружено подавление магнитного фазового перехода в соизмеримую коническую 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. 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 «Нанозифика и нанозлектроника» (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 семи публикациях, три 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.

1 Литературный обзор

1.1 Общие сведения о редкоземельных металлах

Редкоземельные элементы - группа элементов, к которой причисляют 15 элементов третьей группы шестого периода (лантаниды) и два металла, также относящихся к третьей группе - скандий и иттрий. Причиной объединения этих элементов под одним названием стала чрезвычайная схожесть большинства их физических и химических свойств [1], что обуславливает трудность их сепарации при обогащении РЗМ-содержащих руд [2-4]. Тем не менее, начиная с 1960-ых годов, РЗМ-содержащие сплавы и соединения активно используются для создания редкоземельных магнитов [5], перезаряжаемых батарей [6] и в качестве катализаторов [7].

Необычные магнитные свойства чистых РЗМ, существенно выделяющиеся своим разнообразием среди прочих характеристик этих элементов, также привлекают внимание исследователей [8]. В частности, открытые в них разновидности геликоидального упорядочения представляют интерес как с точки зрения фундаментальной науки, так и при создании спинтронных запоминающих устройств, в которых хранение и запись информации осуществляется путём изменения киральности геликоид [9-12].

Специфика магнитных свойств РЗМ связана с особенностями их электронной структуры, для которой характерно чёткое разделение на локализованные 4f-электроны и делокализованные 5s электроны.

1.2 Кристаллическая и электронная структура РЗМ

За исключением Ce, Sc, Yb, отличающихся от прочих РЗМ также валентностью, и Sm, для кристаллических упорядочений большинства РЗМ при комнатной

температуре характерна гексагональная симметрия. Так, Sc, Y и элементы от Gd до Lu за исключением Yb, всего девять элементов, обладают гексагональной плотноупакованной кристаллической решёткой (ГПУ) с пространственной группой $R63/mmc$ и их объединяют под общим названием "тяжёлые РЗМ". Элементарную ГПУ ячейку можно представить, как правильную гексагональную призму, размеры которой задаются параметрами ячейки a и c , где a соответствует длине ребра, соединяющего между собой атомы в основании призмы, также известном как базис, а c характеризует длину ребра, соединяющего два основания призмы. Дополнительно к 12 атомам в вершинах призмы, ГПУ-ячейка содержит по одному атому в центре верхнего и нижнего базисов и три атома на половине расстояния между ними (рисунок 1.2.1). Кристаллографические направления в кристаллах с гексагональной симметрией элементарных ячеек принято обозначать четырёхзначными индексами Миллера-Браве. Ещё шесть лантанидов обладают двойной гексагональной плотноупакованной кристаллической решёткой (ДвГПУ). Вместе с Sm, их относят к лёгким РЗМ. Металлический радиус атомов РЗМ группы лантанидов и постоянные их решётки практически монотонно уменьшаются с увеличением порядкового номера элемента - этот эффект известен под названием лантаноидного сжатия.

Перечень основных типов кристаллической структуры приведён в таблице 1.2.1 [13].

Таблица 1.2.1 — Электронные свойства и кристаллическая структура РЗМ

Элемент	Z	A	Электронная конфигурация	Радиус,		Тип решётки и	Постоянные решётки	
				Ионный	Металлический		a,	c,
Sc	21	45	$(3d4s)^3$	0.785	1.641	ГПУ	3.31	5.27
Y	39	89	$(4d5s)^3$	0.88	1.801	ГПУ	3.65	5.732
La	57	139	$4f^0(5d6s)^3$	1.061	1.879	ДвГПУ	3.77	12.17
Ce	58	140	$4f^15d^16s^3$	1.034	1.825	ГЦК	5.16	-
Pr	59	141	$4f^36s^2$	1.013	1.828	ДвГПУ	3.67	11.83
Nd	60	144	$4f^46s^2$	0.995	1.821	ДвГПУ	3.66	11.8

Pm	61	145	$4f^5 6s^2$	0.979	1.811	ДвГПУ	3.65	11.65
Sm	62	150	$4f^6 6s^2$	0.964	1.804	ромб.	3.63	26.21
Eu	63	152	$4f^7 6s^2$	0.95	2.042	ОЦК	4.58	-
Gd	64	157	$4f^7 5d^1 6s^2$	0.938	1.801	ГПУ	3.63	5.78
Tb	65	159	$4f^9 6s^2$	0.923	1.783	ГПУ	3.61	5.7
Dy	66	163	$4f^{10} 6s^2$	0.808	1.774	ГПУ	3.59	5.65
Ho	67	165	$4f^{11} 6s^2$	0.894	1.766	ГПУ	3.58	5.62
Er	68	167	$4f^{12} 6s^2$	0.881	1.757	ГПУ	3.56	5.59
Tm	69	169	$4f^{13} 6s^2$	0.869	1.746	ГПУ	3.54	5.55
Yb	70	173	$4f^{14} 6s^2$	0.858	1.939	ГЦК	5.49	-
Lu	71	175	$4f^{14} 5d^1 6s^2$	0.848	1.735	ГПУ	3.51	5.55

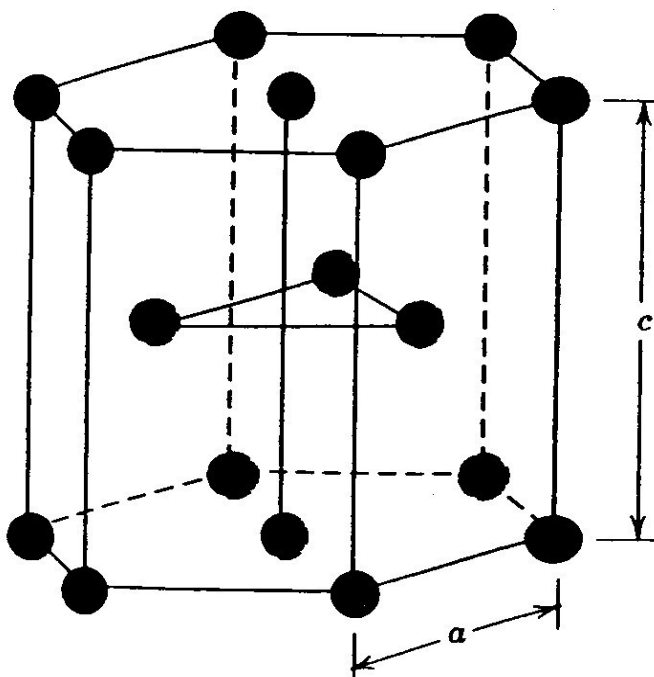


Рисунок 1.2.1 — элементарная ячейка ГПУ решётки

Электронная структура РЗМ, за исключением Sc и Y, определяется общей электронной формулой $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2 4p^6 4d^{10} 4f^n 5s^2 5p^6 5d^{0(1)} 6s^2$, где $n=0$ соответствует электронной конфигурации лантана, а $n=14$ — лютеция и иттербия. f-электроны РЗМ в конденсированных средах остаются локализованными (рисунок 1.2.2).

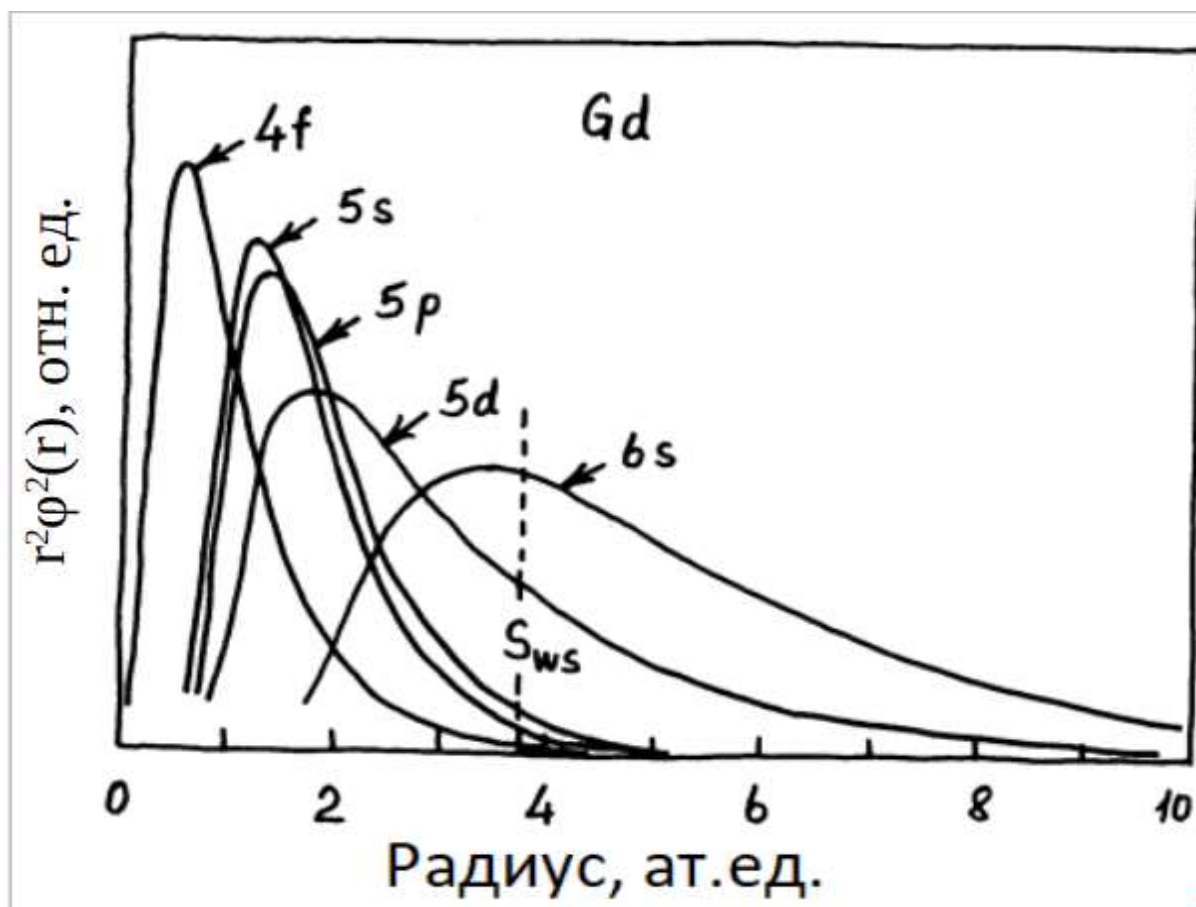


Рисунок 1.2.2 — Радиальная плотность электронных оболочек атома Gd

Большинство РЗМ в конденсированном состоянии трёхвалентны, причём валентными являются три электрона с внешней d- и s-оболочки. Исключением из этого правила выступают Eu и Yb, f-оболочка которых, стремясь к заполнению ровно наполовину ($4f^7$) или полностью ($4f^{14}$), забирает один электрон с внешних электронных оболочек, снижая валентность до двух, а также Ce, единственный 4f электрон которого может коллективизироваться в некоторых соединениях, повышая валентность Ce в них до четырёх.

Очевидная корреляция между особенностями электронной структуры и кристаллическим упорядочением в РЗМ получила объяснение в работах [14-15]. Последовательность типов кристаллического упорядочения ГПУ- ромб. типа Sm - ДвГПУ - ГЦК в трёхвалентных РЗМ, оказалась связана с количеством d-электронов на атом (s зона смещается к d зоне с ростом зарядового числа и перетягивает к себе d электроны). В работе [16] было установлена аналогичная

взаимосвязь между переходом ГПУ - ГЦК - ОЦК в двухвалентных металлах и количеством d-электронов на атом. В то время как электронная структура d-орбитали РЗМ определяет тип кристаллической решётки, лантаноидное сжатие является следствием неполного экранирования внутренней 4f-оболочкой заряда ядра, что приводит к сжатию внешней электронной оболочки РЗМ с увеличением заряда ядра.

1.3 Модулированные магнитные структуры

Специфическая электронная структура обуславливает сложные магнитные свойства тяжёлых редкоземельных металлов. Наиболее интересны встречающиеся в монокристаллах, соединениях РЗМ и РЗМ-содержащих наноструктурах различные типы длиннопериодических или модулированных магнитных структур, т. е. такие виды магнитного упорядочения, при которых величина и/или направление магнитного момента атома кристаллической решётки меняется периодическим образом, но период таких изменений несоизмерим с периодом кристаллической решетки. Нейтронная дифрактометрия позволила обнаружить подобные типы магнитного упорядочения сначала в соединении MnAu_2 [17-18], а потом и в тяжёлых РЗМ [19-20]. Так, в Tb, Dy, Ho была обнаружено существование геликоидального магнитного упорядочения в определённом диапазоне температур (указан в таблице 1.3.1). Данное магнитное упорядочение, характеризуется нулевым совокупным магнитным моментом. В то же время, магнитный момент атомов, принадлежащих одной плоскости [0001] ГПУ решётки Tb, Dy и Ho, не равен нулю и лежит в этой плоскости, поворачиваясь на фиксированный угол при переходе к следующим атомным плоскостям (рисунок 1.3.1 е). Таким образом, концы вектора намагниченности описывают спираль при перемещении вдоль оси c. При более низких температурах в Ho наблюдается разновидность геликоидального магнитного упорядочения, при котором вдоль оси

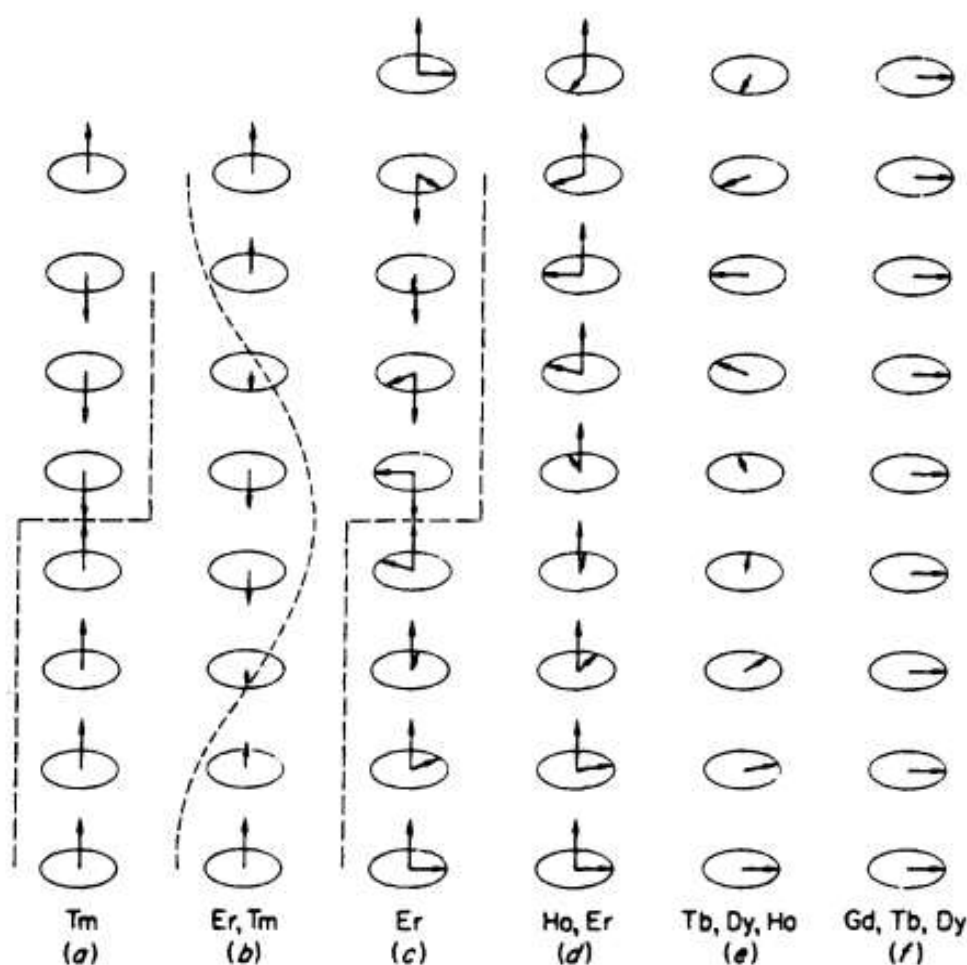


Рисунок 1.3.1 — Модулированные магнитные структуры в тяжёлых РЗМ

с возникает ненулевая макроскопическая составляющая магнитного момента — коническое магнитное упорядочение (рисунок 1.3.1 d).

Иной тип модулированной магнитной структуры характерен для Er и Tm: так называемая линейная волна спиновой плотности, с магнитными моментами, направленными исключительно вдоль оси c , чья величина меняется по гармоническому закону (рисунок 1.3.1 b). При понижении температуры, магнитное упорядочение в Er и Tm также претерпевает изменения, в случае Tm образуя [21-22] сначала магнитную структуру с соизмеримым с постоянной c элементарной ячейки периодом и неизменной величиной магнитного момента, переключающегося между направлениями «сонаправлен оси c » и

«противонаправлен оси c » (рисунок 1.3.1 а). В Er аналогичная магнитная структура сопровождается появлением перпендикулярной оси c компоненты [23], описывающей геликоиду (рисунок 1.3.1 с). Наконец, при температуре $T_C=20$ К, в Er появляется коническое магнитное упорядочение, аналогичное наблюдающемуся в Ho.

Таблица 1.3.1 — Значения температур магнитных фазовых переходов в тяжёлых РЗМ

	T_N	T_{C1}	T_{C2}
Dy	181.5 К	85 К	-
Ho	133 К	20 К	-
Er	85 К	53.5 К	19.6 К
Tm	56 К	22 К	-
Tb	230 К	221 К	-
Gd	-	293.2 К	-

Период модулированных магнитных структур в тяжёлых РЗМ не является постоянной величиной и зависит от температуры, как можно видеть на рисунке 1.3.2. При этом в Ho, Er, Tm, при температурах ниже температуры Кюри, период магнитной структуры становится соизмеримым с постоянной решётки c . В то же время для Tb и Dy характерно формирование ферромагнитного упорядочения с осью магнитной анизотропии перпендикулярной оси c . Среди тяжёлых РЗМ выделяется Gd, чья наполовину заполненная 4f электронная оболочка в конденсированном состоянии приводит к полному отсутствию длиннопериодических модулированных магнитных структур в монокристаллах Gd – вместо этого в нём при температурах ниже T_C формируется ферромагнитное упорядочение с осью магнитной анизотропии вдоль оси c [24].

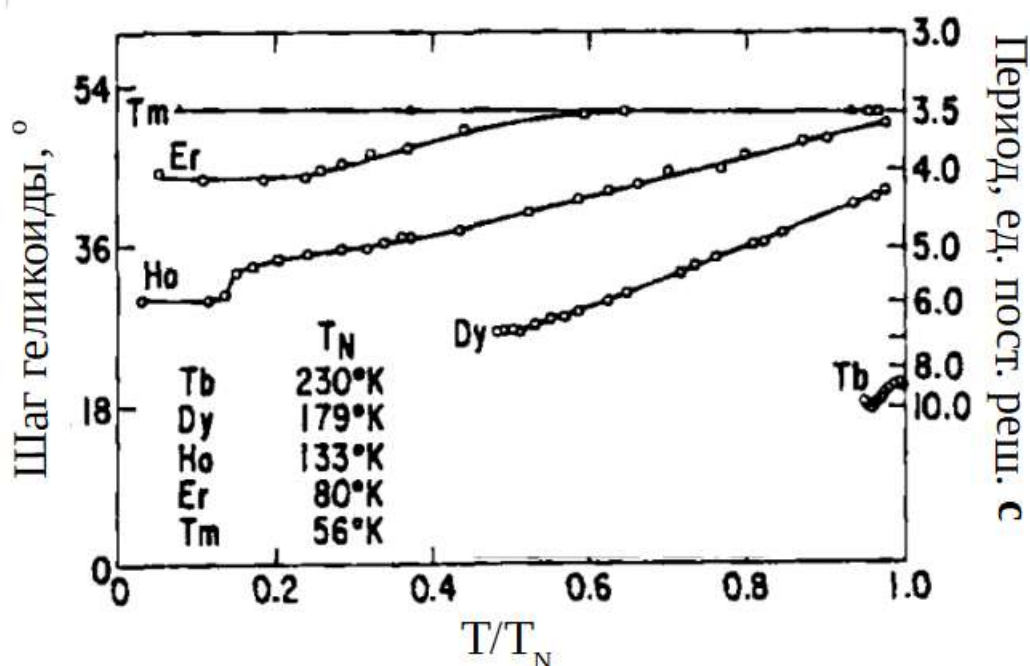


Рисунок 1.3.2 — Периоды модулированных магнитных структур в РЗМ в единицах постоянных решётки

Ферромагнитное, геликоидальное и спиральное магнитные упорядочения в РЗМ удобно описывать при помощи волнового вектора спирали \vec{q} и угла отклонения магнитного момента от оси c θ . Компоненты вектора намагниченности в i -ом узле кристаллической решётки при этом будут описываться, как:

$$J_{ic} = \vec{J} \cos(\theta), J_{ia} = \vec{J} \sin(\theta) \cos(\vec{q} * \vec{R}_i), J_{ib} = \vec{J} \sin(\theta) \sin(\vec{q} * \vec{R}_i) \quad (1)$$

где обозначения a , b и c относятся к базисным векторам ГПУ решётки. В общем виде (1) описывает коническую структуру с периодом $2\pi/q$, $\theta = \pi/2$ при $q \neq 0$ описывает магнитный геликоид, а при $q = 0$ - ферромагнитное упорядочение, с осью магнитной анизотропии, направленной под углом θ к оси c .

1.4 Магнитные свойства объёмных монокристаллов Dy и Ho

Рассмотрим подробнее магнитные свойства объёмных Dy и Ho. Объёмный Dy в конденсированном состоянии обладает магнитным моментом в $10.6 \mu_B$ на атом и при понижении температуры испытывает ряд магнитных фазовых переходов. Было показано экспериментально [25-26] и объяснено теоретически [27-28], что переход из парамагнитной фазы в геликоидальную в нулевом внешнем магнитном поле происходит через промежуточную вихревую фазу, существующую в узком температурном интервале (0.5 К) вблизи температуры Нееля $T_N=181.5$ К. В силу малости температурного диапазона, при котором существует вихревая фаза, и сложности экспериментального определения факта её существования, в главах 3-5 под температурой Нееля Dy будет пониматься переход из парамагнитного состояния в геликоидальную магнитную фазу. Из гелимагнитной фазы в ферромагнитную с осью магнитной анизотропии вдоль направления **a** элементарной ячейки Dy переходит при $T_C=85$ К (рисунок 1.4.1).

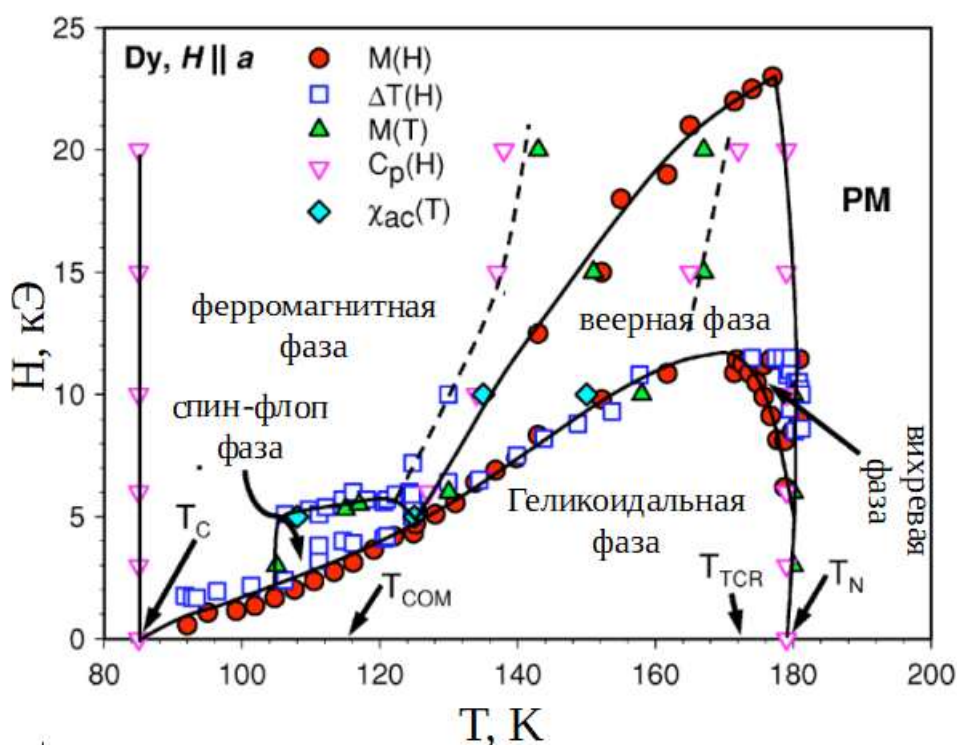


Рисунок 1.4.1 — Магнитная фазовая диаграмма монокристалла Dy в координатах H-T [29]

При приложении магнитного поля вдоль оси лёгкого намагничивания a магнитная фазовая диаграмма Du значительно усложняется (рисунок 1.4.1). Так, установлено, что магнитный фазовый переход из геликоидального магнитного упорядочения в ферромагнитное состояние, может быть вызван приложением внешнего магнитного поля в базовой плоскости Du , причём величина критического поля растёт линейно с повышением температуры. При этом, по данным магнитометрических, магнитокалориметрических и нейтронографических измерений [30-32] в диапазоне температур 120 — 180 К и полей 5— 23 кЭ магнитный геликоид сначала превращается в так называемое веерное магнитное упорядочение, а уже с дальнейшим увеличением внешнего магнитного поля веерная фаза сменяется ферромагнитной. Веерное магнитное упорядочение схоже с геликоидальным в том, что все магнитные моменты лежат в базисной плоскости ГПУ решётки, и поворачиваются при переходе к следующей атомной плоскости вдоль оси c . Однако, в отличие от геликоидального магнитного упорядочения, угол поворота не является постоянной величиной, и общая намагниченность монокристалла не является равной нулю. В случае Du , направление вектора намагниченности совпадает с направлением внешнего магнитного поля. В работах [33-34] отмечалось, что в некоторых диапазонах температур и полей, в монокристаллах Du имелись признаки одновременного существования ферромагнитной/веерной и геликоидальной фазы. Как показано в [35], период геликоидальной магнитной фазы в Du существенным образом зависит от температуры, уменьшаясь с её ростом. При этом в работах [36-37] отмечается, что при некоторых температурах, период геликоидальной магнитной фазы в Du меняется скачкообразно, приходя к значению, соизмеримому с периодом постоянной решётки c .

Также, как и для Du , в Ho магнитный момент на атом достигает больших значений - 10.3 μ_B . При понижении температуры гольмий испытывает два магнитных фазовых перехода — из парамагнитного состояния в гелимагнитную фазу при температуре Нееля $T_N=133$ К, и из гелимагнитной фазы в соизмеримую

коническую фазу со слабой ферромагнитной компонентой вдоль оси c элементарной ячейки при $T_c=20$ К. Магнитные свойства Ho при низких температурах при приложении внешнего магнитного поля вдоль оси лёгкого намагничивания, сонаправленной с осью b элементарной ячейки, также заслуживают отдельного рассмотрения.

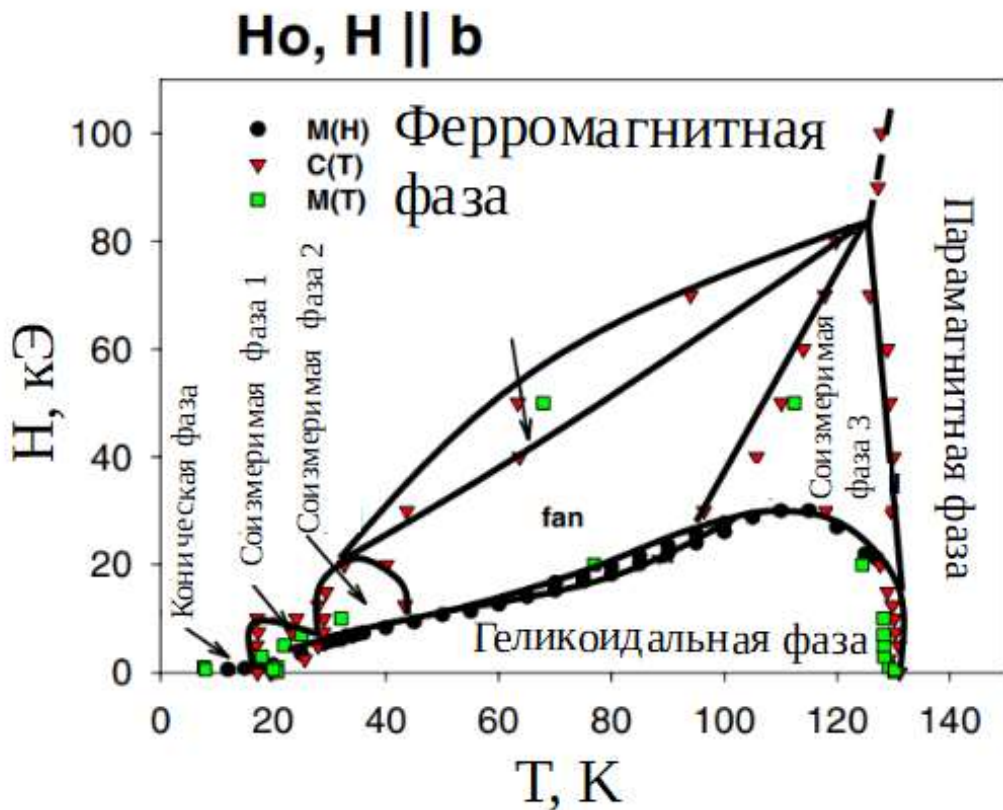


Рисунок 1.4.2 — Магнитная фазовая диаграмма Ho в координатах H - T [38]

В Ho наблюдается индуцированный внешним магнитным полем, приложенным в базисной плоскости, переход в ферромагнитное состояние из геликоидального упорядочения через промежуточную веерную фазу. Критическое поле такого перехода также возрастает линейно с ростом температуры. Отличительной чертой Ho является переход из геликоидальной в соизмеримую коническую фазу, происходящий при температуре 20 К в нулевом внешнем магнитном поле. Приложение внешнего магнитного поля силой более 500 Э разрушает и коническую фазу, при этом магнитный момент конической фазы Ho , направленный вдоль оси c , переориентируется параллельно лежащему в базовой

ab плоскости внешнему полю. Другой особенностью Ho является наличие протяжённых областей на фазовой диаграмме, где волновой вектор \mathbf{q} геликоиды принимает соизмеримые с периодом с элементарной ячейки Ho значения. Так, переход из геликоидальной в коническую фазу происходит при фиксированном значении $q = \frac{1}{6} * c$ [39]. В то же время, в работах [40-42] были обнаружены признаки существования особого типа соизмеримой фазы, называемой спин-слип фазой, в ещё двух областях магнитной фазовой диаграммы Ho при 30-40 К и 100-120 К, с $q = \frac{2}{11} * c$ и $q = \frac{5}{27} * c$ соответственно. Было обнаружено, что влияние перехода в соизмеримую фазу на магнитные свойства образца сильно зависит от особенностей его кристаллической структуры [43].

1.5 Магнитные свойства тонких плёнок и наноструктур на основе Dy и Ho

Хотя магнитные свойства тяжёлых РЗМ изучены уже достаточно хорошо, редкоземельные тонкие плёнки, многослойные наноструктуры и, в частности, свёрхрешётки, состоящие из чередующихся слоёв различных РЗМ, либо из слоёв РЗМ, разделённых слоями похожего по типу кристаллической решётки и близкими по величине постоянными решётки, остаются малоизученными. Развитие методов синтеза планарных наноструктур позволило получать слоистые системы с заранее заданными ориентационными соотношениями между различными слоями и квазимонокристаллической структурой этих слоёв. Подобные эпитаксиальные плёнки представляют собой подходящие модельные системы для исследования влияния размерных эффектов, эпитаксиальных напряжений и межслойного обменного взаимодействия между слоями РЗМ.

Влияние размерных эффектов на температуру Нееля в тонких плёнках Ho было изучено в [44]. Выяснилось, что возникновение геликоидальной магнитной

фазы в Ho требует толщины соответствующего слоя как минимум в пяти монослоёв, а температура Нееля, выступающая в качестве параметра порядка этой фазы, резко возрастает вплоть до достижения толщины слоя Ho в 8 монослоёв. В более толстых (5000 Å) плёнках Ho удалось [45] обнаружить при помощи нейтронной дифракции образование спин-слип фаз с $q = \frac{4}{21} * c^*$ и $q = \frac{1}{5} * c^*$ вместо соизмеримой конической фазы $q = \frac{1}{6} * c^*$, наблюдаемой в объёмном Ho .

Температура Нееля слоёв Ho в сверхрешётках Ho/Y , как было показано в [46], также чрезвычайно зависит и от толщины слоя Y (рисунок 1.5.1). Помимо этого, при температурах ниже 20 К авторы обнаружили отсутствие перпендикулярной базисной плоскости компоненты магнитного момента в слоях Ho , что означает подавление перехода из геликоидального магнитного упорядочения в коническую фазу в них.

Другим интересным эффектом, наблюдаемым в сверхрешётках из чередующихся слоёв РЗМ и Y , а также двух РЗМ с различными направлениями осей магнитной анизотропии, является появление в них модулированных вдоль оси c РЗМ длиннопериодических магнитных структур (рисунок 1.5.2), распространяющихся когерентно между слоями РЗМ. Данное явление наблюдалось, например, в изученных в работе [47] сверхрешётках Ho/Y , где результаты нейтронной дифракции удалось объяснить при помощи модели, предполагающей наличие двух фиксированных углов поворота магнитного момента, один из которых определяет период магнитного геликоида непосредственно в слоях Ho , а второй — зависящий от толщины слоя сдвиг фазы магнитного геликоида. Величина этих углов изменяется по-разному в зависимости от температуры: в то время как в Ho наблюдается типичное для тонких плёнок и монокристаллов Ho уменьшение c с уменьшением температуры, второй угол, определяющий величину разности фаз между концами геликоид в прилегающих к слою Y слоях Ho , от температуры практически не зависит (рисунок 1.5.3). Другой

особенностью слоёв Ho в некоторых исследованных сверхрешётках, по аналогии с ранее обсуждавшейся тонкой плёнкой Ho (5000 Å), является появление большого числа спин-слип фаз при понижении температуры [48].

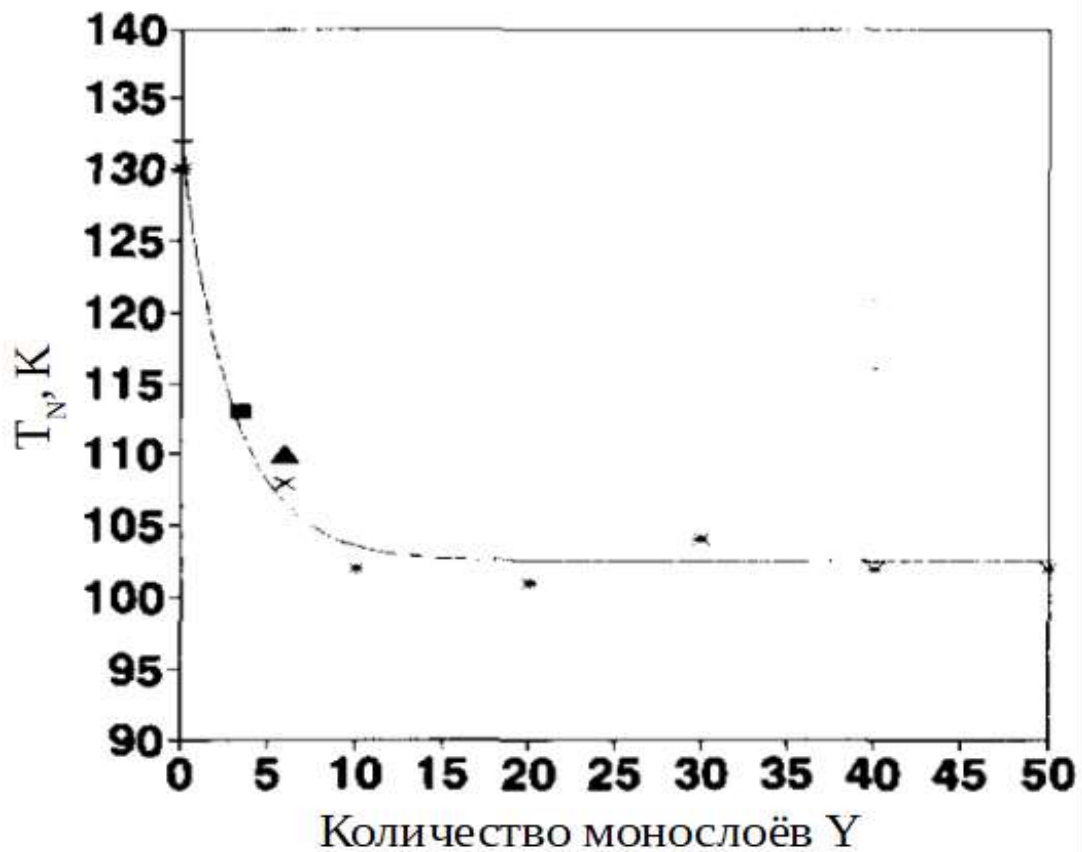


Рисунок 1.5.1 — Зависимость T_N слоёв Ho в сверхрешётке Dy/Ho от числа атомных монослоёв в слоях спейсера из Y

В то же время, в ходе исследования аналогичных сверхрешёток, состоящих из слоёв Dy, разделённых слоями Y, было установлено, что эпитаксиальные напряжения в слоях Dy в сверхрешётке Dy/Y, приводят к полному подавлению фазового перехода из геликоидального магнитного упорядочения в ферромагнитное при понижении температуры [49]. Напротив, в сверхрешётках Dy/Lu наблюдается почти двукратное увеличение T_C Dy, что объясняется также влиянием эпитаксиальных напряжений [50-51]. Магнитные измерения сверхрешёток Dy/Zn [52] позволили установить, что свойства слоёв Dy, а именно

— направление оси магнитной анизотропии в базисной плоскости **ab** либо вдоль оси **c**, могут сильно зависеть от выбранного метода синтеза сверхрешётки.

Моделирование магнитного упорядочения по результатам нейтронографического исследования сверхрешётки $[\text{Dy}(42 \text{ \AA}) / \text{Y}(38 \text{ \AA})] \times 64$ показало [54], что магнитный геликоид в Dy по-видимому сохраняет фазовую когерентность в 4-5 бислоях. При этом приложение внешнего магнитного поля вдоль базисной плоскости Dy при низких температурах приводит к появлению метастабильного ферромагнитного упорядочения в Dy и безвозвратному уничтожению геликоидального магнитного упорядочения.

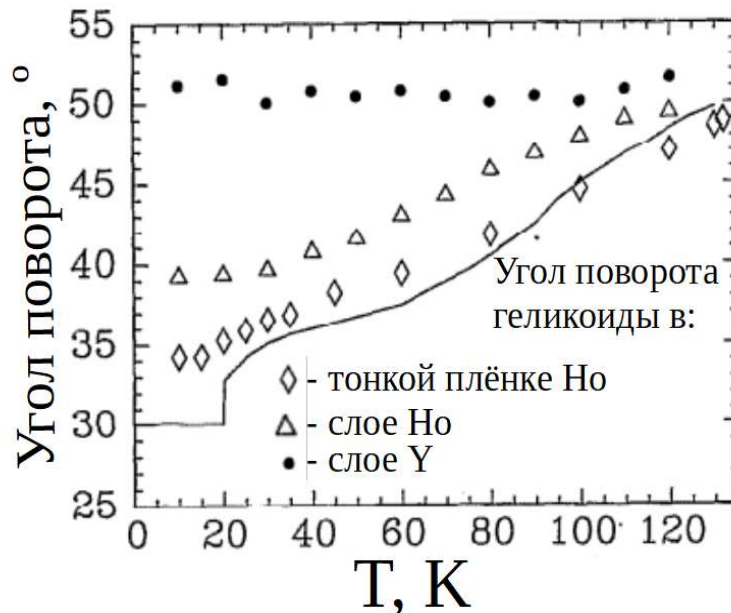


Рисунок 1.5.3 — Зависимость углов поворота геликоида в слоях Y и Ho от температуры

Дальнейшие исследования сверхрешёток типа Dy/Y [55] показали существенные отличия в температурных зависимостях периода магнитного геликоида в слоях Dy и в объёмном Dy (рисунок 1.5.4): так, во всех исследованных сверхрешётках период геликоида в Dy перестаёт изменяться при $T \leq 60 \text{ K}$, при этом в системах с толщиной слоёв спейсера в 9 монослоёв Y, в слоях Dy формируется соизмеримая с периодом решётки Dy магнитная фаза с

$q = \frac{1}{6} * c^*$. Характерная длина фазовой когерентности магнитного геликоида растёт с уменьшением толщины слоя.

Другой интересной с научной точки зрения разновидностью сверхрешёток на основе РЗМ, являются системы Dy/Gd, в зависимости от температуры и величины внешнего магнитного поля представляющие собой системы геликоидальный магнетик/ферромагнетик либо ферромагнетик ($\vec{M} \in ab$) / ферромагнетик ($\vec{M} \parallel c$).

При исследовании данных систем с различными толщинами слоёв Dy [56] были обнаружены существенные отличия в поведении магнитного геликоида в слоях из-за интерфейсных эффектов на границе со слоями Gd. Так, в слоях Dy с толщиной менее $d \approx 15 \text{ \AA}$ наблюдается установление веерного магнитного упорядочения, причём с уменьшением температуры угол между магнитными моментами атомов Dy в соседних атомных плоскостях уменьшается. В то же время, в сверхрешётках Dy/Gd с характерными толщинами слоёв Dy $d \approx 30 \text{ \AA}$, по данным упругого когерентного рассеяния поляризованных нейтронов наблюдается формирование «суперспирального» магнитного упорядочения, при котором магнитный геликоид ориентирует магнитные моменты в слое Gd таким образом, чтобы они были параллельны магнитным моментам на концах граничащих с ним слоёв Dy. Это означает, что при изменении периода геликоида с температурой, вектор намагниченности в слоях Gd будет также изменять своё направление. Исследование аналогичных систем, изготовленных методом магнетронного распыления, опять показало важность метода синтеза для магнитных свойств сверхрешётки. Так в описанной в [57-59] сверхрешётке [Dy (60 \AA)/Gd (60 \AA)] \times 20 было обнаружено веерное упорядочение в слоях Dy, когерентно распространяющееся между слоями.

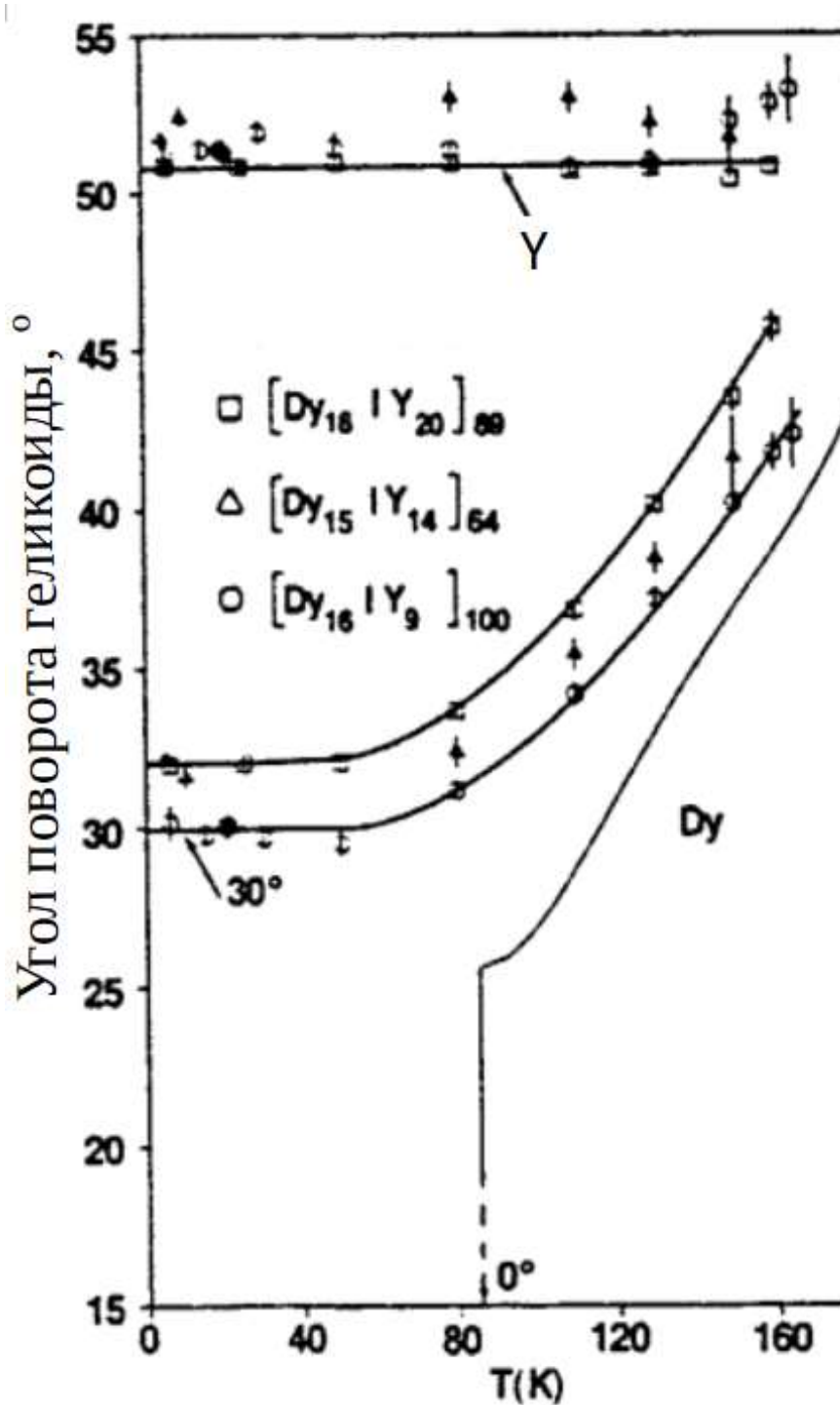


Рисунок 1.5.4 — Углы поворота геликоид в объёмном Dy и слоях Dy сверхрешёток с различными толщинами спейсера Y в зависимости от температуры

Одной из наименее исследованных систем на настоящий момент остаются сверхрешётки типа Dy/No, состоящие из чередующихся слоёв двух геликоидальных магнетиков с различными периодами геликоид. Магнитометрические исследования [60] двух сверхрешёток $[Dy (42 \text{ \AA})/No (84 \text{ \AA})]$

и [Dy (84 Å)/Ho (42 Å)] позволили предположить, на основании схожести в результатах с объёмными Dy и Ho, что межслойное взаимодействие в данных сверхрешётках отсутствует, однако авторы [61], исследовавшие сверхрешётки Dy(90 Å)/Ho(31 Å) и Dy(45 Å)/Ho (62 Å), напылённые методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках $[11\bar{2}0]$ Al₂O₃, используя упругое когерентное рассеяние поляризованных нейтронов, пришли к противоположным выводам. Согласно результатам эксперимента, в этих сверхрешётках формируется длиннопериодическая геликоидальная магнитная структура, когерентно распространяющаяся по сверхрешетке. Температура Нееля для формирования геликоидального магнитного упорядочения в слоях Dy та же, что и для объёмных монокристаллов; для слоев Ho она несколько увеличена ($T_N=135-140$ К) по сравнению с объёмным Ho. Периоды геликоид в слоях Dy и Ho отличаются от таковых в объёмных Dy и Ho (рисунок 1.5.5), а переход в ферромагнитную фазу в слоях Dy полностью подавлен, так что вплоть до температуры $T = 2$ К в сверхрешетке сохраняется геликоидальное магнитное упорядочение. Из анализа дифрактограмм в [61] была оценена магнитная длина когерентности в сверхрешётках – она составляет не менее 40 монослоев, т.е. магнитный порядок когерентно распространяется на несколько бислоев сверхрешетки.

Хотя результат исследования магнитных свойств сверхрешёток Dy/Ho представляет интерес, оценка влияния размерных эффектов и эпитаксиальных напряжений на эти свойства невозможна в силу отсутствия таких данных. При этом, синтез подобных систем, предназначенных для исследования методом упругого когерентного рассеяния нейтронов, осложнён необходимостью обеспечить наличие достаточного количества исследуемого материала в образце. Применение метода нейтронной рефлектометрии позволяет снизить подобные требования к количеству материала.

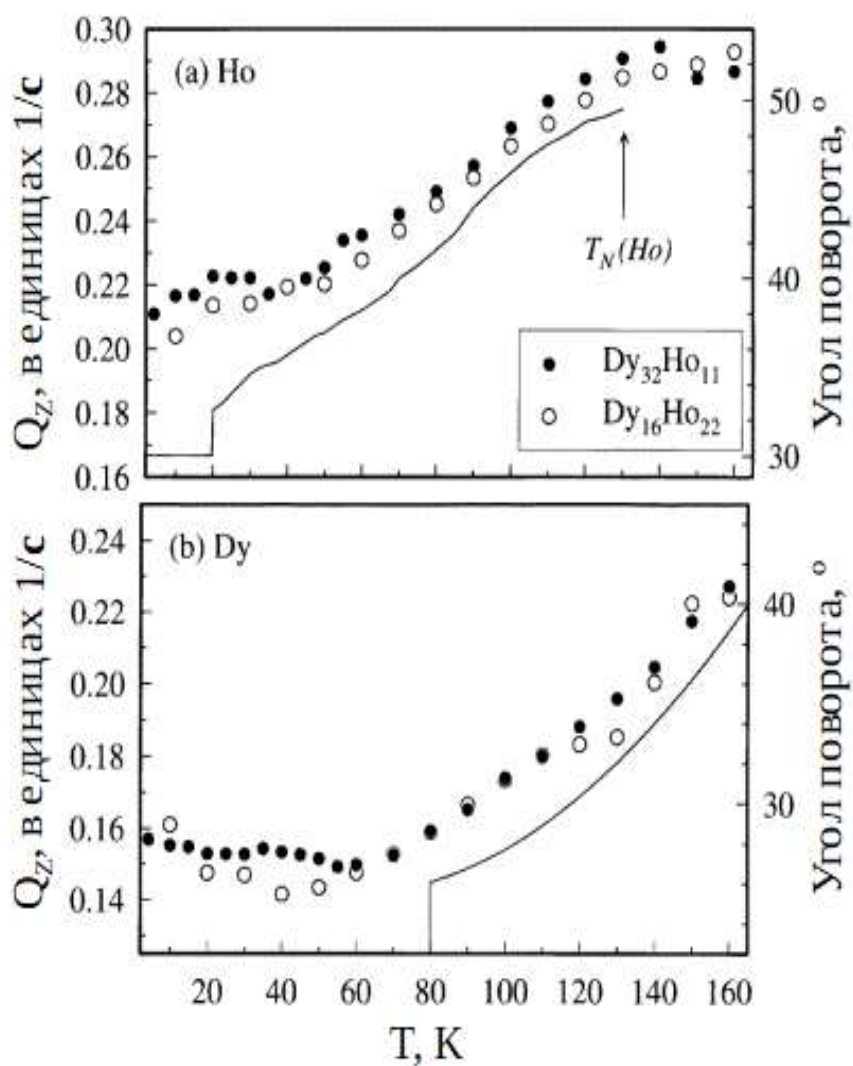


Рисунок 1.5.5 — Углы поворота геликоид в слоях Dy (b) и Ho (a) в сверхрешётках Dy/Ho и в объёмном Dy и Ho в зависимости от температуры

2 Экспериментальные методики

Данная глава посвящена обзору экспериментальных методов, использованных для определения кристаллической и магнитной структуры наноструктур на основе Dy и Ho. В ней кратко рассмотрен метод синтеза тонкоплёночных покрытий и многослойных наногетероструктур — магнетронное распыление, и методы характеристики данных наноструктур: рентгеновская дифрактометрия, рефлектометрия поляризованных нейтронов и SQUID магнитометрия.

2.1 Применение магнетронного распыления для синтеза тонких плёнок и наногетероструктур

Одним из методов синтеза покрытий и тонкоплёночных наноструктур является их послойное напыление при помощи высоковакуумных магнетронных установок. Магнетроны — устройства, состоящие из системы коаксиальных (а позже плоских) электродов со скрещенными магнитным и электрическим полями, были сконструированы ещё в начале 20-ого века [62]. Впоследствии, магнетрон начал применяться для напыления плёнок и покрытий высокого качества [63-64]. Принцип действия установок магнетронного распыления (рисунок 2.1.1) заключается в создании магнетронного разряда над поверхностью катода, представляющего собой металлическую мишень, состоящую из атомов напыляемого вещества. Под мишенью расположен магнитный блок, предназначенный для создания неоднородного магнитного поля над поверхностью мишени. При подаче на катод напряжения, над мишенью образуется кольцеобразная область скрещенных электрического и магнитных полей, в которой удерживается плазма из эмитированных с поверхности катода электронов. Проходящие через магнетронный разряд атомы благородных газов ионизируются и, притягиваясь к поверхности катода, выбивают из неё атомы напыляемого

вещества, осаждающиеся на закреплённой напротив катода подложке. Преимуществом магнетронного распыления в сравнении с безмагнитным катодным распылением, является существенный прирост в ионном токе на катод и скорость ионного распыления, что позволяет достигать скорости роста покрытий ~ 1 мкм/мин [65], а в сравнении с термовакuumным испарением, магнетронное распыление обеспечивает большую кинетическую энергию (1-10 эВ) распылённых частиц [66], что существенно влияет на свойства получаемых покрытий [67-68].

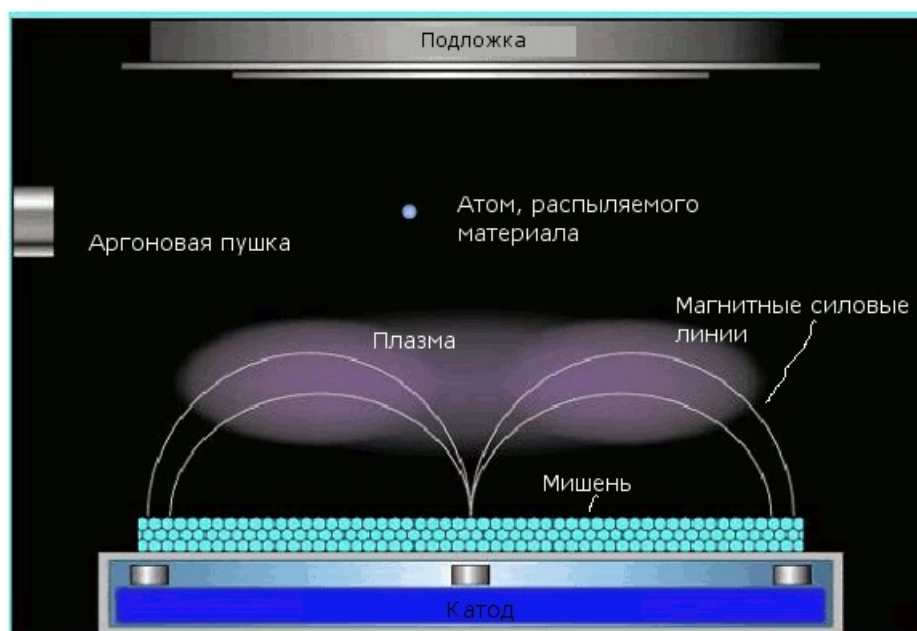


Рисунок 2.1.1 — Принципиальная схема установки магнетронного распыления

Тонкие плёнки РЗМ и РЗМ-содержащие сверхрешётки, рассматриваемые в данной работе, были синтезированы на установке прецизионного магнетронного напыления MPS 4000 C6 (ULVAC, Япония) при давлении в ростовой камере 10^{-8} Торр по следующей схеме: изначально, подложки (сапфир) отжигались при $T=435$ °С в течении одного часа. Затем, при этой же температуре наносился буферный слой толщиной 400 \AA при давлении паров 100 мбар, после чего при температуре $T=150$ °С происходил синтез редкоземельных слоёв наноструктуры, а также напыление защитного поверхностного слоя $100\text{-}150 \text{ \AA}$ толщиной.

Всего в данной работе рассматривается 8 синтезированных методом магнетронного распыления образцов, приведённых в таблице 2.1.1

Таблица 2.1.1 — Структурные формулы синтезированных образцов

	подложка	Буферный слой	структура	Защитный слой
№1	Al_2O_3 [01 $\bar{1}2$]	Nb (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)
№2	Al_2O_3 [01 $\bar{1}2$]	Ta (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)
№3	Al_2O_3 [11 $\bar{2}0$]	Nb (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)
№4	Al_2O_3 [11 $\bar{2}0$]	Ta (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)
№5	Al_2O_3 [01 $\bar{1}2$]	Nb (40 нм)	Dy (200 нм)	V (15 нм)
№6	Al_2O_3 [01 $\bar{1}2$]	Nb (40 нм)	Ho (200 нм)	V (15 нм)
№7	Al_2O_3 [01 $\bar{1}2$]	Nb (40 нм)	[Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)] \times 34	Nb (10 нм)
№8	Al_2O_3 [11 $\bar{2}0$]	Nb (40 нм)	[Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)] \times 34	Nb (10 нм)

Работы по синтезу образцов осуществлялись совместно с сотрудником лаборатории квантовой наноспинтроники ИФМ УрО РАН Проглядо В.В.

2.2 Рентгеновская дифрактометрия

Метод рентгеновской дифрактометрии использует способность падающего на образец рентгеновского излучения упруго рассеиваться на электронных оболочках атомов, входящих в состав образца. При этом, рассеивающие центры становятся источниками вторичных волн. В случае, если рассеяние пучка когерентного рентгеновского излучения происходит на атомах кристаллической решётки, вторичные волны, расходящиеся от атомов, принадлежащих параллельным атомным плоскостям, могут интерферировать между собой, приводя к появлению дифракционных максимумов, называемых также брэгговскими пиками или рефlekсами. Необходимым условием конструктивной интерференции вторичных волн является равенство разницы в длине оптического

пути отражённых от соседних атомных плоскостей пучков излучения целому числу длин волн этого излучения (рисунок 2.2.1).

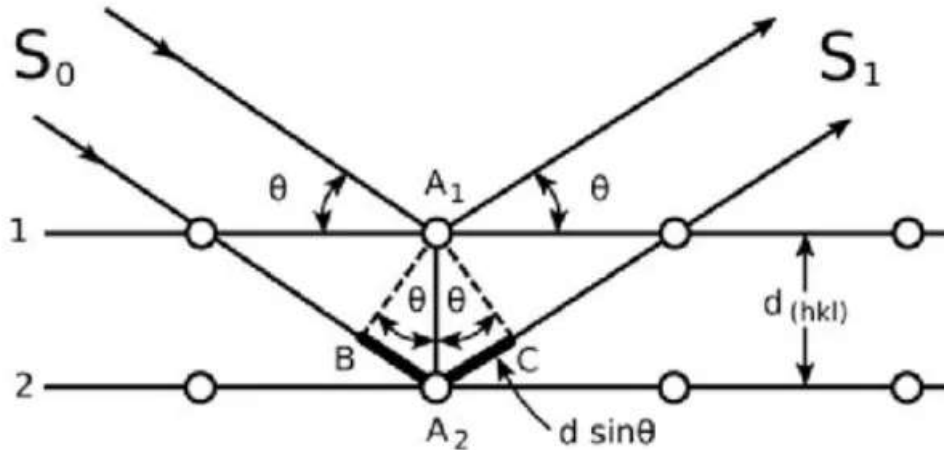


Рисунок 2.2.1 — Зеркальное отражение от атомных плоскостей и интерференция отражённых пучков рентгеновского излучения

Данное соотношение может быть записано в виде выражения, называемого формулой Вульфа-Брэгга:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda, \quad (1)$$

где θ — угол между падающим (отражённым) пучком и атомными плоскостями, d межплоскостное расстояние, λ — длина волны падающего излучения, n — порядок дифракционного максимума.

При этом, выбор рентгеновского диапазона (от 10^2 до 10^{-3} нм.) для исследования кристаллических решёток обусловлен тем, что в этот диапазон укладываются длины волн, примерно соответствующие по величине постоянным кристаллических решёток кристаллов.

Использование условия Вульфа-Брэгга (1) для нахождения межплоскостного расстояния является основой метода рентгеновской дифрактометрии. В зависимости от объёма априорной информации о кристаллической структуре образца, данный метод позволяет определить его фазовый состав, наличие текстуры вдоль выбранного направления, величину эпитаксиальных напряжений в образце [69-70] и т.д.

Появление параболических рентгеновских зеркал из многослойных наногетероструктур [71], способных отражать до 70% падающего в определённом диапазоне углов излучения, преобразуя расходящийся первичный пучок в параллельный, позволило реализовать в рентгеновских дифрактометрах оптическую схему, изображённую на рисунке 2.2.2. Геометрические размеры пучка в позиции образца в этом случае поддаются регулировке в широких пределах при помощи оптических щелей, а дифрагированный пучок также является параллельным. Для выделения нужной компоненты вторичного излучения применяется плоско-параллельный коллиматор, состоящий из набора непрозрачных для рентгеновского излучения пластин.

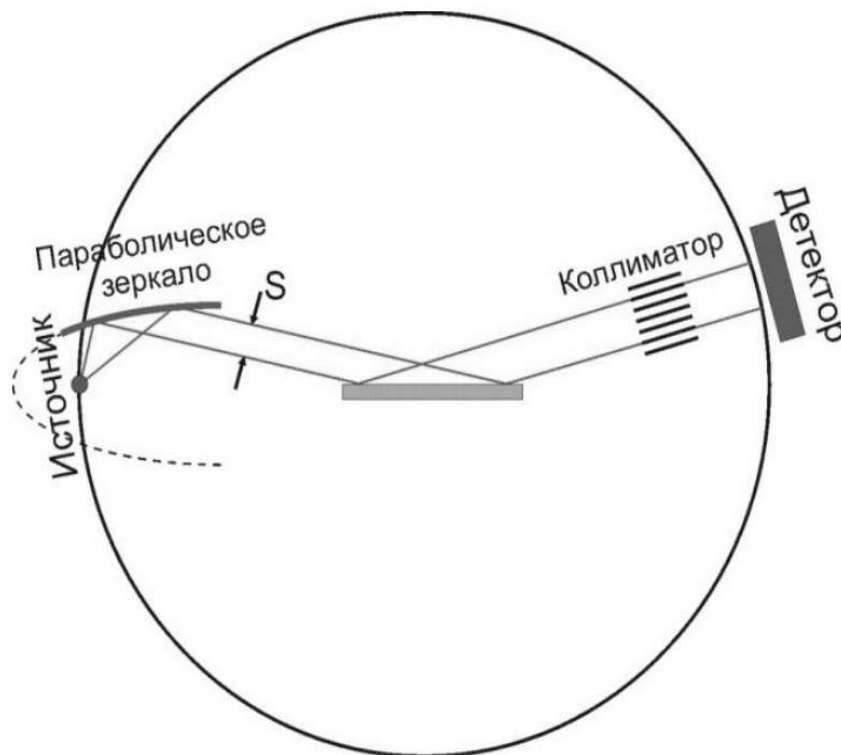


Рисунок 2.2.2 — Устройство рентгеновского дифрактометра, работающего в геометрии съёмки параллельного пучка

Приведённые в данной работе результаты исследования методом рентгеновской дифракции были получены на лабораторном дифрактометре PANalytical Empyrean Series 2, в геометрии съёмки параллельного пучка.

Источником излучения служила рентгеновская трубка, работающая на характеристической длине волны $\text{Co K}\alpha$ $\lambda = 1,789 \text{ \AA}$.

2.3 Метод рефлектометрии поляризованных нейтронов

По аналогии с различными видами рентгеноструктурного анализа, существуют также нейтронографические методики, основанные на возможности нейтронов проявлять волновые свойства, такие, как способность интерферировать. Так, одним из наиболее распространённых методов характеристики магнитных кристаллов является нейтронная дифракция. Первое наблюдение явления дифракции нейтронов в моно- и поликристаллах было осуществлено в 1941 г. [72]. Отличительными чертами нейтронной дифракции является чувствительность к изотопному составу образцов и наличие магнитного вклада в рассеяние в среде. Развитие теоретических основ метода нейтронной дифракции [73] позволило использовать его для изучения сложных типов магнитного упорядочения в монокристаллах [74-77]. Основой метода, как и в методе рентгеновской дифракции, является анализ положения и интенсивности дифракционных максимумов, однако существенное отличие заключается в появлении магнитных сателлитных рефлексов на дифрактограмме вблизи брэгговского рефлекса, появляющегося в силу рассеивания нейтронов на ядрах кристаллической решётки.

Одним из главных ограничений при исследовании образца методом упругого когерентного рассеяния нейтронов, является необходимость синтеза монокристаллов достаточно больших размеров при достаточной интенсивности рассеивающегося пучка нейтронов, так как длина рассеяния нейтронов существенно уступает таковой для рентгеновского излучения для большинства элементов и изотопов [78]. Это существенно осложняет исследование тонких плёнок и сверхрешёток с помощью упругого когерентного рассеяния нейтронов. Нейтронографическим методом, сочетающим преимущества нейтронной

дифракции (упругого когерентного рассеяния нейтронов) и при этом позволяющим исследовать планарные наноструктуры, является метод нейтронной рефлектометрии.

Первым эффектом, связанным с отражением падающего под малыми углами пучка нейтронов от плоских границ раздела сред, стал наблюдавшийся в начале 40-ых эффект полного внешнего отражения при углах падения меньше критического [79], характерный и для рентгеновского излучения [80]. В дальнейшем, зависимость коэффициента отражения нейтронов от взаимной ориентации магнитных моментов в рассеивающей среде и магнитных моментов самих нейтронов была использована для получения пучков поляризованных нейтронов [81]. Следующим шагом в развитии метода рефлектометрии поляризованных нейтронов стало предложение использовать рассеяние нейтронов при малых углах падения для исследования толщин слоёв и шероховатостей межслойных границ, по аналогии с методом рентгеновской рефлектометрии [82-83]. В связи с появлением специализированных исследовательских установок — нейтронных рефлектометров, стало возможным использование метода рефлектометрии поляризованных нейтронов для изучения магнитных многослойных наноструктур [84-88].

Эксперимент по рефлектометрии поляризованных нейтронов подразумевает регистрацию интенсивности пучка зеркально отражённых нейтронов в зависимости от значения вектора рассеяния Q . При этом, вектор рассеяния определяется как разность волновых векторов отражённой и падающей волн:

$$\vec{Q} = \vec{k}_s - \vec{k}_i(1)$$

Если считать угол падения равным углу отражения $\theta_i = \theta_s = \theta$, x-компонента вектора рассеяния Q_x обращается в ноль, а z-компонента вектора рассеяния Q_z зависит от величины угла падения и длины волны следующим образом:

$$Q_z = 4\pi \sin(\theta) / \lambda(2)$$

В эксперименте по нейтронной рефлектометрии, изменение z-компоненты вектора рассеяния Q_z может происходить двумя способами (рисунок 2.3.1): либо

одновременным изменением угла падения θ_i и угла падения θ_s , так чтобы угол падения был равен углу отражения $\theta_i = \theta_s = \theta$, при неизменной длине волны λ (мода фиксированной длины волны), либо изменением длины волны λ при фиксированных углах падения и отражения, также равных друг другу (времяпролётная мода). Во всех случаях интерес представляет коэффициент отражения R , представляющий собой отношение интенсивностей отражённого к падающему пучку: $R(Q_z) = I_i / I_s$

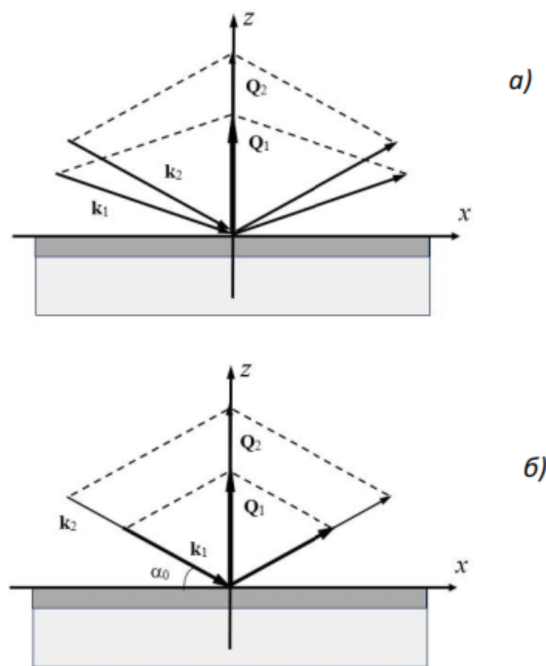


Рисунок 2.3.1 — Схема эксперимента по нейтронной рефлектометрии с фиксированной длиной волны (а) и во времяпролётной моде (б)

Рассмотрим процесс рассеяния нейтронов в среде. Нейтроны могут вступать в короткодействующее сильное взаимодействие с ядрами вещества [89], потенциальная энергия такого взаимодействия задаётся выражением $U_{\text{я}} = (2\pi \hbar^2) N * b$ где N - число ядер в единице объёма, b - длина рассеяния нейтрона. Во внешнем магнитном поле нейтрон приобретает дополнительную потенциальную энергию $U_{\text{mag}} = \pm \mu B = \pm g \mu_N B / 2$,

μ - магнитный момент нейтрона, B - величина магнитной индукции внешнего поля. Знак перед потенциальной энергией определяется тем, как μ и B направлены друг относительно друга: антипараллельная направленность даёт знак $-$, а параллельно направленные μ и B дают знак $+$. Таким образом, при отражении нейтрона от магнитной плёнки, общая потенциальная энергия взаимодействия будет $U = U_{nuc} + U_{mag} = (2\pi \hbar^2) N b \pm \mu B$. Магнитная индукция в среде зависит от напряжённости внешнего поля \vec{H} , и намагниченности среды \vec{M} , а также от их взаимной направленности. В магнитной плёнке, где $\vec{H} \parallel \vec{M}$ (магнитно-коллинеарные плёнки), магнитная часть рассеивающего потенциала будет пропорциональна M , что даёт возможность устанавливать величину намагниченности в среде путём решения обратной задачи рефлектометрии для определения магнитной плотности длины рассеяния нейтронов (ПДР) $\rho_M(M)$ В магнитно-неколлинеарных плёнках, в которых намагниченность не совпадает по направлению с индукцией магнитного поля в слое, намагниченность связана по величине с напряжённостью внешнего поля и магнитной индукцией соотношением $M^2 = B^2 + H^2 - 2BH \cos(\varphi)$ где φ - угол между напряжённостью внешнего поля и магнитной индукцией.

Поскольку при рассеянии на магнитно-неколлинеарной плёнке существует вероятность переворота спина нейтрона, пропорциональная $\sin^2(\varphi)$, то в эксперименте по рефлектометрии поляризованных нейтронов возможно определить четыре различных коэффициента отражения R^{++} , R^{+-} , R^{-+} , R^{--} . При этом R^{++} и R^{--} соответствуют рассеянию пучка поляризованных нейтронов, чей спин сонаправлен с направлением внешнего поля (+) либо противоположно направлен (-), без переворота спина, а R^{+-} и R^{-+} - с переворотом. При этом величина критического угла θ_c также будет зависеть от взаимной ориентации спина рассеиваемых нейтронов и магнитной индукции \vec{B} в среде, за счёт магнитного вклада в рассеивающий потенциал.

Данная особенность делает возможным использование поляризованных по спину нейтронов для исследования магнитно-коллинеарных и магнитно-

неколлинеарных структур [90] и построение магнитных концентрационных профилей для них. В частности, в [91] был описан способ применения нейтронной рефлектометрии для определения направления магнитной индукции в однородно-намагниченных слоях относительно направления внешнего магнитного поля. Другим возможным использованием нейтронной рефлектометрии является применение её для детектирования магнитных сателлитов 0000^+ , возникающих вследствие рассеяния нейтронов в слоях с неоднородным длиннопериодическим магнитным упорядочением. Данный способ применения нейтронной рефлектометрии был апробирован на тонких плёнках и сверхрешётках с геликоидальным магнитным упорядочением, о чём подробнее рассказано в главе 5.

Рассмотрим конструкцию нейтронных рефлектометров, позволяющих производить исследования методом рефлектометрии поляризованных нейтронов, на примере рефлектометра РЕМУР [92], ОИЯИ, и рефлектометра SuperADAM, PLL, на которых были произведены измерения, результаты которых представлены в работе.

Как уже было сказано ранее, все рефлектометры подразделяются на времяпролётные и работающие на фиксированной длине волны, аналогично рентгеновским дифрактометрам. Принципиальная схема нейтронного рефлектометра представлена на рисунок 2.3.2. В зависимости от того, работает он в режиме фиксированной длины волны или во времяпролётном режиме, пучок проходит через монохроматор, вырезающий участок спектра нейтронов в холодной области ($\lambda \approx 5 \text{ \AA}$) или систему прерывателей, задающих частоту импульсов нейтронов (1). Для поляризации пучка нейтронов используются магнитные суперзеркала (2), величина угла полного внешнего отражения которых отличается для нейтронов, спин которых сонаправлен и противоположен по отношению к намагниченности в слоях суперзеркал, и подобрана таким образом, чтобы отражение испытывали лишь нейтроны с сонаправленным спином.

Другим компонентом рефлектометра являются флипперы (3,4).

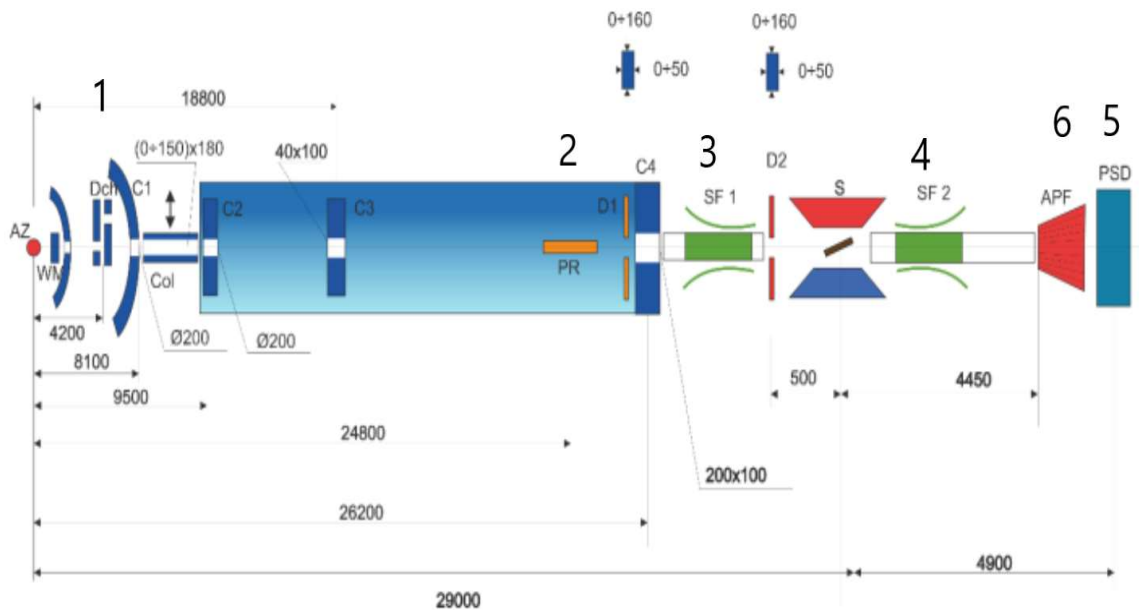


Рисунок 2.3.2 — Схема устройства нейтронного рефлектометра

Используемые как на установке РЕМУР, так и на рефлектометре SUPERAdam адиабатические радиочастотные спин-флипперы обеспечивают практически полное изменение спиновой поляризации [93] падающего на образец и отражённого от образца пучка нейтронов на противоположное. Наконец, перед попаданием на позиционно-чувствительный детектор (5), нейтроны могут проходить через ещё одну систему суперзеркал, называемую анализатором (6). Управление состоянием спиновых флипперов (включено/выключено), таким образом, позволяет регистрировать все четыре коэффициента отражения, обсуждавшиеся выше, R^{++} , R^{+-} , R^{-+} , R^{--} . Вместе с тем, возможно и использование лишь одного флиппера, с последующей регистрацией двух коэффициентов отражения: R^{+*} , R^{*-} , где $R^{+*} = R^{++} + R^{-+}$, $R^{*-} = R^{+-} + R^{--}$.

Измерения на времяпролётном рефлектометре РЕМУР, ОИЯИ, Дубна, Россия производились в конфигурации с поляризатором и одним задействованным флиппером на падающем пучке, без вверного анализатора поляризации. Окружение образца представляло собой криостат со сверхпроводящим магнитом, что позволило варьировать температуру в позиции образца от 220 К до 1.5 К и обеспечивать величину внешнего магнитного поля, приложенного в плоскости

образца, до 15 кЭ. Выбор угла падения нейтронов на образец осуществлялся из расчёта обеспечения рабочего диапазона в $0.02 — 0.4 \text{ \AA}^{-1}$ по Q и составлял от 19 до 25 мрад в различных измерениях. На рефлектометре «РЕМУР» были измерены образцы 5)-7), образец №5 измерялся Кравцовым Е.А. совместно с сотрудником ОИЯИ Жакетовым В.Д., измерения образцов №6 и №7 были осуществлены автором совместно с Жакетовым В.Д. В таблице 2.3.1 указан перечень температур и полей, при которых производилась съёмка спектров, в последовательности, соответствующей очередности измерения. Перевод из инструментальных координат $(\lambda-\theta)$ в систему координат компонент вектора рассеяния Q_x-Q_z был осуществлён с помощью ПО *Överlåtaren* [94] и оригинального программного обеспечения. Рефлектометр SUPERAdam, ILL, Гренобль, Франция был использован для проведения эксперимента по РПН на образце №8. Измерения производились Хайдуковым Ю.Н. в сотрудничестве с персоналом установки в монохроматической моде с $\lambda=5.183 \text{ \AA}$ и разрешением по длине волны $\frac{\delta\lambda}{\lambda}=0.04 \text{ \AA}$, в конфигурации аналогичной использованной ранее при измерениях на установке «РЕМУР» с двумя поляризациями падающего пучка. Окружение образца включало в себя криостат с возможностью уменьшения температуры до 10 К и электромагнит, обеспечивавший приложение магнитного поля напряжённостью 1 кЭ в плоскости образца. Для образца №8 была получена серия спектров РПН для температур от 210 до 10 К с шагом в 10 К с охлаждением в поле 1 кЭ, приложенном в плоскости образца.

Таблица 2.3.1 — Перечень температурных измерений на рефлектометре «РЕМУР»

220 → 1.5 К (FC)	Образец №5	Образец №6	Образец №7
220 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
200 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
165 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
150 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
120 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ

100 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
75 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
50 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
30 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
10 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ
1.5 К	H=1 кЭ	H=1 кЭ	H=1 кЭ

Помимо измерений в различных температурах в поле 1 кЭ, были проведены измерения образцов в различных внешних магнитных полях, приложенных в плоскости образца. При этом перед началом измерений образец охлаждался в отсутствие внешнего магнитного поля от температуры 220 К до требуемой температуры, а затем производилось последовательное увеличение величины внешнего магнитного поля и запись соответствующих карт рассеяния. Список измерений приведён в таблице 2.3.2

Таблица 2.3.2 — Перечень измерений при различных значениях напряженности внешнего магнитного поля на рефлектометре “РЕМУР”

	Образец №5	Образец №6	Образец №7
50 Э	150 К	50 К	100 К
1 кЭ	150 К	50 К	100 К
5 кЭ	150 К	50 К	-
8 кЭ	150 К	50 К	100 К
12 кЭ	150 К	50 К	-
15 кЭ	150 К	50 К	100 К

2.4 SQUID-магнитометрия

SQUID-магнитометром называют установку, предназначенную для проведения высокоточных измерений макроскопической намагниченности в монокристаллах, тонких плёнках, порошках. Первые установки подобного типа появились в 1964 году [95], принцип их действия основан на использовании

Джозефсоновского контакта в сверхпроводящем контуре для обнаружения разности фаз проходящего по контуру электрона, при этом разность фаз возникает при наличии магнитного потока через контур (рисунок 2.4.1). Для измерений намагниченности в образцах №1-№8 в данной работе была использована магнитометрическая установка MPMS XL7 Quantum Design кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов ИЕНиМ УрФУ (работы производила Степанова Е.А.). Данные приборы позволили зарегистрировать температурные зависимости намагниченности в интервале температур 4.2 — 220 во внешних полях до 50 кЭ, приложенных в плоскости образца, а также полевые зависимости намагниченности в интервале полей от -50 до 50 кЭ при различных температурах.

Температурные зависимости намагниченности в плоскости образца для образцов №1 - №8 были получены при нагреве до 220 К после охлаждения в нулевом поле (ZFC), при охлаждении в поле (FC) и при нагреве во внешнем магнитном поле. Величины магнитного поля при этом составляли 100 Э, 1 кЭ, 10 кЭ, 50 кЭ. Полевые зависимости намагниченности для образцов №5 - №8 были получены после предварительного охлаждения от $T = 220$ К до температур для $T = 4.2, 10, 25, 50, 100, 120, 150, 180$ К соответственно. Полевые зависимости намагниченности для образцов №1 - №4 были получены после предварительного охлаждения от $T = 220$ К до температур для $T = 5, 15$ К соответственно.

Данные по намагниченности монокристалла Nb были предоставлены Зверевым В.И. [38].

3 Влияние кристаллографической ориентации подложек Al_2O_3 и материала буферного слоя на кристаллическую структуру и магнитные свойства тонких плёнок Dy

Решение задачи синтеза высококачественных тонких плёнок и наноструктур на основе РЗМ с определённой аксиальной текстурой является необходимым условием для дальнейшего изучения магнитного упорядочения в слоях РЗМ в них. Традиционно такие структуры выращивались методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках монокристаллического сапфира Al_2O_3 с использованием буферного слоя Nb [96], что позволяло избежать окисления химически-активных редкоземельных металлов. Было показано [97-98], что возможен рост эпитаксиальных слоёв Nb и Ta с кристаллографической ориентацией, зависящей от выбора ориентации подложки Al_2O_3 (рисунок.3.1.1). В свою очередь, в работе [99] была показана осуществимость синтеза методом молекулярно-лучевой эпитаксии многослойной структуры с эпитаксиальным соотношением между слоями Nb и РЗМ с текстурой $[110]\text{Nb}||[0001]\text{РЗМ}$ (рисунок 3.1.2).

При этом, исследование обсуждавшихся ранее в главе «Литобзор»

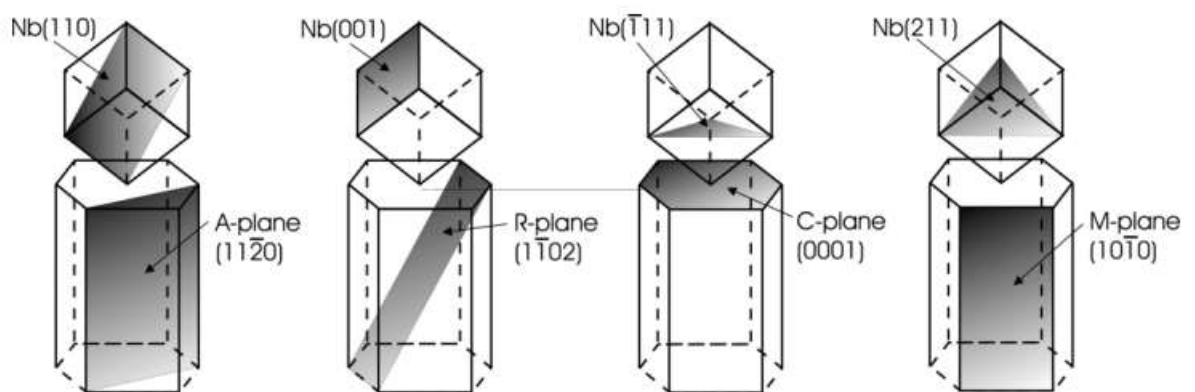


Рисунок 3.1.1 — Трёхмерное эпитаксиальное соотношение между слоями Al_2O_3 и слоями Nb для различных кристаллографических ориентаций Al_2O_3 [88]

сверхрешёток Dy/Y и Dy/Lu [53-54] продемонстрировало сильное влияние эпитаксиальных напряжений, возникающих при эпитаксиальном росте слоёв РЗМ

поверх слоя с отличающейся кристаллической структурой, на магнитные свойства сверхрешёток.

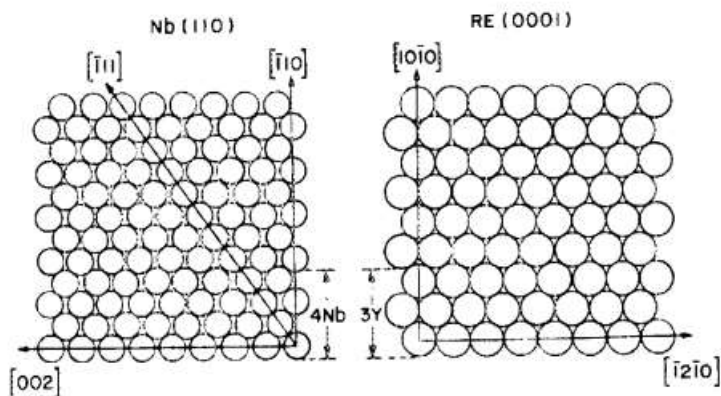


Рисунок 3.1.2 — Согласование кристаллических решёток $[110]\text{Nb}$ и $[0001]$ РЗМ [89]

Использование такого метода синтеза, как магнетронное распыление, может приводить к получению отличных от ранее наблюдавшихся ориентационным соотношениям в структурах типа $\text{Al}_2\text{O}_3\|\text{R}\|\text{РЗМ}$ ($\text{R}=\text{Nb},\text{Ta}$) и иным отличиям в кристаллической структуре, приводящим, в свою очередь, к отличиям в магнитных свойствах РЗМ. Ранее было установлено, что возможен рост текстурированных тонких плёнок Dy и сверхрешёток Dy/Gd с уже известными эпитаксиальными соотношениями $[11\bar{2}0]\text{Al}_2\text{O}_3\|[\text{110}]\text{Nb}\|[0001]\text{РЗМ}$ [58]. В данной главе будет рассмотрена кристаллическая структура и магнитные свойства тонких плёнок Dy (20 нм), полученных методом магнетронного распыления на двух различных ориентациях подложек $[01\bar{1}2]\text{Al}_2\text{O}_3$ и $[11\bar{2}0]\text{Al}_2\text{O}_3$ и с двумя различными материалами буферного слоя: Nb и Ta (таблица 3.1.1).

Таблица 3.1.1 — Структурные формулы образцов тонких плёнок Dy

	подложка	Буферный слой	структура	Защитный слой	Обозначение в тексте
№1	$\text{Al}_2\text{O}_3 [01\bar{1}2]$	Nb (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)	r-Nb
№2	$\text{Al}_2\text{O}_3 [01\bar{1}2]$	Ta (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)	r-Ta
№3	$\text{Al}_2\text{O}_3 [11\bar{2}0]$	Nb (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)	a-Nb
№4	$\text{Al}_2\text{O}_3 [11\bar{2}0]$	Ta (40 нм)	Dy (20 нм)	V (15 нм)	a-Ta

3.1 исследование кристаллической структуры и магнитных свойств тонких плёнок Dy

Данные образцы были исследованы методом рентгеновской рефлектометрии для уточнения толщин слоёв и характеристики степени несовершенства межслойных границ в образцах. На рисунке 3.1.3 приведены кривые рентгеновской рефлектометрии для образцов r-Nb и r-Ta (кривые отражения для образцов a-Nb и a-Ta не приводятся на рисунке в силу крайней схожести с кривыми для образцов с иными ориентациями подложки) и результат фитирования этих кривых.

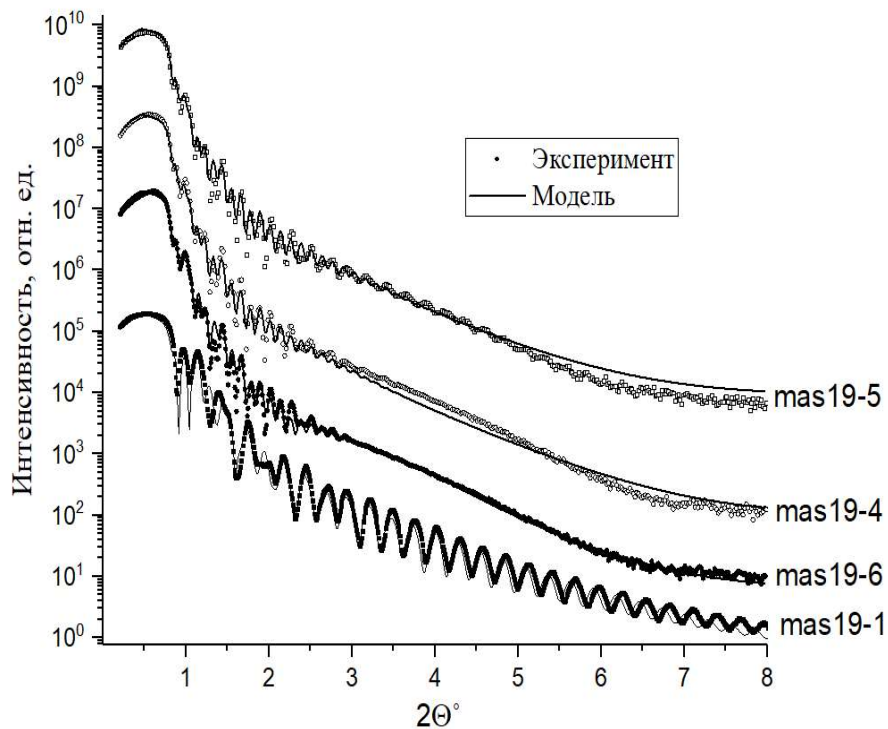


Рисунок 3.1.3 — Рефлектометрические кривые образцов r-Ta и r-Nb (символами) и результаты их фитирования (сплошными линиями)

Обработка данных рефлектометрии подтвердила соответствие толщин слоёв в образце номинальным толщинам, указанным в таблице 3.1.1. При этом, среднеквадратичная шероховатость межслойных границ составляет от 5 до 6 атомных монослоёв во всех четырёх образцах. Отличия рефлектограмм образцов с

различными материалами буферных слоёв обусловлены отличиями в показателях преломления буферных слоёв Nb и Ta.

Кристаллическая структура вдоль нормали к поверхности образцов была исследована с помощью рентгеновской дифрактометрии (рисунок 3.1.4). Анализ дифрактограмм позволил установить, что в образцах a-Nb и a-Ta реализуется уже известное ориентационное соотношение $[11\bar{2}0] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110]\text{Nb} \parallel [0001]\text{Dy}$, при этом также наблюдаются рефлексы меньшей интенсивности, соответствующие текстуре $[10\bar{1}0] \text{Dy}$ и $[10\bar{1}1] \text{Dy}$ в образце a-Nb. Одновременно, в образцах, синтезированных на r-плоскости сапфира $[01\bar{1}2] \text{Al}_2\text{O}_3$, обнаруживается ранее не наблюдавшееся ориентационное соотношение между подложкой и буферными слоями: $[01\bar{1}2] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110]\text{R}$ (R=Nb, Ta). Это приводит к тому, что в обоих образцах существует кристаллографическая текстура $[0001]$ в слоях Dy. Однако только в образце r-Nb данная текстура является основной, в то время как слой Dy в образце r-Ta является поликристаллическим с текстурами $[0001]$, $[10\bar{1}0]$ и $[10\bar{1}1]$ в нём.

Анализ положения дифракционных пиков в образцах позволяет установить, что параметр **a** кристаллической решётки Nb в образце a-Ta увеличен на 0.13% по сравнению с объёмным Nb, в то время как для оставшихся трёх образцов увеличение составляет 0.07%. Деформирована и кристаллическая решётка Dy: так, параметр решётки **a** увеличен на 2.8% в образцах r-Ta и a-Nb и на 3% в образцах a-Ta и r-Nb. В то же время, оценка параметра решётки **c** в образцах r-Ta и a-Nb свидетельствует о его соответствии наблюдаемому в объёмном Dy. При этом в образцах a-Ta и r-Nb параметр решётки **c** увеличен на 0.18%. Данные изменения значений параметров решётки Dy в слоях Dy свидетельствуют о наличии в них эпитаксиальных напряжений.

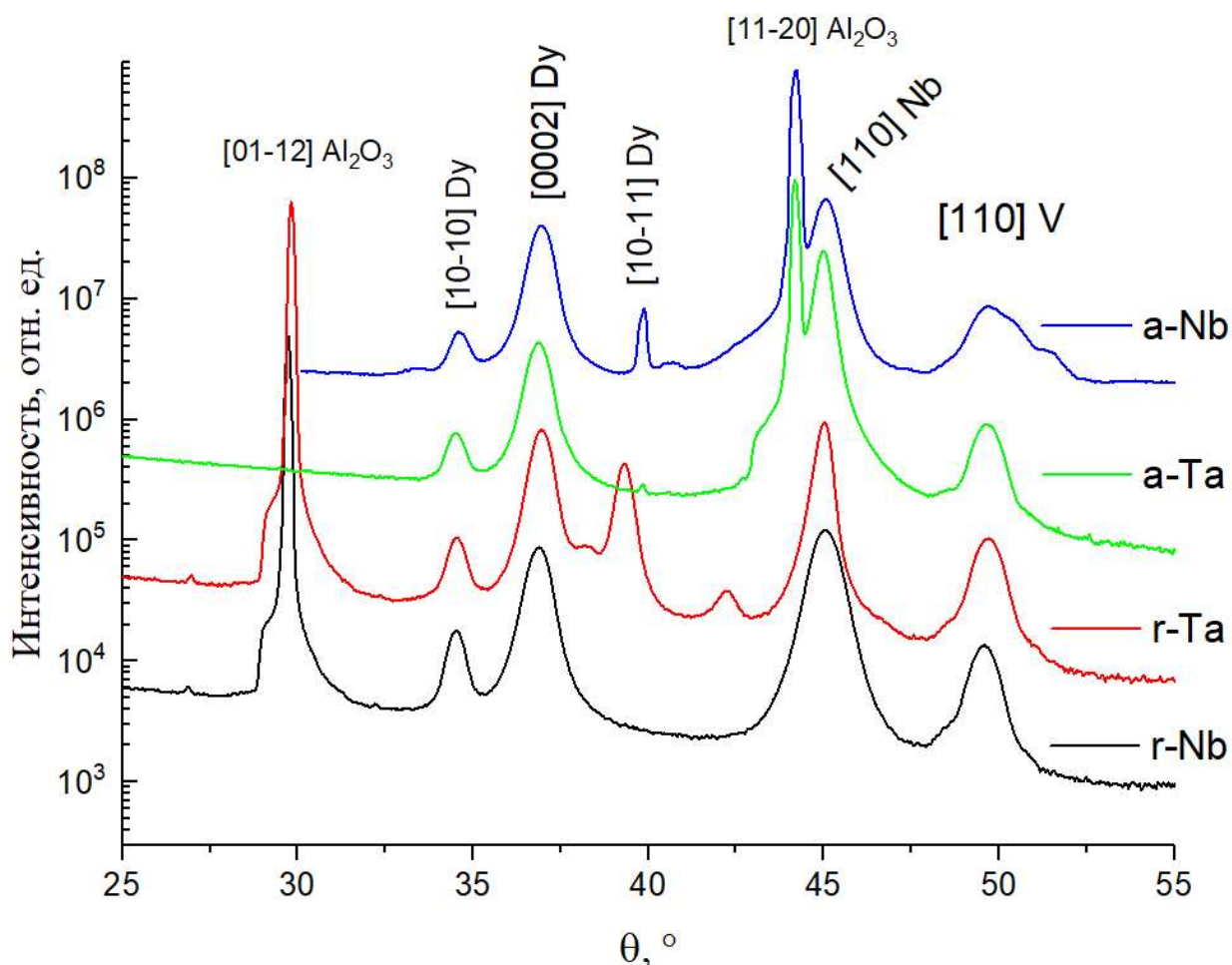


Рисунок 3.1.4 — Дифрактограммы тонких плёнок Dy на подложках сапфира с различной кристаллографической ориентацией и различными материалами буферного слоя (отмечены индексы рефлексов)

Для определения влияния особенностей кристаллической структуры обсуждаемых образцов на их магнитные свойства, были произведены измерения намагниченности в зависимости от величины приложенного в плоскости образца внешнего магнитного поля при температуре $T=15$ К (рисунок 3.1.5) и температурных зависимостей намагниченности (рисунок 3.1.6 а)-б)) при двух значениях внешнего магнитного поля, приложенного в плоскости образца, — 1 кЭ и 50 кЭ. При этом температурные зависимости намагниченности снимались при нагреве после охлаждения в нулевом магнитном поле (ZFC).

Наблюдаемый на рисунке 3.1.5 магнитный гистерезис с коэрцитивной силой около 5.2 кЭ для всех образцов свидетельствует о том, что плёнки Dy перешли в ферромагнитное состояние с вектором намагниченности в базовой плоскости **ab**

ячейки Ду. Намагниченность насыщения достигается во всех образцах при полях насыщения не превышающих 30 кЭ, таким образом, на рисунке 3.1.6 б) изображены температурные зависимости намагниченности образцов, намагниченных до насыщения. Анализ температурной зависимости намагниченности плёнок Ду в поле 1 кЭ (рисунок 3.1.6 а) позволяет определить температуры Нееля и Кюри для слоёв диспрозия в образцах. Результаты, представленные в таблице 3.1.2, свидетельствуют о том, что во всех трёх образцах температура Нееля соответствует температуре Нееля в объёмном Ду, незначительно повышаясь в образце а-Ta.

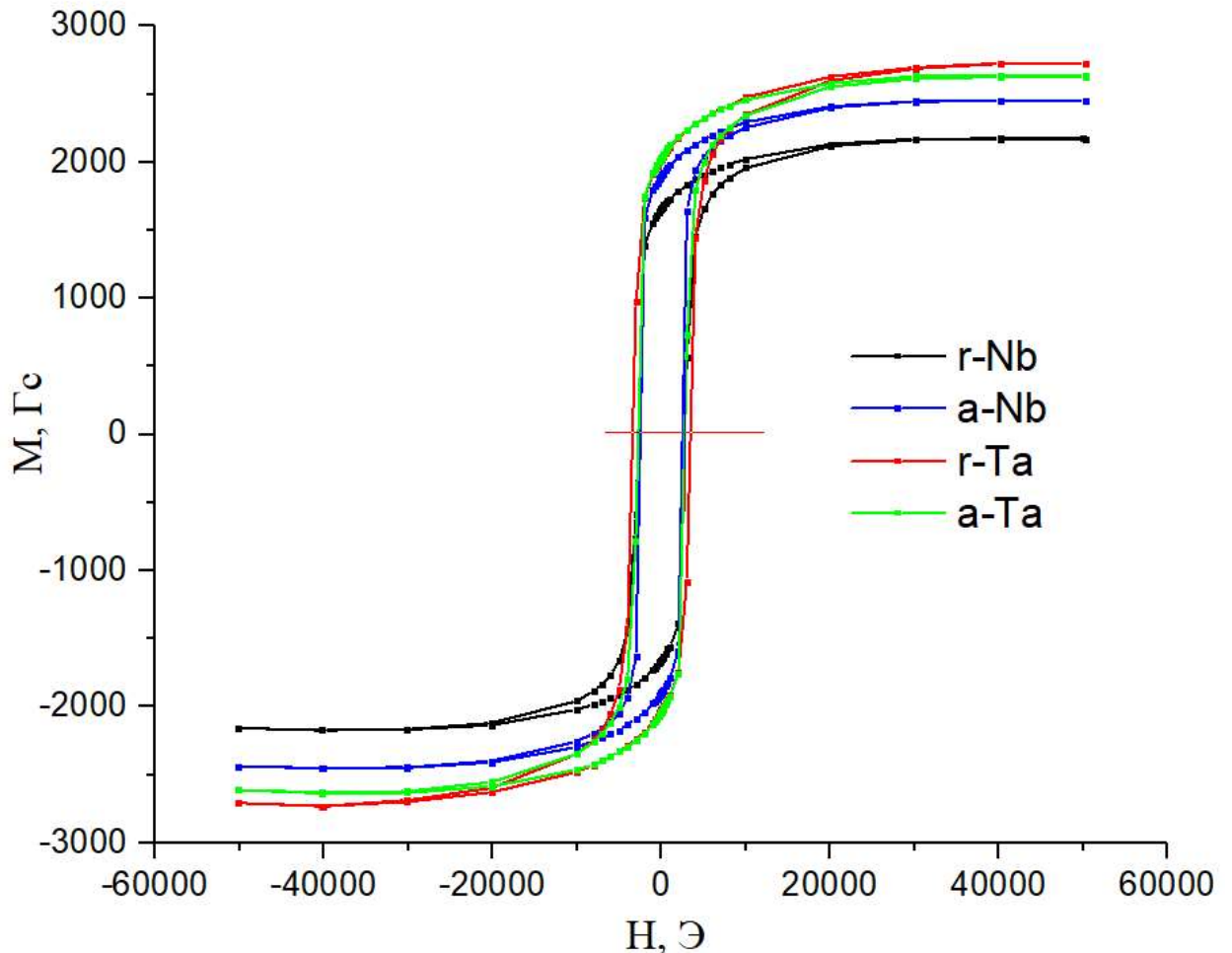


Рисунок 3.1.5 — Полевые зависимости намагниченности при температуре 15 К тонких плёнок Ду на подложках с различной кристаллографической ориентацией и различными материалами буферного слоя

При этом температура Кюри слоёв диспрозия, также будучи одинаковой во всех образцах, существенно отличается от температуры Кюри в объёмном диспрозии, где она составляет 81.5 К.

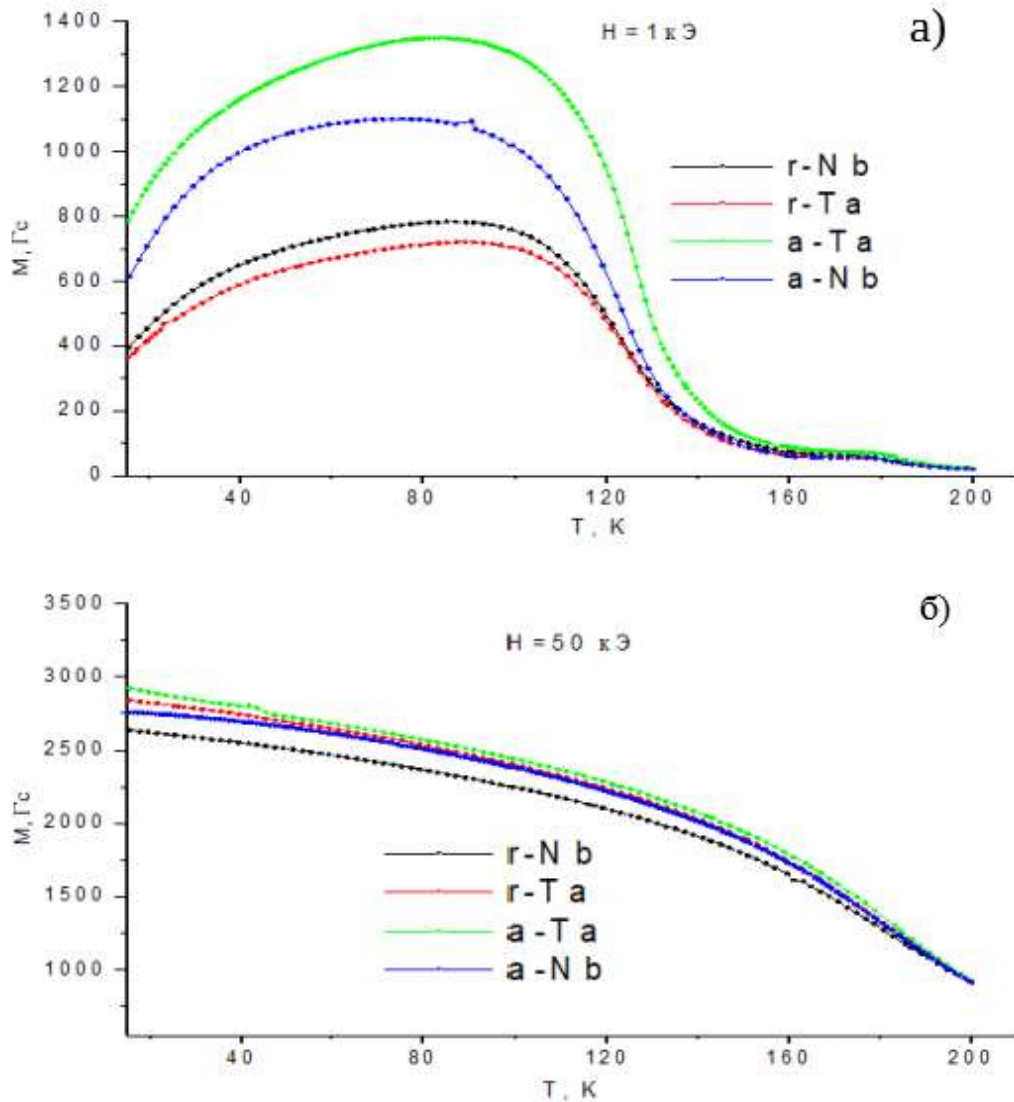


Рисунок 3.1.6 — Температурные зависимости намагниченности плёнок Dy на подложках различных кристаллографических ориентаций с разными материалами буферного слоя, полученные во внешнем поле 1 кЭ (а) и 50 кЭ (б)

Отличие более чем в 40 К в температурах магнитного фазового перехода в ферромагнитное состояние объясняется тем, что в тонких плёнках Dy наблюдается сильный температурный гистерезис, в отличие от объёмных монокристаллов Dy [29], что приводит к увеличению T_C при измерении намагниченности при нагреве после охлаждения в нулевом поле в сравнении с

измерениями в ходе охлаждения в поле. Более подробно данный эффект будет обсуждаться в главе 4.

Таблица 3.1.2 — Температуры магнитных фазовых переходов в плёнках Dy поверх различных ориентаций подложки сапфира и разных материалов буферного слоя

	r-Nb	r-Ta	a-Ta	a-Nb
T_N	181±1 К	181±1 К	183±1 К	181±1 К
T_C	123±3	125±2 К	125±1 К	123±1 К

Как показано на рисунке 3.1.6, наибольшим магнитным моментом обладает тонкая плёнка Dy, выращенная поверх буферного слоя тантала на подложке сапфира $[01\bar{1}2]$. При этом, среди тонких плёнок поверх буферного слоя Nb, намагниченность насыщения выше у образца, выращенного поверх подложки сапфира с ориентацией $[11\bar{2}0]$. Таким образом, исчезновение текстуры $[10\bar{1}1]Dy$ и увеличение доли текстуры $[0001]$ Dy в тонких плёнках Dy приводит к уменьшению намагниченности насыщения в них вследствие эпитаксиальных напряжений в плёнках.

3.2 Заключение к главе 3

Изучение кристаллической структуры и магнитных свойств тонких плёнок Dy с различными ориентациями подложек и материалами буферного слоя, позволило установить возможность синтеза методом магнетронного распыления аксиально текстурированных плёнок Dy поверх буферного слоя Nb с ранее не наблюдавшимся ориентационным соотношением $[01\bar{1}2] Al_2O_3 || [110] Nb || [0001] Dy$. Данные плёнки при толщине слоя Dy в 20 нм демонстрируют большую степень деформации элементарной ячейки, нежели другие описанные выше плёнки Dy, и как следствие, обладают меньшим значением намагниченности насыщения. Результаты исследований были опубликованы в работе [A1].

4 Структурные и магнитные свойства тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

В предыдущей главе была экспериментально доказана возможность синтеза аксиально текстурированных $[0001]$ плёнок Dy поверх буферного слоя Nb на подложках сапфира с ориентациями $[01\bar{1}2]$ и $[11\bar{2}0]$. Наличие текстуры $[0001]$ в слоях Dy и Ho является необходимым условием для наблюдения в ходе эксперимента по рефлектометрии поляризованных нейтронов магнитных сателлитов от геликоидального магнитного упорядочения, т. к. ось магнитного геликоида совпадает с направлением оси c элементарной ячейки РЗМ. Однако, количество рассеивающего материала в ранее обсуждавшихся образцах чересчур мало для применения нейтронных методов исследования магнитного упорядочения, таких как нейтронная дифракция и нейтронная рефлектометрия, а также, среди образцов отсутствуют плёнки Ho и сверхрешётки [Dy/Ho]. Вследствие этого, была синтезирована методом высоковакуумного магнетронного распыления дополнительная серия образцов, состоящая из тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм), а также двух сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] на двух ориентациях подложки сапфира: $[01\bar{1}2]$ и $[11\bar{2}0]$ (в целях удобства, данные сверхрешётки будут в дальнейшем именоваться r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] соответственно). Более подробно структура этих образцов и условия их синтеза изложены в главе 2.1.

В то время как толщины тонких плёнок были выбраны исходя из соображений применимости метода рефлектометрии поляризованных нейтронов для их исследования, при выборе толщин и количества повторений слоёв Dy и Ho в сверхрешётках также учитывалась необходимость:

- 1) обеспечить толщину отдельного слоя РЗМ заведомо больше максимального значения периода магнитной геликоида в этом слое (для объёмных Dy и Ho максимальное значение периода геликоида составляет около 3.5 нм);

2) исключить появление брэгговского рефлекса второго порядка на кривой отражения рефлектометрии, связанного с отражением от интерфейсов Dy/Нo периодической структуры: для выполнения данного условия достаточно равенства толщин слоёв Dy и Нo между собой.

3) обеспечить примерное соответствие общей толщины слоёв Dy(Нo) сверхрешётки толщине Dy(Нo) в тонкой плёнке 200 нм.

В данной главе изложены результаты структурной аттестации вышеописанных образцов и обсуждаются результаты измерений полевых и температурных зависимостей намагниченности для них.

4.1 структурные свойства тонких плёнок Dy (200 нм) и Нo (200 нм), а также двух сверхрешёток [Dy (6 нм)/Нo (6 нм)]

Уточнение номинальных толщин слоёв РЗМ в указанных выше образцах и определение среднеквадратичных шероховатостей на интерфейсах этих слоёв путём обработки кривых отражения рентгеновской рефлектометрии оказалось невозможным в силу чрезвычайно высокой интенсивности вторичного излучения на доступных для выбора длинах волн рентгеновского излучения. Поэтому, в отличие от образцов, обсуждавшихся в главе 3, исследование кристаллической структуры тонких плёнок Dy (200 нм) и Нo (200 нм), и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Нo (6 нм)] осуществлялось лишь при помощи метода рентгеновской дифрактометрии. Рентгеновские дифрактограммы образцов представлены на рисунке 4.1.1

Анализ дифрактограммы позволил установить следующие факты:

1) слои РЗМ во всех образцах обладают аксиальной текстурой [0001] вне зависимости от ориентации подложки, толщины и материала слоя. В образцах реализуются ориентационные соотношения $[11\bar{2}0] \text{ Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{ Nb} \parallel [0001] \text{ РЗМ}$ и $[01\bar{1}2] \text{ Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{ Nb} \parallel [0001] \text{ РЗМ}$. При этом, практически полное отсутствие брэгговских рефлексов от иных кристаллографических фаз РЗМ в сверхрешётках

свидетельствует о высокой степени структурного совершенства и эпитаксиальном механизме роста слоёв одного редкоземельного элемента на поверхности слоя другого редкоземельного элемента, что обусловлено чрезвычайной близостью постоянных решётки Dy и Ho.

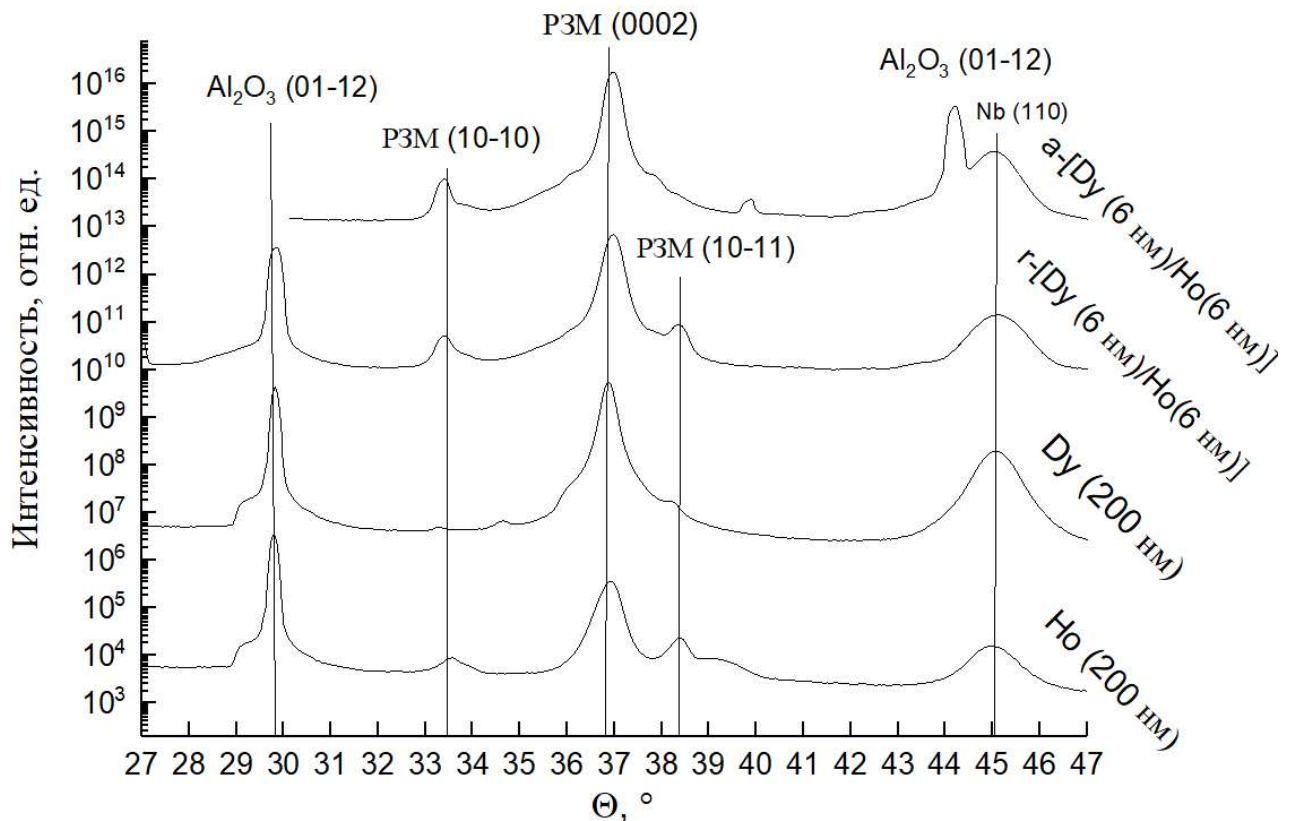


Рисунок 4.1.1 — Рентгеновские дифрактограммы тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy(6 нм)/Ho(6 нм)]

2) положение брэгговских рефлексов Dy (0002) и Ho (0002) на дифрактограммах тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) в пределах погрешности соответствует межплоскостному расстоянию в объёмных монокристаллах Dy и Ho, что говорит об отсутствии эпитаксиальных напряжений в данных тонких плёнках. Данный результат, противоречащий обсуждавшемуся ранее в главе 3 выводу о наличии эпитаксиальных напряжений в текстурированных плёнках Dy (20 нм), свидетельствует о том, что деформации кристаллической решётки характерны для монослоёв РЗМ, прилегающих к буферному слою Nb, и не распространяются вглубь РЗМ. Также, это позволяет

говорить о том, что изменения в магнитных свойствах тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм) вызваны влиянием размерных эффектов, а не эпитаксиальных напряжений в плёнках.

4.2 Температурные зависимости намагниченности в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм), а также свёрхрешётках r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

В результате проведения измерений намагниченности, как было указано в главе 2.4 данной диссертации, были получены температурные зависимости намагниченности для трёх величин внешних магнитных полей, приложенных в плоскости образца: 1 кЭ, 10 кЭ, 50 кЭ, для всех четырёх образцов. По данным зависимостям были определены температуры Нееля и Кюри Dy и Ho в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм). При этом температура Нееля определялась по координате максимума температурной зависимости намагниченности (отмечено на рисунке 4.2.1 и далее на температурных зависимостях намагниченности), температура Кюри — по положению локального минимума функции $dM(T)/dT$, соответствующего возрастанию намагниченности с понижением температуры.

На рисунке 4.2.1 изображены температурные зависимости намагниченности для тонкой плёнки Dy (200 нм) для трёх величин внешних магнитных полей, приложенных в плоскости образца: 1 кЭ, 10 кЭ, 50 кЭ, и двух режимах проведения измерения: в ходе нагрева во внешнем поле после остужения образца в отсутствие внешнего магнитного поля (ZFC) и в ходе охлаждения во внешнем магнитном поле. Сделанный в главе 3 вывод о связи необычно высокой температуры магнитного фазового перехода плёнки Dy из гелимагнитного в ферромагнитное состояние с возникновением сильного температурного гистерезиса полностью подтверждается результатами измерения намагниченности плёнки Dy (200 нм) в поле 1 кЭ. Полученные при обработке экспериментальных данных значения температур Кюри отличаются на 47 ± 3 К, в то время как

температура Нееля слоя Dy от изменения режима измерения намагниченности существенным образом не зависит. Предположительно, данный феномен объясняется тем, что при охлаждении от 112 К до 65 К, в плёнке Dy (200 нм) реализуется веерное магнитное упорядочение. При этом, угол между магнитными моментами в соседних монослоях Dy вдоль оси c при уменьшении температуры также плавно уменьшается, что приводит к росту намагниченности в плоскости образца. Обратный процесс перехода из ферромагнитной в гелимагнитную фазу, протекающий при нагреве во внешнем магнитном поле, по-видимому, минует этап постепенного увеличения угла расхождения магнитных моментов в веерной магнитной структуре. Указанный феномен температурного гистерезиса не характерен для объёмных монокристаллов Dy, как указано в [29], где геликоидальное магнитное упорядочение при величине внешнего магнитного поля менее 5 кЭ с уменьшением температуры сразу сменяется ферромагнитным упорядочением. В больших магнитных полях (10 кЭ), температурного гистерезиса в области магнитного фазового перехода из геликоидальной фазы в ферромагнитную фазу в плёнке Dy (200 нм) не наблюдается. При этом, температура Нееля слоя Dy уменьшается, в то время как температура Кюри растёт (таблица 4.2.2). Наконец, во внешнем магнитном поле 50 кЭ, достаточном для намагничивания плёнки Dy (200 нм) до насыщения, следов присутствия геликоидальной магнитной фазы в образце не наблюдается во всё интервале температур, что является наблюдавшимся ранее в монокристаллах Dy результатом.

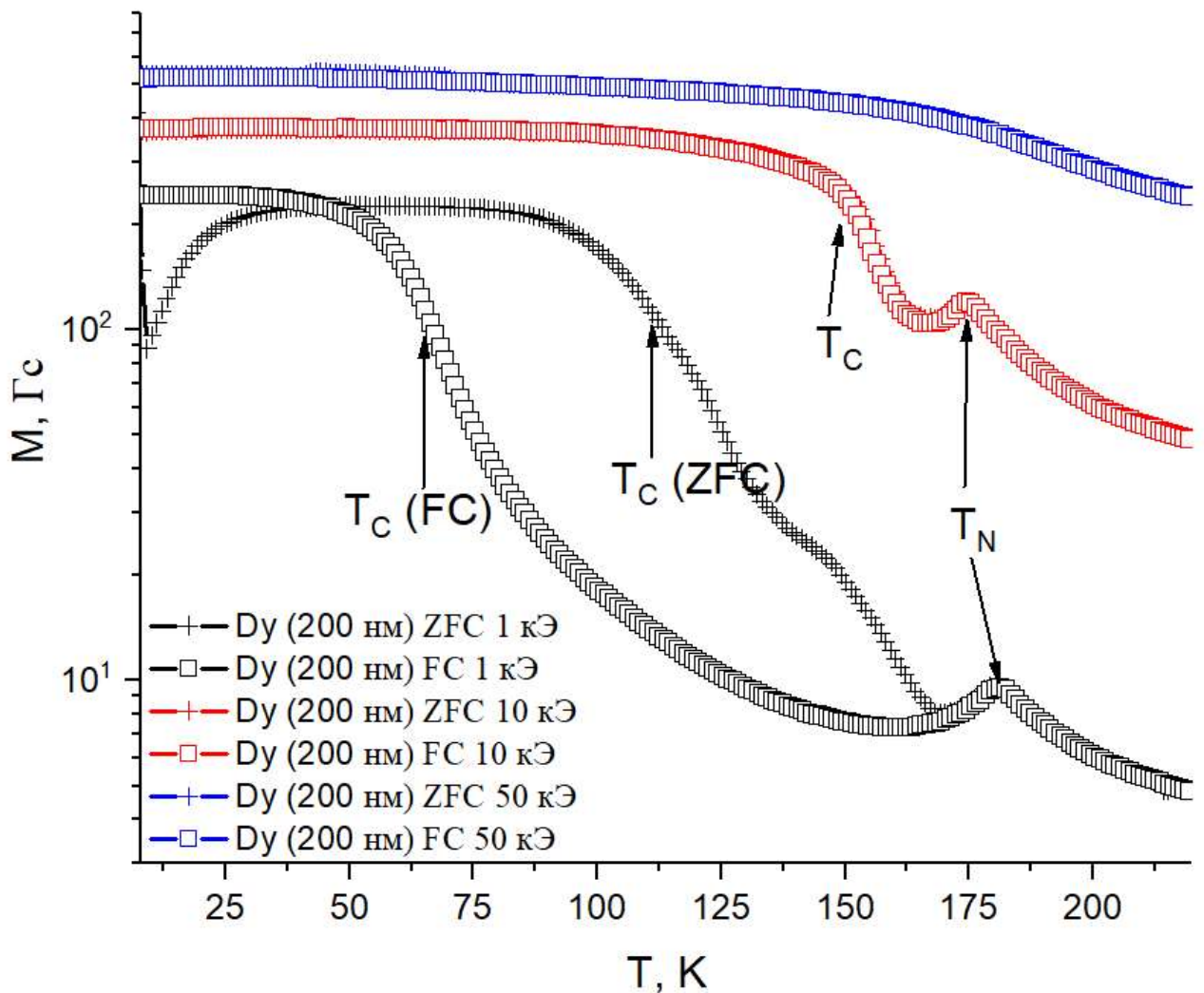


Рисунок 4.2.1 — Температурные зависимости намагниченности плёнки Dy (200 нм)

На рисунке 4.2.2 представлены аналогичные изображённым на рисунке 4.2.1 зависимости для тонкой плёнки Ho (200 нм). В отличие от тонкой плёнки Dy (200 нм), намагниченность в тонкой плёнке Ho (200 нм) во внешнем магнитном поле 1 кЭ, приложенном в плоскости образца, не демонстрирует признаков температурного гистерезиса. Это объясняется тем, что в малых внешних магнитных полях геликоидальное магнитное упорядочение в Ho при понижении температуры переходит не в веерное упорядочение с магнитными моментами в плоскости образца, как плёнки Dy, а в коническое магнитное упорядочение с нескомпенсированным магнитным моментом вдоль оси c элементарной ячейки Ho. Однако, при увеличении внешнего магнитного поля до 10 кЭ, наблюдается

картина, похожая на характерную для плёнок Dy во внешнем поле 1 кЭ. Различия в температурах Кюри для слоя Ho достигают 34 ± 3 К. Однако, в отличие от веерной фазы Dy в плёнках Dy, веерная фаза в данном температурном диапазоне, переходящая в ферромагнитное упорядочение с магнитными моментами в базисной плоскости **ab** Ho, наблюдается и в объёмных монокристаллах Ho [38], что подтверждает тезис о связи температурного гистерезиса намагниченности в базисной плоскости **ab** Dy и Ho с существованием веерного магнитного упорядочения при охлаждении во внешнем магнитном поле. Намагниченная в плоскости **ab** до насыщения плёнка Ho (200 нм) не переходит в гелимагнитную фазу, вместо этого превращаясь в ферромагнетик при $T = 165 \pm 6$ К.

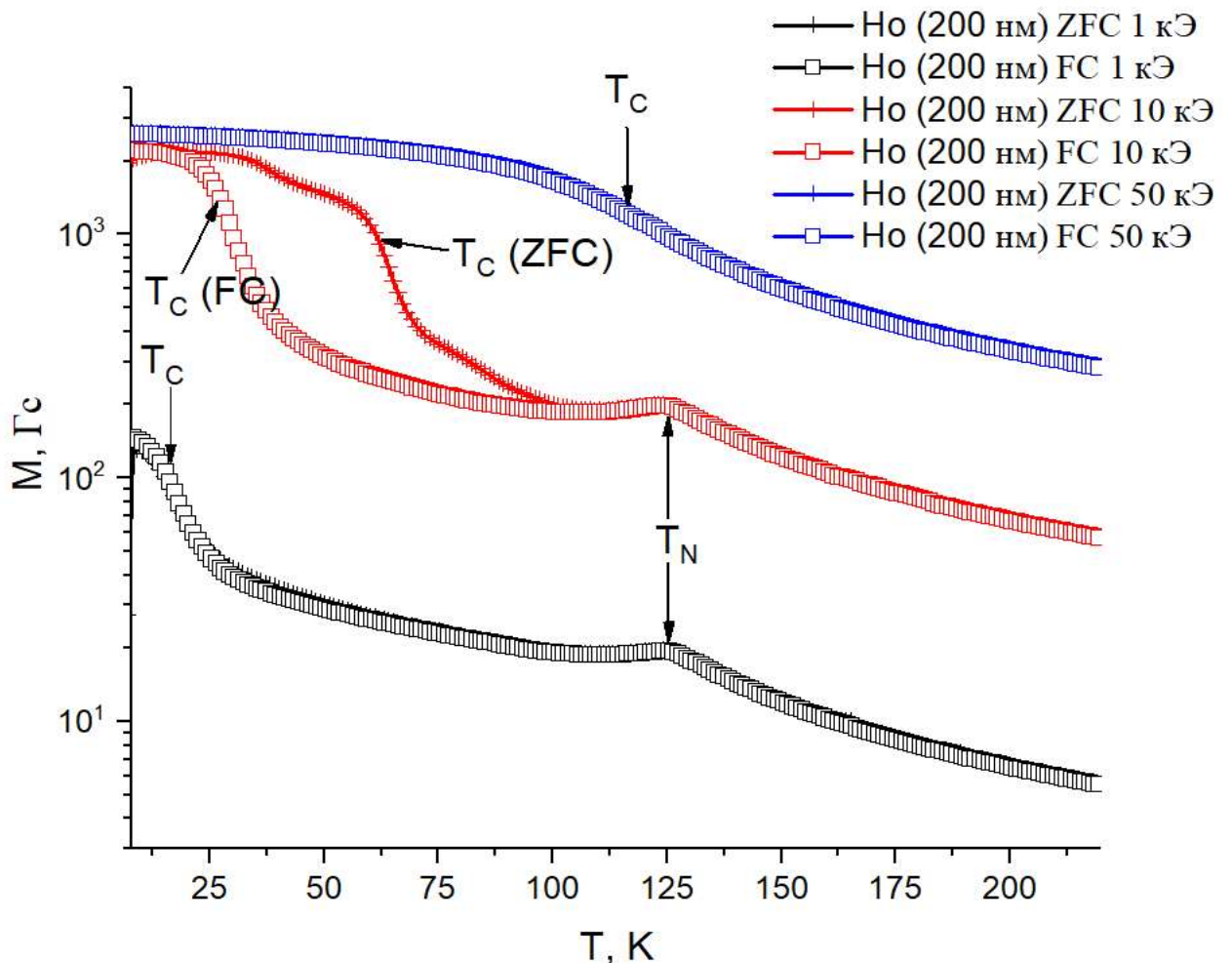


Рисунок 4.2.2 — Температурные зависимости намагниченности плёнки Ho (200 нм)

Одним из главных результатов исследования температурных зависимостей намагниченности в сверхрешётках $[\text{Dy (6 нм)}/\text{Ho (6 нм)}]$ с различными кристаллографическими ориентациями подложки, является чрезвычайное сходство магнитных свойств данных сверхрешёток между собой, вследствие чего на рисунке 4.2.3 приведены результаты измерения намагниченности только для образца $r\text{-}[\text{Dy (6 нм)}/\text{Ho (6 нм)}]$, в то время как в таблице 4.2.1 значения температур Нееля и Кюри для слоёв Dy указаны под общим наименованием « $[\text{Dy (6 нм)}/\text{Ho (6 нм)}]$ ».

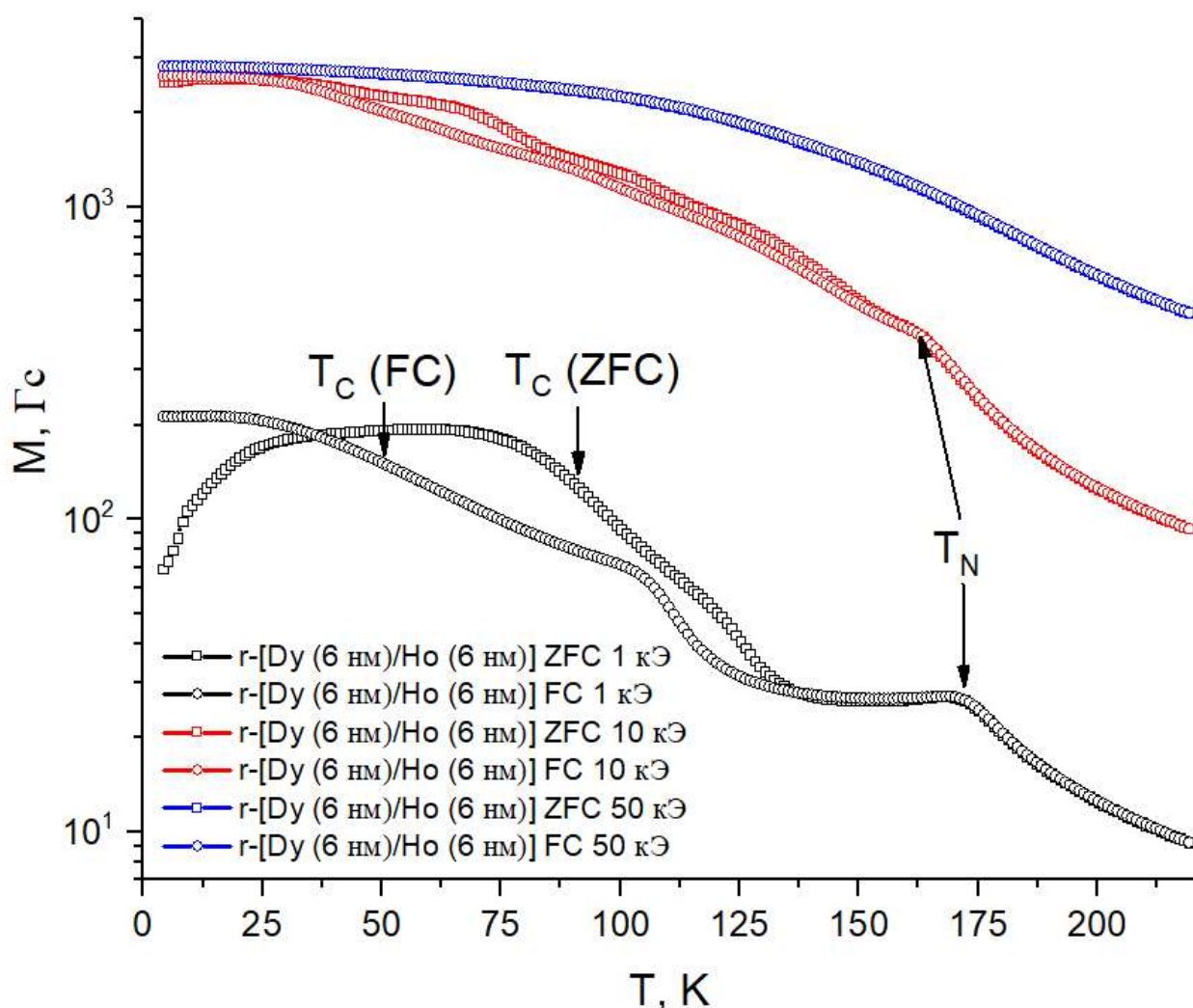


Рисунок 4.2.3 — Температурные зависимости намагниченности сверхрешёток $[\text{Dy (6 нм)}/\text{Ho (6 нм)}]$

Другой особенностью кривых намагничивания для сверхрешёток $[\text{Dy (6 нм)}/\text{Ho (6 нм)}]$ является невозможность разделения вклада слоёв Ho и Dy в общую

намагниченность в плоскости образца во всём интервале температур. Тем не менее, оперируя предположением, что при температурах выше 160 К слои Ho находятся в парамагнитном состоянии, можно атрибутировать максимум намагниченности в температурном интервале от 160 до 180 К как следствие перехода слоёв Dy в ферромагнитную фазу. В то же время появление характерного минимума на производной намагниченности сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при температурах, близких к температуре магнитного фазового перехода тонкой плёнки Dy (200 нм) из геликоидального в ферромагнитного состояние, позволяет интерпретировать положение данного минимума, как T_C слоёв Dy в сверхрешётке. Таким образом, удалось установить, что во внешнем поле 1 кЭ температура Нееля в слоях Dy сверхрешёток на 11 ± 2 К уступает температуре Нееля в тонкой плёнке Dy и температуре Нееля в объёмном монокристалле Dy ($T_N = 181.5$ К). При увеличении внешнего магнитного поля, температура Нееля слоёв Dy продолжает уменьшаться, достигая величины 162 ± 2 К.

В то же время, необходимо отметить, что в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] наблюдается температурный гистерезис, по-видимому обусловленный магнитным фазовым переходом слоёв Dy в верную фазу из геликоидальной при величине внешнего магнитного поля 1 кЭ ($\Delta T_{C\ Dy} = 19 \pm 3$ К), и обусловленный аналогичным магнитным фазовым переходом в слоях Ho при величине внешнего магнитного поля 10 кЭ.

Таблица 4.2.1 — Температуры Нееля и Кюри, определённые по данным магнитометрии для тонкой плёнки Dy (200 нм), тонкой плёнки Ho (200 нм), и слоёв Dy в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], в зависимости от режима измерения намагниченности (ZFC и FC)

	Dy (200 нм)	Ho (200 нм)	Слой Dy в [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]
T_N (1 кЭ, ZFC)	181 ± 1 К	124 ± 1 К	170 ± 1 К

T_N (1 кЭ, FC)	182±1 К	124±1 К	170±1 К
T_C (1 кЭ, ZFC)	112±2 К	16±1 К	90±2 К
T_C (1 кЭ, FC)	65±1 К	16±1 К	50±3 К
T_N (10 кЭ, ZFC)	174±1 К	123±1 К	162±2 К
T_N (10 кЭ, FC)	175±1 К	123±1 К	162±2 К
T_C (10 кЭ, ZFC)	156±1 К	63±2 К	-
T_C (10 кЭ, FC)	154±1 К	29±1 К	-
T_C (50 кЭ, ZFC)	-	165±6 К	-
T_C (50 кЭ, FC)	-	164±6 К	-

Сопоставление данных о температурной зависимости намагниченности в тонкой плёнке Dy (200 нм), тонкой плёнке Ho (200 нм), и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] с аналогичными данными для объёмных монокристаллов Ho и Dy взятыми из [8, 38], представленное на рисунке 4.2.4, позволяет сделать ещё ряд выводов о магнитных свойствах изучаемых наноструктур и тонких плёнок. Так, при $T=17$ К обращает на себя внимание отсутствие для плёнки Ho (200 нм) заметного на кривой намагниченности монокристалла Ho минимума намагниченности, обусловленного магнитным фазовым переходом из геликоидальной в соизмеримую коническую фазу.

Другой особенностью, характерной уже для тонкой плёнки Dy (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], является низкая величина намагниченности в области температур ниже температуры Кюри для слоёв Dy в них сравнительно с намагниченностью монокристалла Dy.

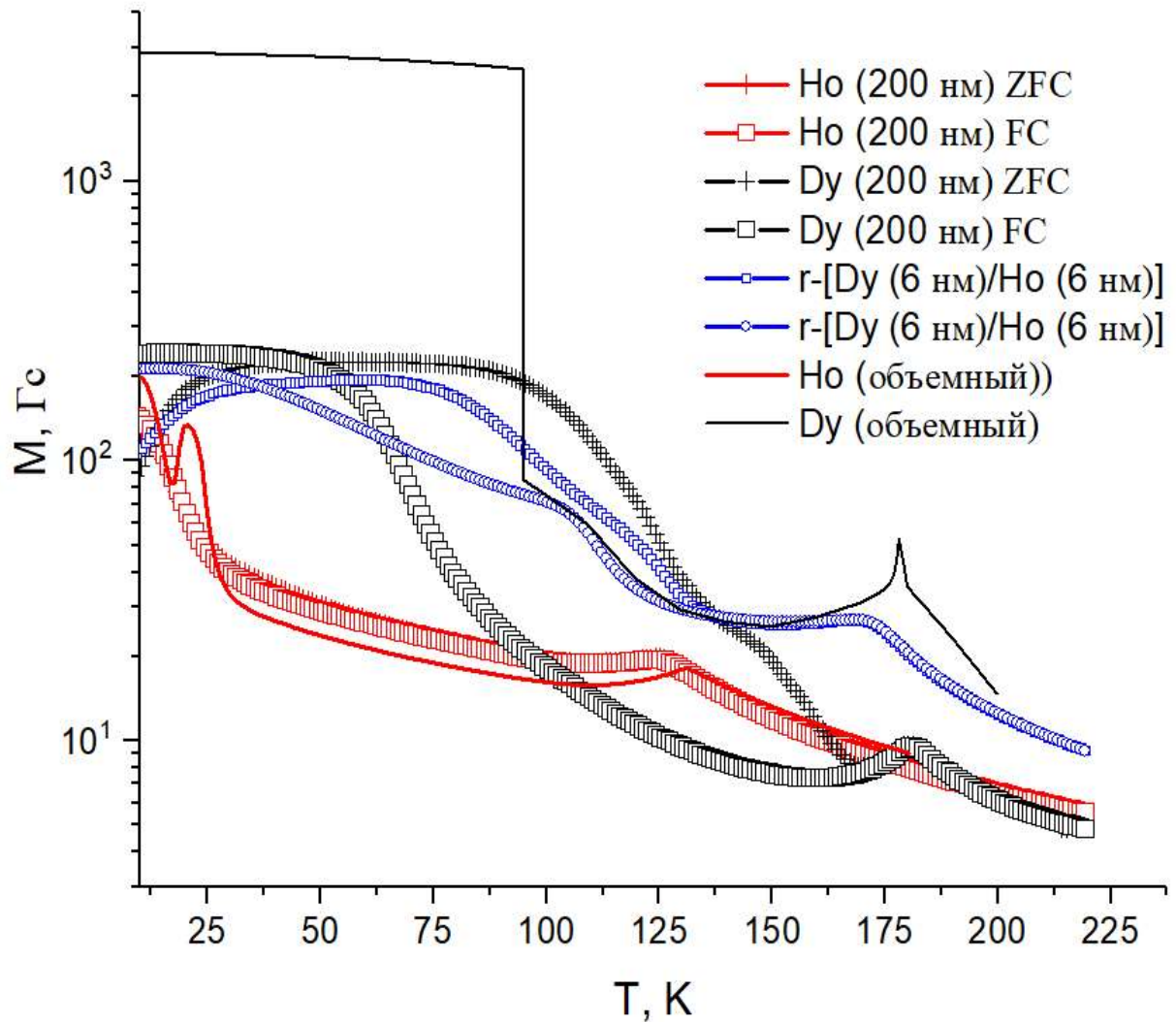


Рисунок 4.2.4 — Температурные зависимости намагниченности тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] во внешнем поле 1 кЭ в сравнении с аналогичными зависимостями намагниченности для объёмных монокристаллов Dy и Ho в аналогичных условиях.

4.3 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)]

Поскольку планом эксперимента по рефлектометрии поляризованных нейтронов предусматривалось измерение двумерных карт рассеяния нейтронов для образцов Dy (200 нм), Ho (200 нм), а также сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6

нм)] при различных значениях внешнего магнитного поля, были проведены измерения полевых зависимостей намагниченности для данных образцов.

На рисунке 4.3.1 приведены полевые зависимости намагниченности для плёнки Dy (200 нм) для различных температур.

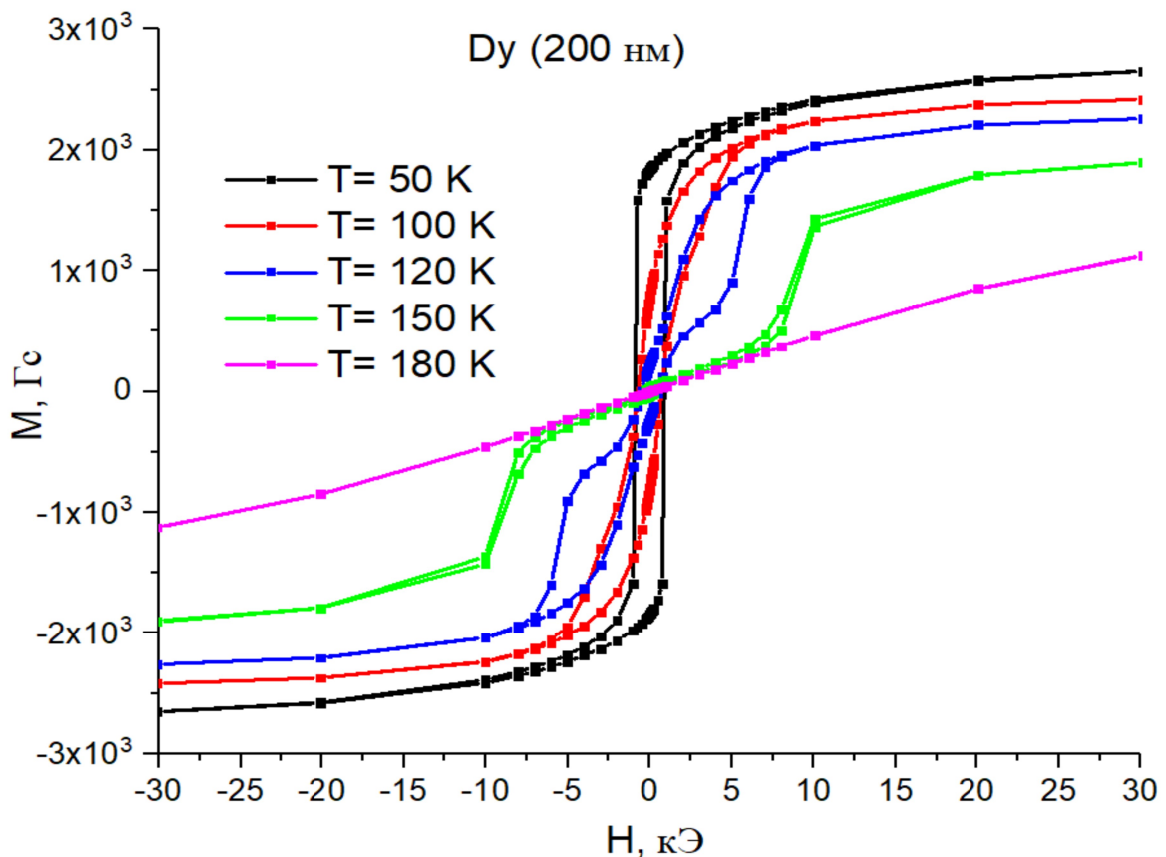


Рисунок 4.3.1 — Полевые зависимости намагниченности для плёнки Dy (200 нм) для различных температур

При температурах ниже 50 К полевые зависимости намагниченности свидетельствуют о ферромагнитном упорядочении, реализующемся в плёнке Dy (200 нм) во всём диапазоне полей. Однако при более высоких температурах уменьшается остаточная намагниченность и коэрцитивная сила, что можно интерпретировать, как свидетельство возникновения веерной магнитной структуры в плёнке Dy (200 нм). При температуре 150 К плёнка Dy (200 нм) находится в геликоидальной магнитной фазе, однако при критическом поле $H \approx 7.5$ кЭ происходит индуцированный приложением магнитного поля в базисной плоскости **ab** элементарной ячейки Dy магнитный фазовый переход в

ферромагнитную/веерную фазу. Наконец, при температуре 180 К Ду демонстрирует характерное для парамагнетика поведение намагниченности в зависимости от внешнего магнитного поля.

На рисунке 4.3.2 приведены полевые зависимости намагниченности для плёнки Но (200 нм) для различных температур.

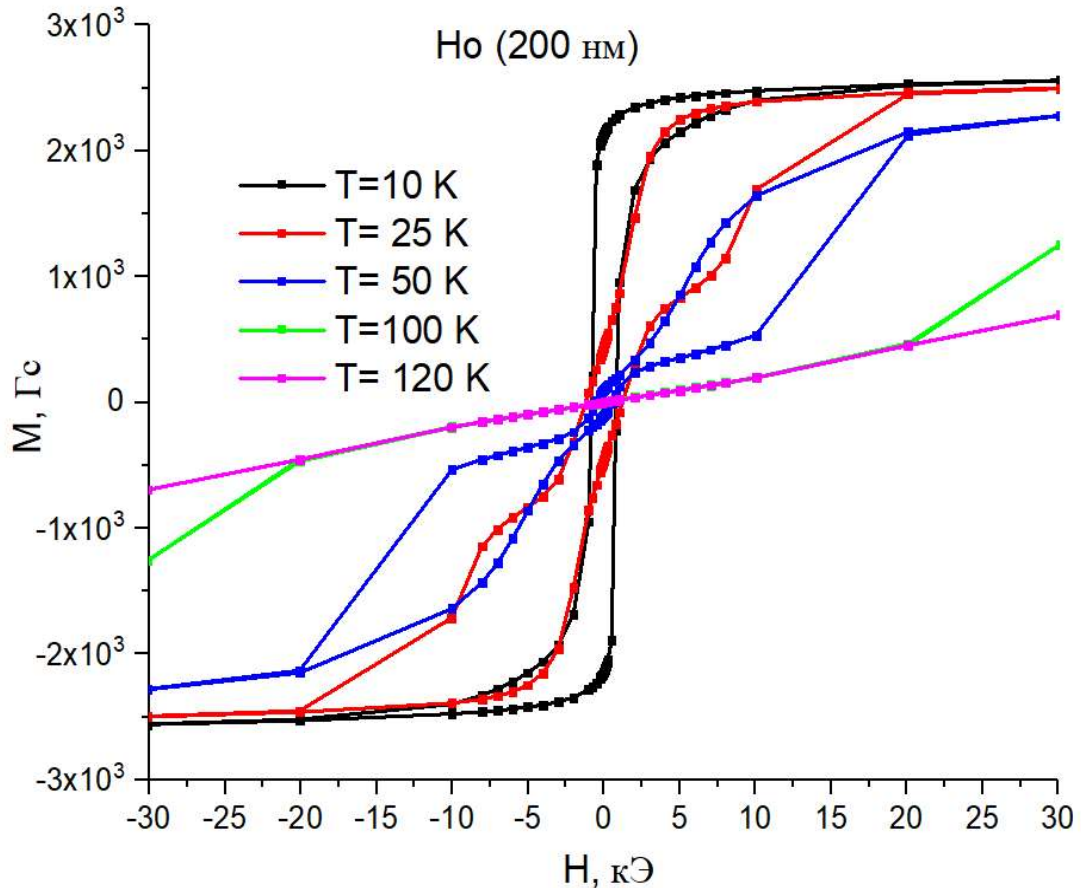


Рисунок 4.3.2 — Полевые зависимости намагниченности для плёнки Но (200 нм) для различных температур

По аналогии с плёнкой Ду, при температурах выше температуры Нееля по данным измерений температурных зависимостей намагниченности, плёнка Но парамагнитна вне зависимости от приложенного магнитного поля. Однако, при более низких температурах (50 К), полевая зависимость намагниченности плёнки Но (200 нм) в интервале полей от -10 кЭ до +10 кЭ аналогична поведению намагниченности в плёнке Ду при $T=150\text{ K}$. При величине поля в 10 кЭ в плёнке Но происходит магнитный фазовый переход в веерную/ферромагнитную фазу, что подтверждается появлением сильного магнитного гистерезиса. Неожиданным

результатом является формирование в плёнке Ho ферромагнитного упорядочения с магнитными моментами в плоскости образца во всём диапазоне полей при температурах менее 25 К, при которых, согласно температурным зависимостям намагниченности и литературным данным, плёнки Ho должны являться геликоидальными магнетиками при малых значениях внешнего магнитного поля. Возможным объяснением этого факта является возникновение метастабильного ферромагнитного упорядочения в намагниченных до насыщения плёнках Ho , по аналогии с эффектом наблюдавшимся в слоях Dy в сверхрешётках Dy/Y [54].

Наконец, результаты измерения полевых зависимостей намагниченности в сверхрешётках [Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)] подтверждают ранее сделанный вывод о чрезвычайном сходстве магнитных свойств сверхрешёток [Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)] с различной ориентацией подложек сапфира. По аналогии с тем, как это было сделано в главе 4.2, на рисунке 4.3.3 представлены данные только для образца g - [Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)]. Особенности метода магнитометрии делают невозможным разделение вклада в намагниченность от слоёв Dy и Ho в сверхрешётке. Тем не менее, предполагая, что слои Ho при $T=150$ К находятся в парамагнитном состоянии, можно положить, что магнитные свойства образца при данной температуре определяются слоями Dy , геликоидальное упорядочение в которых переходит в веерную/ферромагнитную фазу при величине внешнего магнитного поля больше 8 кЭ. В свою очередь, сверхрешётки при температурах 10 — 25 К находятся в ферромагнитном состоянии, и не демонстрируют признаков формирования соизмеримой конической структуры в слоях Ho , что согласуется с результатами для тонкой плёнки Ho (200 нм). Наконец, результаты для промежуточных температур (50 — 100 К) не противоречат гипотезе о магнитном фазовом переходе слоёв Dy из геликоидальной магнитной фазы в веерную магнитную фазу.

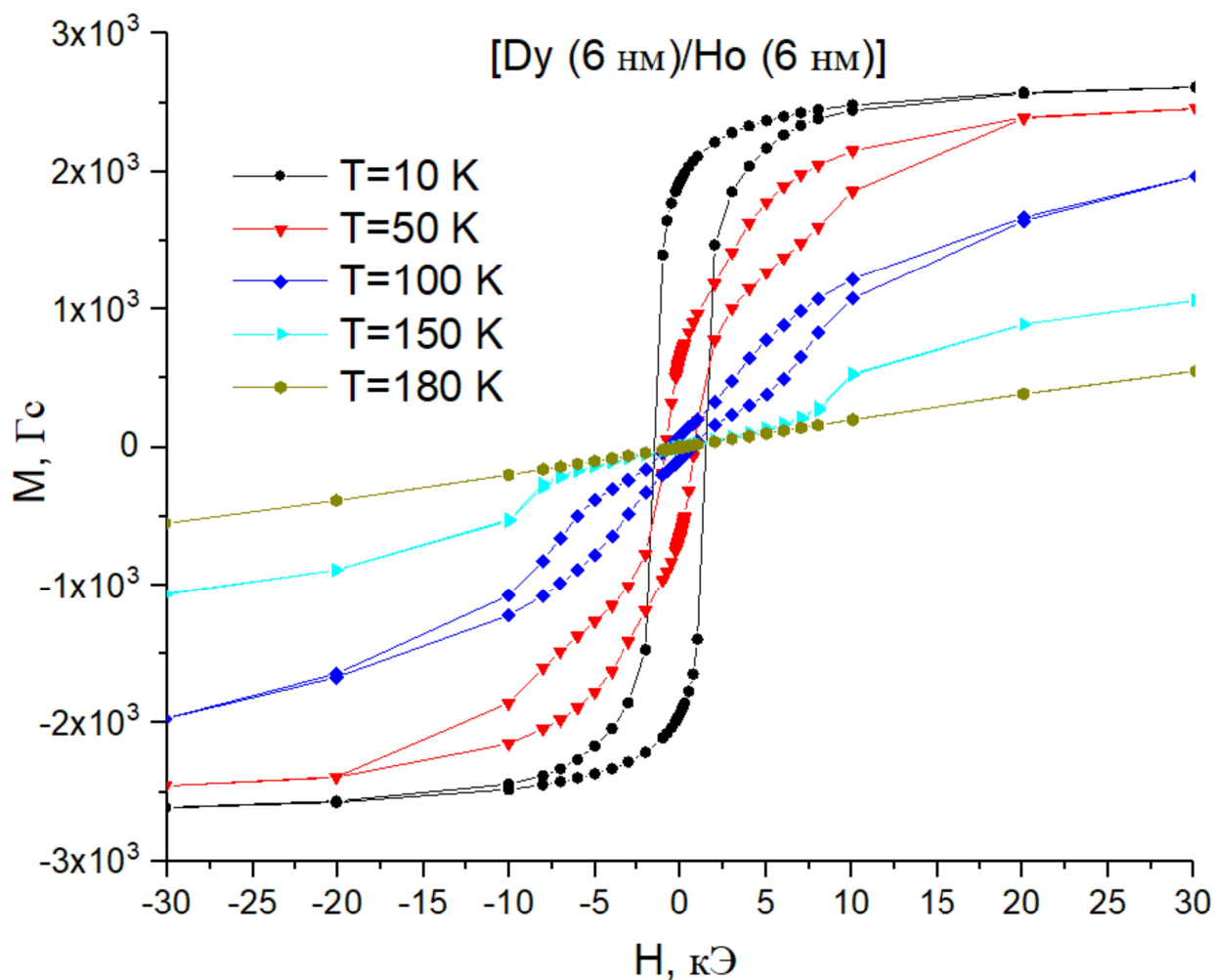


Рисунок 4.3.3 — Полевые зависимости намагниченности для сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] для различных температур

4.4 Заключение по главе 4

В результате проведённого исследования кристаллической структуры тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], в образцах были выявлены эпитаксиальные соотношения $[11\bar{2}0] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{Nb} \parallel [0001] \text{PЗМ}$ и $[01\bar{1}2] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{Nb} \parallel [0001] \text{PЗМ}$, что делает возможным проведение дальнейших исследований особенностей геликоидального магнитного упорядочения в данных образцах при помощи метода рефлектометрии поляризованных нейтронов. Необходимость использования данного метода

проистекает из того, что проведённые магнитометрические измерения, результаты которых были изложены в этой главе, хоть и позволяют сформулировать предположения о формировании геликоидальной магнитной фазы во всех перечисленных образцах, не позволяют определять период магнитной геликоиды и иные особенности данной магнитной фазы в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho(200 нм) и сверхрешётках[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. При этом было показано, что выявленные отличия в величине температуры Кюри плёнки Dy (200 нм) в сравнении с температурой Кюри объёмного Dy и требующее подтверждение методом РПН подавление магнитного фазового перехода в соизмеримую коническую фазу из геликоидальной в тонкой плёнке Ho, не могут быть объяснены влиянием эпитаксиальных напряжений на магнитные свойства данных образцов. Изложенные в главе результаты были опубликованы в работах [А2,А3]

5 Особенности магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

В данной главе приводятся результаты исследования тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] методом рефлектометрии поляризованных нейтронов. Данный экспериментальный метод в первую очередь предназначен для изучения длиннопериодических магнитных структур, признаки существования которых в температурном интервале от T_N до T_C (значения этих температур для данных образцов приведены в таблице 4.2.1) были получены из магнитометрических измерений, рассмотренных в главе 4 данной диссертации. Схема эксперимента и перечень температур и полей, при которых производилось измерение двумерных карт рассеяния приведены в главе 2.3.

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

В результате проведения эксперимента по рефлектометрии поляризованных нейтронов на времяпролётном рефлектометре «РЕМУР» были получены представленные на рисунке 5.1.1 карты рассеяния для тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и одной сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] с одинаковым ориентационным соотношением $[01\bar{1}2] \text{Al}_2\text{O}_3 \parallel [110] \text{Nb} \parallel [0001] \text{PЗМ}$. Использование вместо инструментальных координат (длины волны нейтрона и угла отражения от образца) системы координат компонент вектора рассеяния Q , позволяет с лёгкостью идентифицировать магнитные сателлиты 0000^+ , возникающие на картах рассеяния вследствие рассеяния нейтронов на периодических магнитных структурах образца. Данные магнитные сателлиты представляют собой яркие горизонтальные полосы, характеризующиеся фиксированным значением z-компоненты вектора рассеяния, в свою очередь пропорциональным периоду

магнитной структуры. Поскольку периодическое магнитное упорядочение в Dy и Ho исчезает при повышении температуры выше температуры Нееля или понижении температуры ниже температуры Кюри, это приводит к соответствующей зависимости интенсивности магнитного сателлита от температуры: он исчезает одновременно с периодической магнитной структурой в образце. Другой особенностью геликоидального магнитного упорядочения является наличие зависимости периода магнитного геликоида от температуры, что на спектрах рефлектометрии проявляется в виде изменения положения магнитного сателлита. На рисунке 5.1.1 можно наблюдать появление одного такого магнитного сателлита на картах рассеяния тонких плёнок Dy (200 нм) и Ho (200 нм), в то время как на картах рассеяния образца r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] наблюдается появление двух различных магнитных сателлитов, что говорит о формировании двух типов периодических магнитных структур в нём. Возникновение ярких горизонтальных полос на картах рассеяния в координатах Q_x - Q_z , может быть обусловлено и рассеянием на периодически расположенных интерфейсах исследуемого образца. Брэгговский рефлекс такого происхождения не меняет своего положения в зависимости от температуры и не исчезает при изменении магнитного состояния системы, чем отличается от магнитных сателлитов. Подобный брэгговский рефлекс можно наблюдать на картах рассеяния для сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в области малых Q_z . Наконец, зеркально отражённый пучок нейтронов даёт яркую вертикальную полосу в области нулевых значений Q_x . Зависимость интенсивности зеркально отражённого пучка нейтронов от величины z-компоненты вектора рассеяния представляет собой кривую зеркального отражения рефлектометрии. Пример таких кривых для образца r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при температурах 100 К, 75 К, 50 К и 30 К приведён на рисунке 5.1.2.

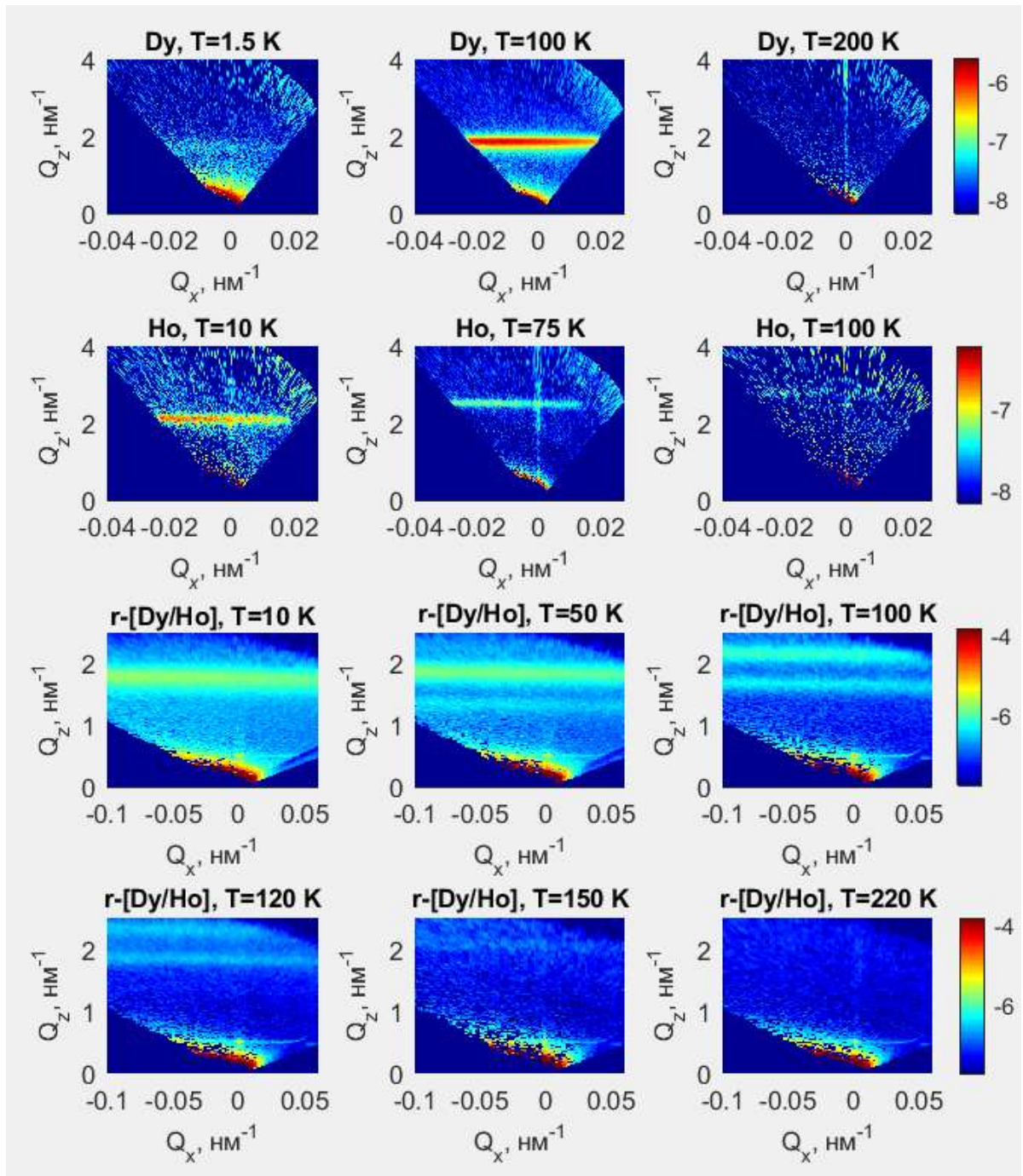


Рисунок 5.1.1 — Карты рассеяния нейтронов для тонких плёнок Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётки r-[Dy(6 нм)/Ho (6 нм)] при различных температурах в координатах компонент вектора рассеяния Q_x - Q_z

Два наблюдающихся на рисунке 5.1.2. магнитных спутника меняют своё положение, смещаясь в область малых значений Q_z при понижении температуры, что соответствует увеличению периода магнитных геликоид. Однако наиболее важным является факт исчезновения магнитного спутника, соответствующего периодической магнитной структуре большего периода, при температурах

меньших 50 К. Из литературных данных [35,39] известно, что период магнитного геликоида в монокристалле Dy превышает период магнитного геликоида в монокристалле Ho, а результаты магнитометрических измерений сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], изложенные в главе 4, свидетельствуют о переходе слоёв Dy в образцах в ферромагнитную фазу при температурах ниже 92 К во внешнем поле 1 кЭ, что позволяет с высокой степенью уверенности отождествить исчезающий магнитный спутник с геликоидом, распространяющимся в слоях Dy, в то время как оставшийся магнитный спутник — с геликоидом, распространяющимся в слоях Ho.

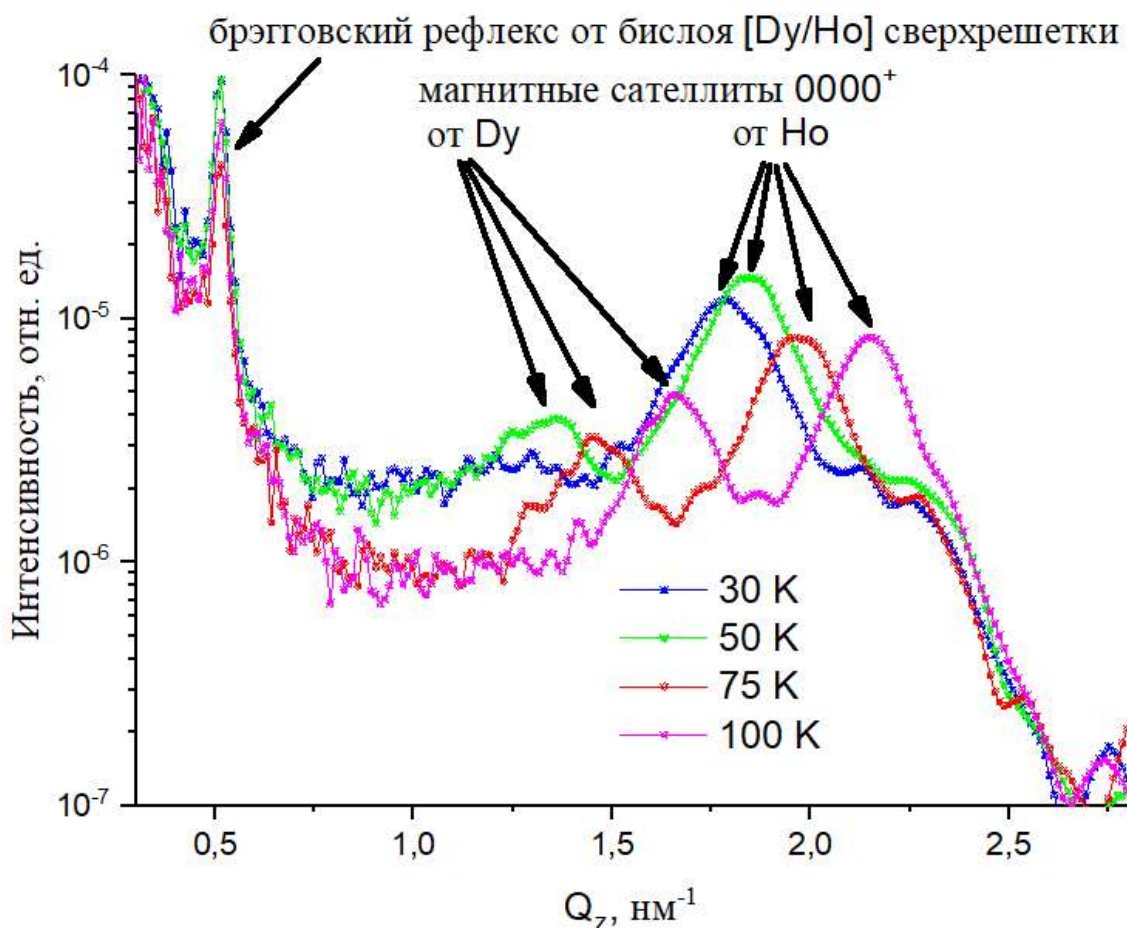


Рисунок 5.1.2 — Кривые зеркального отражения нейтронной рефлектометрии для образца r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при температурах от 100 К до 30 К

При этом, оценка длины когерентности данных геликоид при помощи критерия Шеррера позволила установить, что фаза этих геликоид сохраняется на

расстояниях, превышающих три периода сверхрешётки, что говорит о формировании когерентно распространяющегося в сверхрешётке γ -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] длиннопериодического магнитного упорядочения из двух геликоид с различными периодами. Необходимо отметить, что данный результат повторяет выводы авторов [61] о формировании когерентного магнитного упорядочения в сверхрешётке [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)], изготовленной методом молекулярно-лучевой эпитаксии.

Полагая интенсивность магнитного сателлита на кривых зеркального отражения тонких плёнок Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётке γ -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] параметром порядка геликоидальной магнитной фазы, можно определить температурные интервалы существования периодического магнитного упорядочения. Зависимость интенсивности магнитного сателлита от температуры представлена на рисунке 5.1.3.

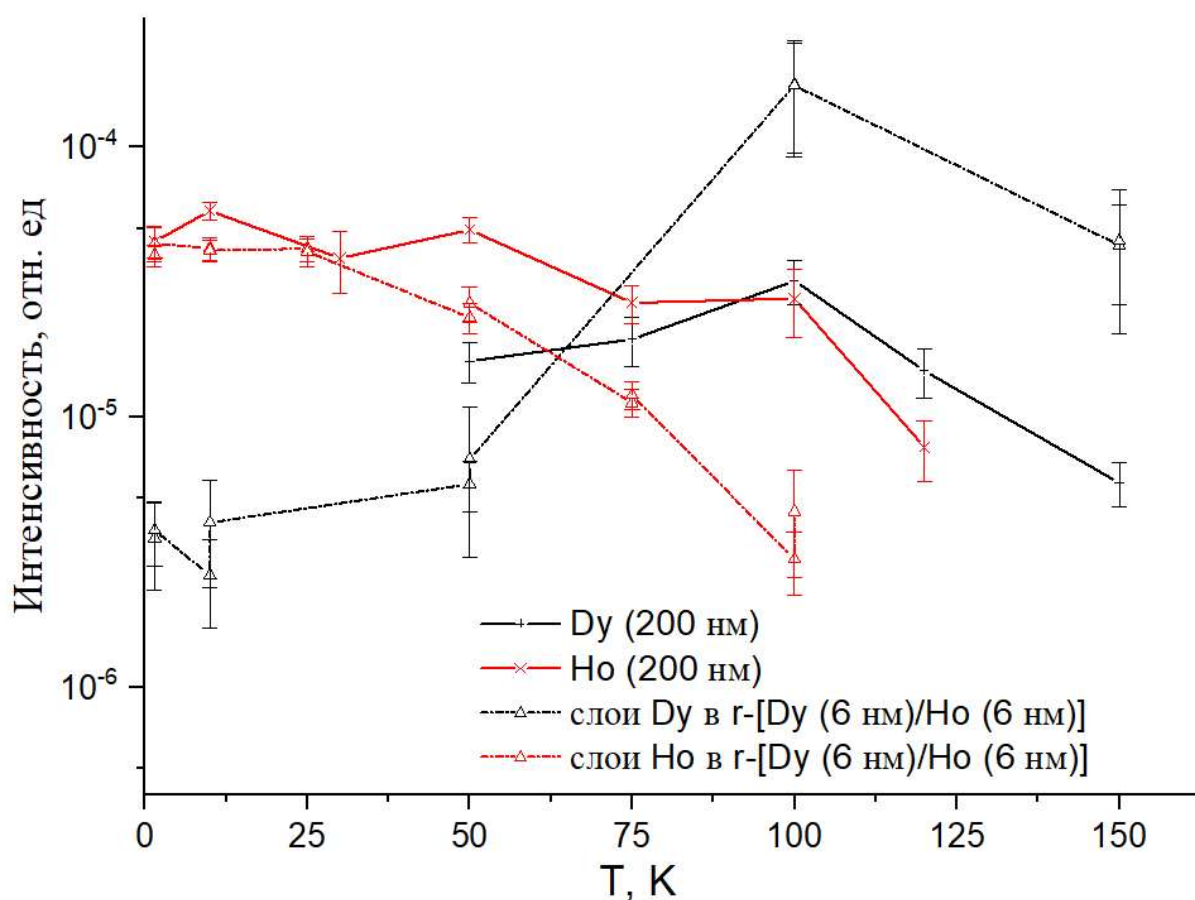


Рисунок 5.1.3 — Зависимости интенсивностей магнитных сателлитов на кривых отражения нейтронной рефлектометрии для образцов Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётки γ -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] от температуры

На основании данных зависимостей можно сделать следующие выводы:

1) периодическая магнитная структура в слоях Dy в сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и плёнке Dy (200 нм) начинает разрушаться при температурах менее 100 К, что хорошо согласуется с температурами магнитного фазового перехода из геликоидального в ферромагнитное состояние в данных образцах, известными по измерениям температурных зависимостей намагниченности. При этом, магнитные сателлиты не пропадают полностью вплоть до температуры в 50 К в слоях Dy в сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и до температуры 1.5 К в плёнке Dy (200 нм), что может свидетельствовать о существовании периодической веерной фазы в слоях Dy ниже температуры Кюри для этих слоёв.

2) температура Нееля слоёв Ho в сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] превышает температуру Нееля в тонкой плёнке Ho (200 нм) как минимум на 20 К. При этом, периодическое магнитное упорядочение в слоях Ho обоих образцов не исчезает с уменьшением температуры, как это происходит с геликоидальной фазой Dy.

Прежде чем приступить к рассмотрению температурных зависимостей периода магнитных упорядочений, приводящих к появлению сателлитного рефлекса 0000^+ на кривых отражения нейтронной рефлектометрии для образцов Dy(200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], рассмотрим результаты экспериментального исследования методом рефлектометрии поляризованных нейтронов сверхрешётки a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] на иначе ориентированной подложке сапфира. В главе 4 был сделан вывод о том, что температурные и полевые зависимости намагниченности позволяют говорить о чрезвычайном сходстве магнитных свойств данной сверхрешётки со свойствами сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Тем не менее, образец был исследован при помощи рефлектометра SuperADAM, ILL в моде фиксированной длины волны падающих нейтронов. Благодаря равномерной сетке по температурам, при которых производилось измерение, стало возможным представление результата в виде двумерной картинки, где по оси абсцисс отложены значения z-компоненты

вектора рассеяния Q , а по оси ординат - значения температур, при которых производилось измерение. Таким образом, рисунок 5.1.4 представляет из себя последовательность кривых зеркального отражения при различных температурах.

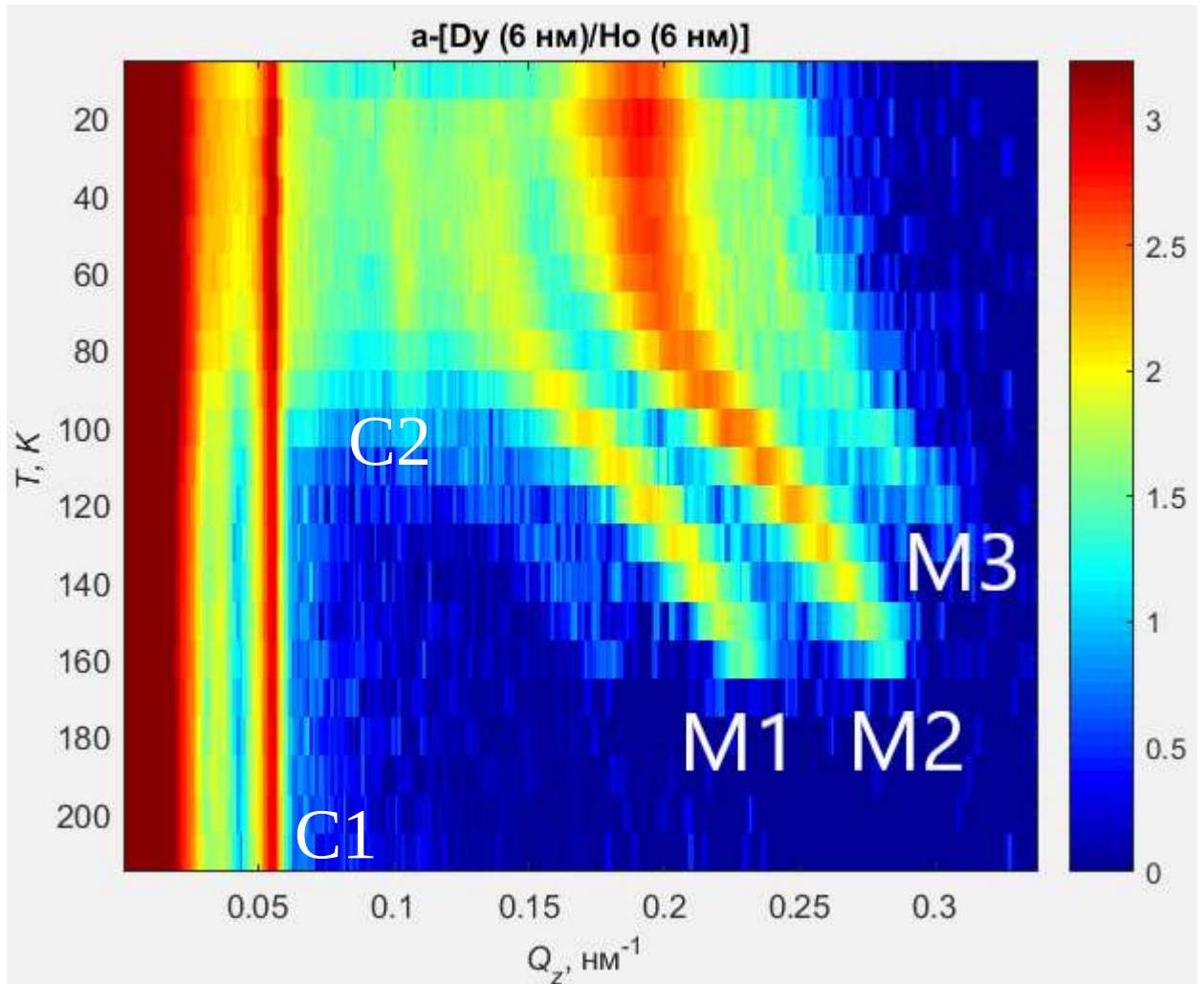


Рисунок 5.1.4 — Кривые зеркального отражения нейтронов для образца a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в координатах Q_z - T

На представленных кривых различимо сразу несколько брэгговских рефлексов для удобства проиндексированных C1, C2, M1, M2, M3. Появление брэгговского рефлекса C1 вызвано рассеянием нейтронов на интерфейсах периодически чередующихся слоёв сверхрешётки a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Таким образом, данный рефлекс полностью аналогичен описанному ранее брэгговскому рефлексу от сверхрешётки r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], и поскольку его положение не меняется при изменении температуры, на рисунке 5.1.4 он представлен яркой вертикальной полосой. В то же время, при понижении температуры до 100 К,

появляется рефлекс С2. Так как он находится на месте запрещённого брэгговского рефлекса от сверхрешётки второго порядка, и его положение не зависит от температуры, появление данного рефлекса предположительно объясняется искажением кристаллической решётки Dy в слоях Dy при переходе Dy из геликоидального магнитного состояния в ферромагнитное при температуре около 100 К, что приводит к нарушению периодичности сверхрешётки.

Наконец, три брэгговских рефлекса M1, M2, M3 в области больших значений Q_z с очевидностью представляют собой магнитные сателлиты, появление которых обусловлено возникновением длиннопериодического магнитного упорядочения в сверхрешётке a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Пользуясь критериями, аналогичными использованным ранее для атрибуции магнитных сателлитов рефлектограмм сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], можно установить, периодической магнитной структуре какого слоя сверхрешётки соответствует данный магнитный сателлит.

Так, приведённые на рисунке 5.1.5 зависимости интенсивности магнитных сателлитов от температуры свидетельствуют о том, что сателлит M1 соответствует геликоиде, распространяющейся в слоях Dy сверхрешётки, при температурах менее 100 К эти слои переходят в веерную или ферромагнитную фазу, вызывая уменьшение интенсивности магнитного сателлита M1. В то же время магнитный сателлит M2, интенсивность которого монотонно растёт по мере снижения температуры, связан с распространением геликоиды в слоях Ho. Однако, следует отметить, что это означает, что температура Нееля слоёв Ho в сверхрешётке a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] превышает не только температуру Нееля плёнки Ho (200 нм), но и T_N объёмного монокристалла Ho, равную 131.5 К.

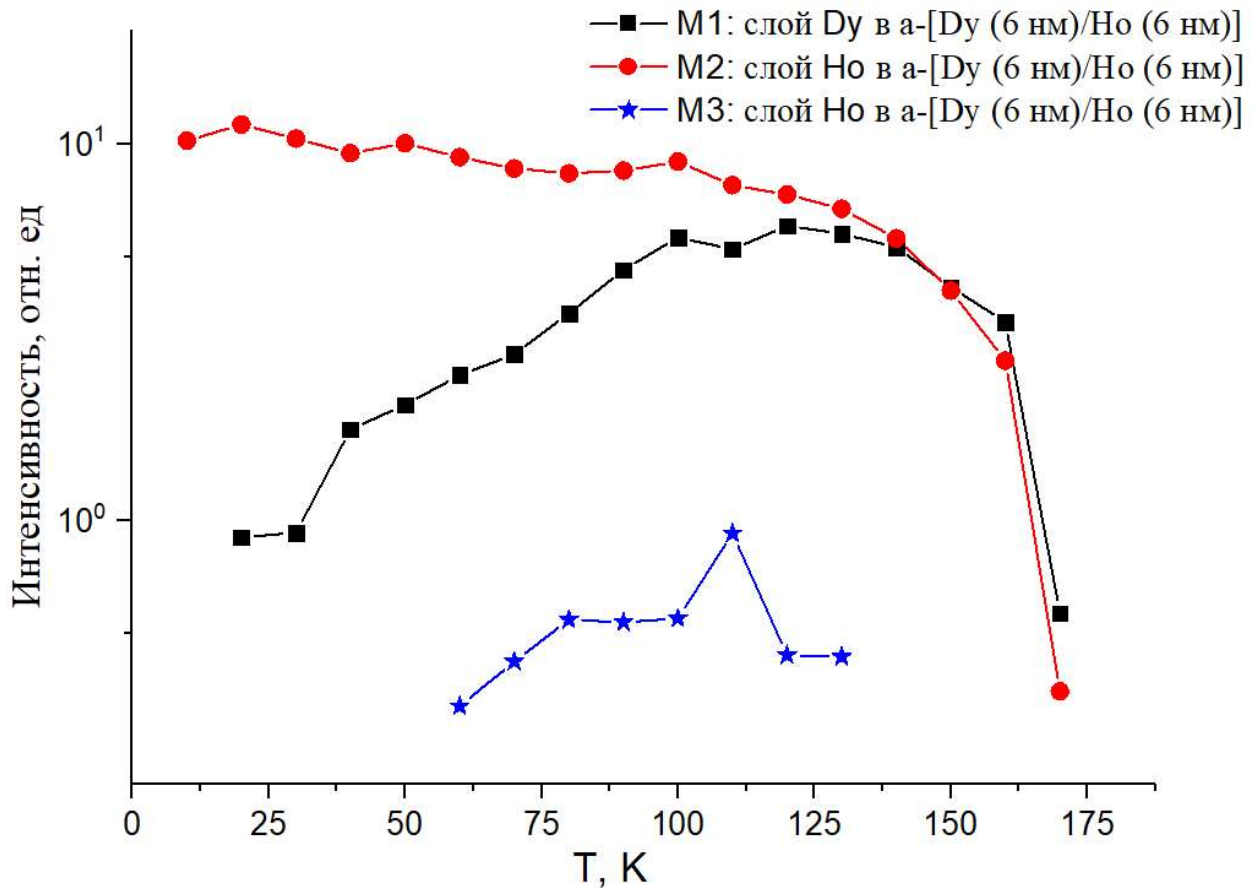


Рисунок 5.1.5 — Зависимости интенсивностей магнитных спутников на кривых отражения нейтронной рефлектометрии для образца a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] от температуры

Третий спутник магнитного происхождения M3, чья интенсивность существенно уступает интенсивности магнитных спутников M1 и M2, как будет показано далее на рисунке 5.1.7, также связан с распространяющейся в слоях Ho сверхрешетки магнитной геликоидой, что означает наличие в слоях Ho сверхрешетки a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] неоднородной магнитной структуры при температурах ниже 130 К.

Оценка длины когерентности магнитных геликоид, ответственных за появление магнитных спутников M1 и M2 на кривых отражения нейтронной рефлектометрии для образца a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], позволила подтвердить ранее сделанный вывод о формировании в сверхрешетках такого типа длиннопериодического магнитного упорядочения из двух геликоид с различным периодом, когерентно распространяющихся в слоях сверхрешетки.

Благодаря атрибутированию всех магнитных спутников, наблюдавшихся на кривых отражения нейтронной рефлектометрии для сверхрешёток [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], становится возможным сопоставление накопленных данных о величине периода геликоиды в слоях Dy в исследуемых образцах с литературными данными о периоде геликоиды в аналогичной сверхрешётке [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)], синтезированной методом молекулярно-лучевой эпитаксии, и в объёмном монокристалле Dy.

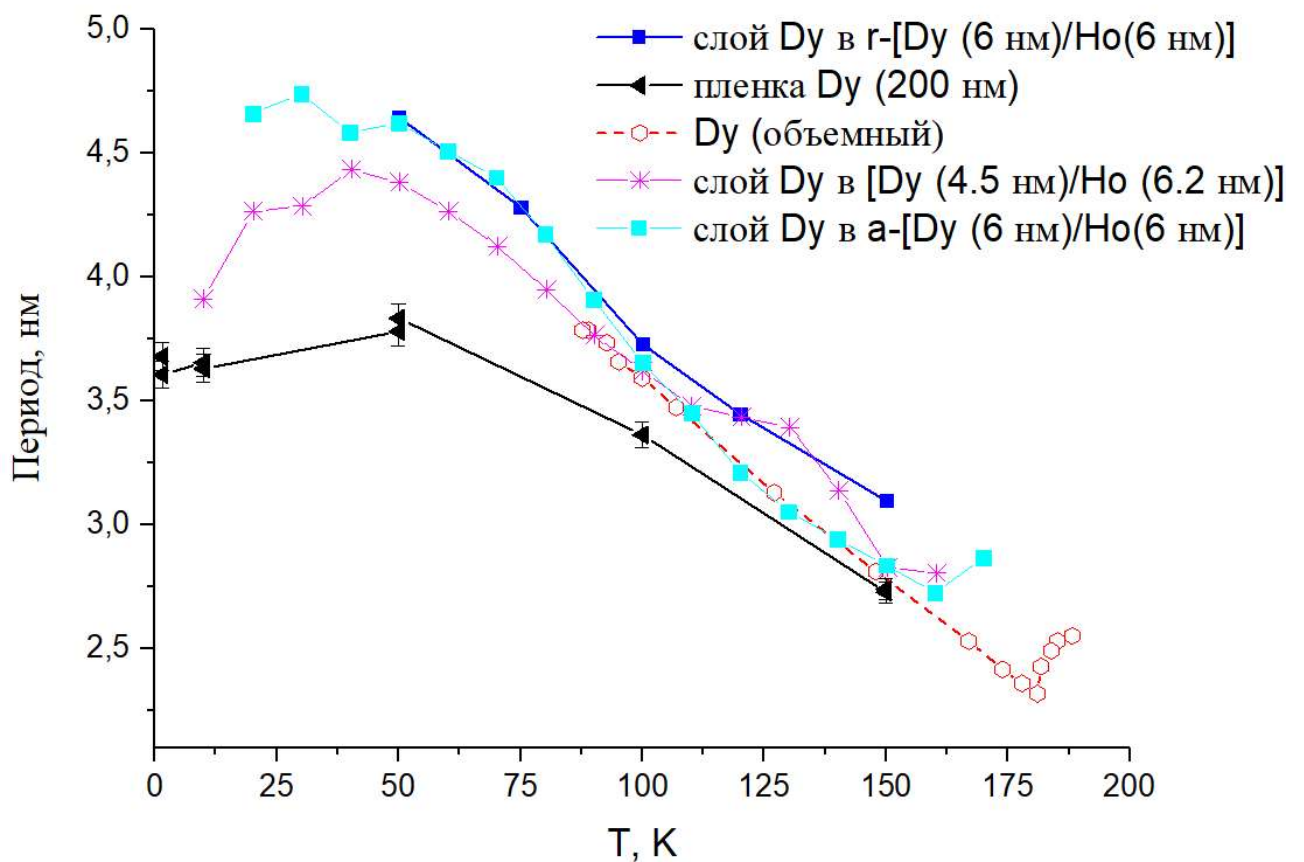


Рисунок 5.1.6 — температурные зависимости периода геликоиды в плёнке Dy (200 нм), слоях Dy в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в сравнении с литературными данными о периоде геликоид [91] [51]

Представленные на рисунке 5.1.6 зависимости позволяют сделать следующие выводы:

1) Период геликоида, распространяющегося в слоях Dy в сверхрешётках превышает период Dy в плёнке Dy вне зависимости от метода синтеза, материала подложки и толщин слоёв Dy в сверхрешётках. При этом, данный эффект

особенно выражен при температурах меньше T_C объёмного Dy. в температурном диапазоне. При температурах выше T_C объёмного Dy, период геликоидального магнитного упорядочения в а-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] совпадает с периодом геликоида в объёмном монокристалле Dy.

2) Во всех наноструктурах периодическое магнитное упорядочение в слоях Dy сохраняется при температурах более низких, чем температура Кюри объёмного Dy. В частности, в тонких плёнках Dy (200 нм), соответствующий магнитный сателлит наблюдается при $T=1.5$ К. Однако, необходимо отметить, что как следует из рисунка 5.1.5 и рисунка 5.1.3, интенсивность этого сателлита снижается при $T < T_C$ объёмного Dy во всех исследованных образцах, что говорит о постепенном переходе слоёв Dy в этих наноструктурах и тонкой плёнке в ферромагнитное состояние.

3) ключевым отличием в свойствах геликоида, распространяющегося в слоях Dy в напылённой методом молекулярно-лучевой эпитаксии сверхрешётке [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)] от рассматриваемых в данной работе [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] сверхрешёток выступают отличия в величине периода в области низких температур, где период геликоид в слоях Dy в [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] сверхрешётках становится одинаковым в пределах погрешности для обоих образцов.

4) Хотя температура Нееля слоёв Dy по данным магнитометрии, рассмотренным в главе 4, не отличается существенным образом в тонкой плёнке Dy (200 нм), слоях Dy в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и объёмном монокристалле Dy, магнитные сателлиты в наноструктурах на основе Dy появляются при более низких температурах, нежели T_N для объёмного Dy, которая равна 181.5 К. Данный факт может объясняться низкой интенсивностью магнитного сателлита в этом температурном диапазоне, что не позволяет регистрировать его позиционно-чувствительными детекторами рефлектометров «PEMUP» и «SuperADAM».

Температурные зависимости периода геликоид, распространяющихся в тонкой плёнке Ho (200 нм), слоях Ho в сверхрешётках a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], также имеет смысл сравнить с ранее полученными результатами из литературы для сверхрешётки [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)], синтезированной методом молекулярно-лучевой эпитаксии, и для объёмного монокристалла Ho. На рисунке 5.1.7 представлены все упомянутые выше температурные зависимости.

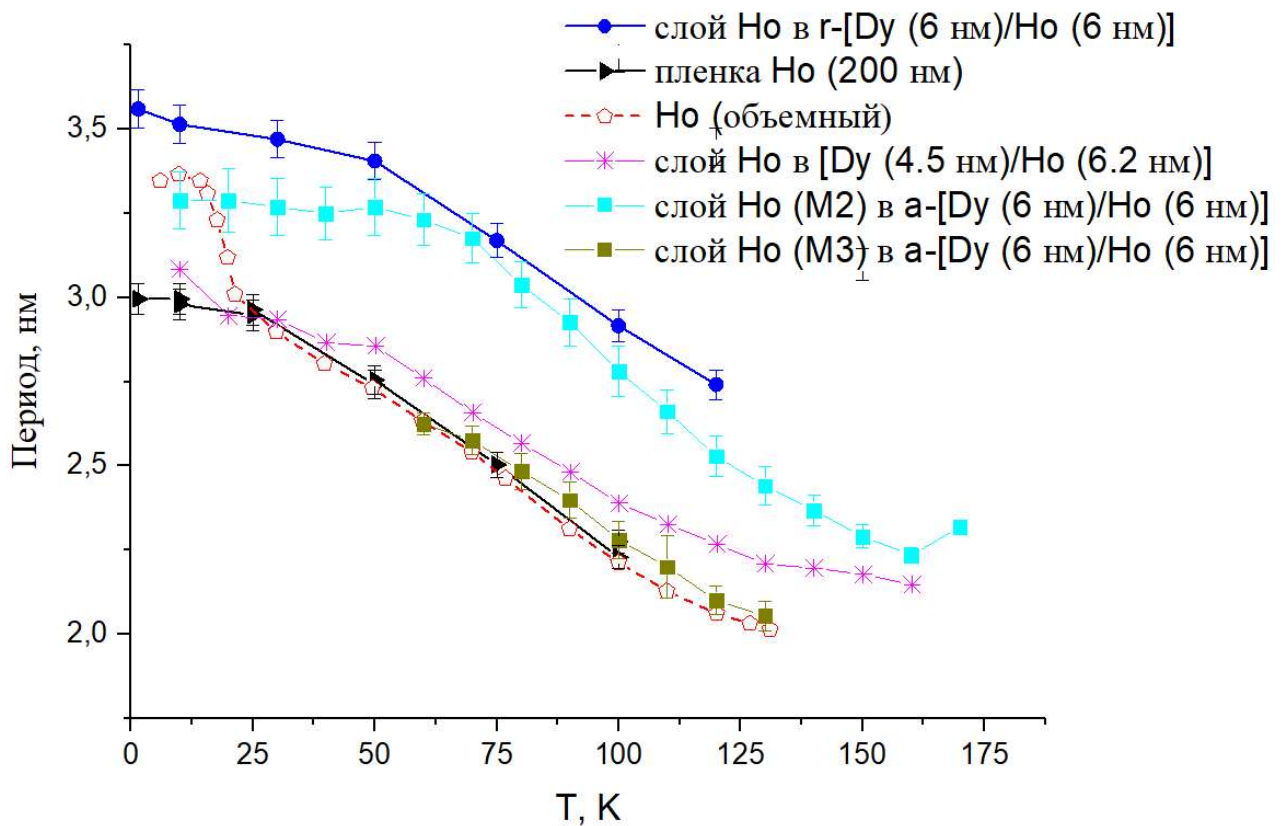


Рисунок 5.1.7 — Температурные зависимости периода геликоиды в плёнке Ho (200 нм), слоях Ho в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в сравнении с литературными данными о периоде геликоид [39] [51]

Сравнительный анализ этих зависимостей позволяет сделать следующие выводы:

1) Предположение о появлении магнитного сателлита M3, наблюдавшегося в эксперименте по нейтронной рефлектометрии для образца a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], вследствие формирования геликоидальной магнитной структуры в слоях Ho, подтверждается совпадением периода этого геликоида с периодом геликоида в

монокристалле Ho в интервале температур от 130 до 60 К. Таким образом, в слоях Ho в сверхрешётке a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] при температурах менее 130 К сосуществуют две геликоидальные магнитные фазы с различными периодами геликоид.

2) Температура Нееля геликоида, распространяющегося в слоях Ho в сверхрешётках [Dy/Ho], превышает температуру Нееля Ho в плёнке Ho (200 нм). При этом, в синтезированных на подложке $[11\bar{2}0]$ Al_2O_3 сверхрешётках, температура Нееля слоёв Ho может превышать и температуру Нееля объёмного монокристалла Ho, что авторы работы [61] связывают с влиянием слоёв Dy сверхрешётки на магнитные свойства слоёв Ho в ней же.

3) Период геликоид, распространяющегося в слоях Ho в сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] больше периода геликоиды, распространяющейся в плёнке Ho (200 нм), монокристалле Ho и слоях Ho в ранее исследованной сверхрешётке [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)]

4) Характерным для всех наноструктур и тонкой плёнки является отсутствие признаков фазового перехода геликоидальной магнитной фазы в соизмеримую коническую фазу $q = \frac{1}{6} * c^*$ при температурах ниже температуры Кюри для объёмного монокристалла Ho. При этом, при температурах ниже температуры Кюри для объёмного монокристалла Ho, период геликоиды в слоях Ho во всех наноструктурах и в плёнке Ho (200 нм) практически не меняется с понижением температуры.

Помимо магнитных сателлитов, информацию о типе магнитного упорядочения в образце способен дать и брэгговский рефлекс от периодически расположенных интерфейсов сверхрешётки. В то время как величина коэффициента отражения нейтронов от магнитных геликоид не зависит от направления спина поляризованных по спину пучков нейтронов, и как следствие, интенсивность магнитных сателлитов на кривой отражения не зависит от поляризации пучка нейтронов, при рассеянии нейтронов слое ферромагнетика с

осью магнитной анизотропии в плоскости образца, такая зависимость возникает (подробнее об этом было сказано в главе 2.3). Это приводит к тому, что величина структурных брегговских рефлексов начинает зависеть от поляризации падающего пучка нейтронов. Разницу между интенсивностями двух структурных брегговских рефлексов, полученных при падении на образец пучков нейтронов с противоположным направлением спина, называют «спиновой асимметрией» и величина этой асимметрии может служить параметром порядка ферромагнитной фазы.

Поскольку сверхрешёточные брегговские рефлексы присутствуют на картах рассеяния двух образцов — сверхрешётках r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], на рисунке 5.1.8 приведены температурные зависимости интенсивности сверхрешёточных брегговских рефлексов для этих образцов в зависимости от направления спинов падающего пучка нейтронов.

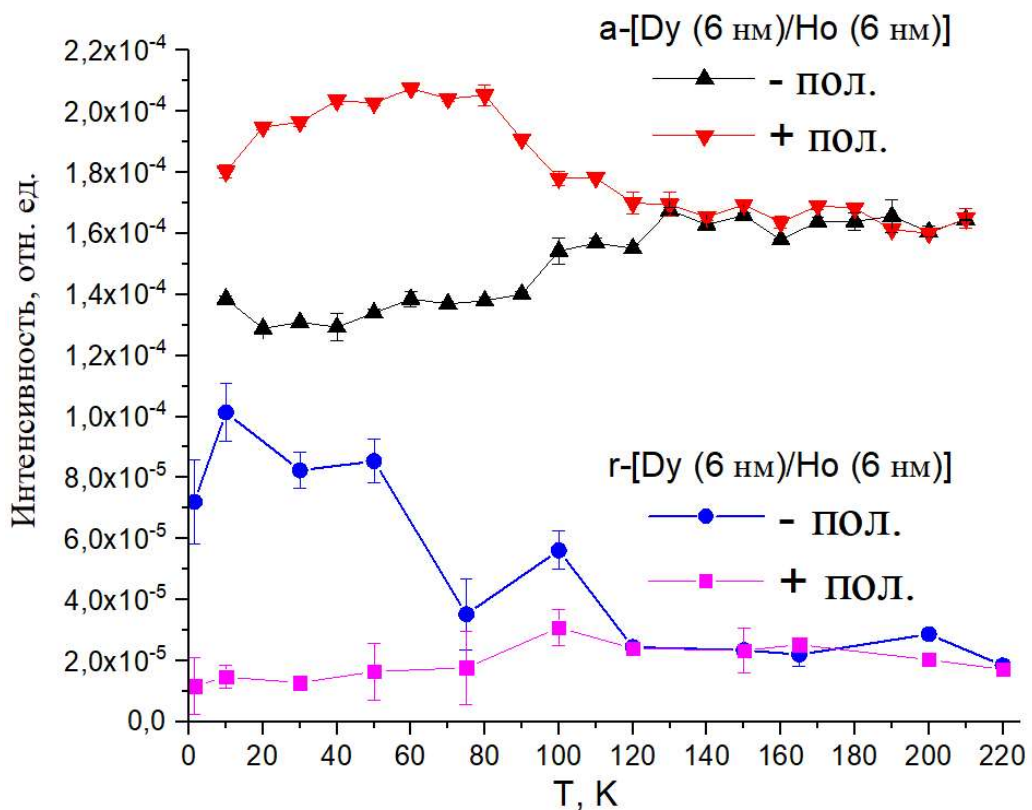


Рисунок 5.1.8 — Температурная зависимость величины сверхрешёточного брегговского пика для двух поляризаций падающего пучка и двух сверхрешёток r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]

Возникающая при $T < 120$ К спиновая асимметрия в обоих образцах, связана с началом магнитного фазового перехода в слоях Dy этих сверхрешёток, причём для обоих образцов существует диапазон температур (90 К — 120 К для a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], 75 К — 120 К для r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]), в которых спиновая асимметрия принимает промежуточное значение, что может быть связано с формированием веерного магнитного упорядочения в данном интервале температур.

5.2 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

Как было указано в главе 2.3, в ходе эксперимента по нейтронной рефлектометрии было изучено влияние магнитного поля силой до 15 кЭ на периодическое магнитное упорядочение в тонких плёнках Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)]. Измерения осуществлялись при фиксированной температуре (50 К для Ho (200 нм), 100 К для r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], 150 К для плёнки Dy (200 нм)). Выбор температур производился на основе результатов измерений намагниченности в данных образцах (глава 4.2, 4.3), и результатов измерений образцов методом рефлектометрии поляризованных нейтронов в различных температурах (глава 5.1). В итоге были выбраны температуры 50 К и 150 К для измерений тонких плёнок Ho (200 нм) и Dy (200 нм) соответственно, т. к. при этих температурах в слоях РЗМ в данных плёнках реализуется геликоидальное магнитное упорядочение, и температура в 100 К для сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], при которой в сверхрешётке существует когерентно распространяющаяся между слоями Dy и Ho длиннопериодическая магнитная структура из двух геликоид с различными периодами.

На рисунке 5.2.1 приведены получившиеся в результате анализа кривых отражения нейтронной рефлектометрии зависимости интенсивности магнитного сателлита и периода геликоида от величины магнитного поля.

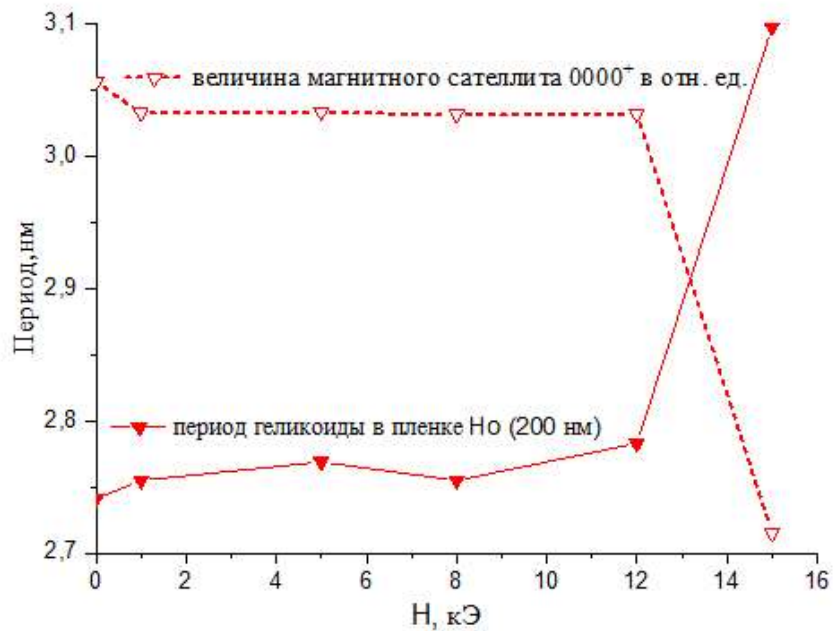
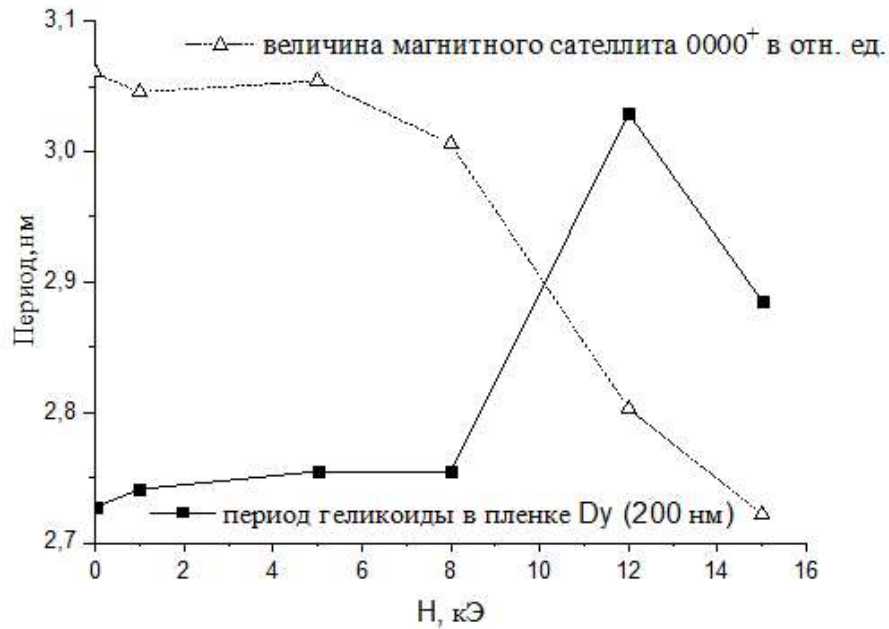


Рисунок 5.2.1 — Зависимости интенсивности магнитных сателлитов и периодов геликоид в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) от внешнего магнитного поля

Резкое падение интенсивности магнитного сателлита 0000⁺ во внешнем магнитном поле более 8 кЭ для плёнки Dy (200 нм) и во внешнем магнитном поле

свыше 12 кЭ для плёнки Ho (200 нм) свидетельствует о разрушении гелимагнитной фазы в тонких плёнках под действием внешнего магнитного поля, как это происходит и в объёмных монокристаллах Dy и Ho, что подтверждается результатами измерений полевых зависимостей намагниченности в данных температурах, приведённых в главе 4.3.

При этом, полностью магнитный сателлит, и, как следствие, связанная с ним геликоидальная магнитная фаза, в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) не пропадает даже при величине внешнего магнитного поля 15 кЭ, однако резкое падение интенсивности магнитного сателлита совпадает со скачкообразным увеличением периода этого геликоида.

В сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] приложение внешнего магнитного поля величиной менее 8 кЭ в плоскости образца также ведёт к исчезновению (неполному) геликоидального магнитного упорядочения, о чём свидетельствуют зависимости интенсивности магнитных сателлитов, соответствующих слоям Dy и Ho в сверхрешётке r-[Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)], от величины внешнего магнитного поля (рисунок 5.2.2).

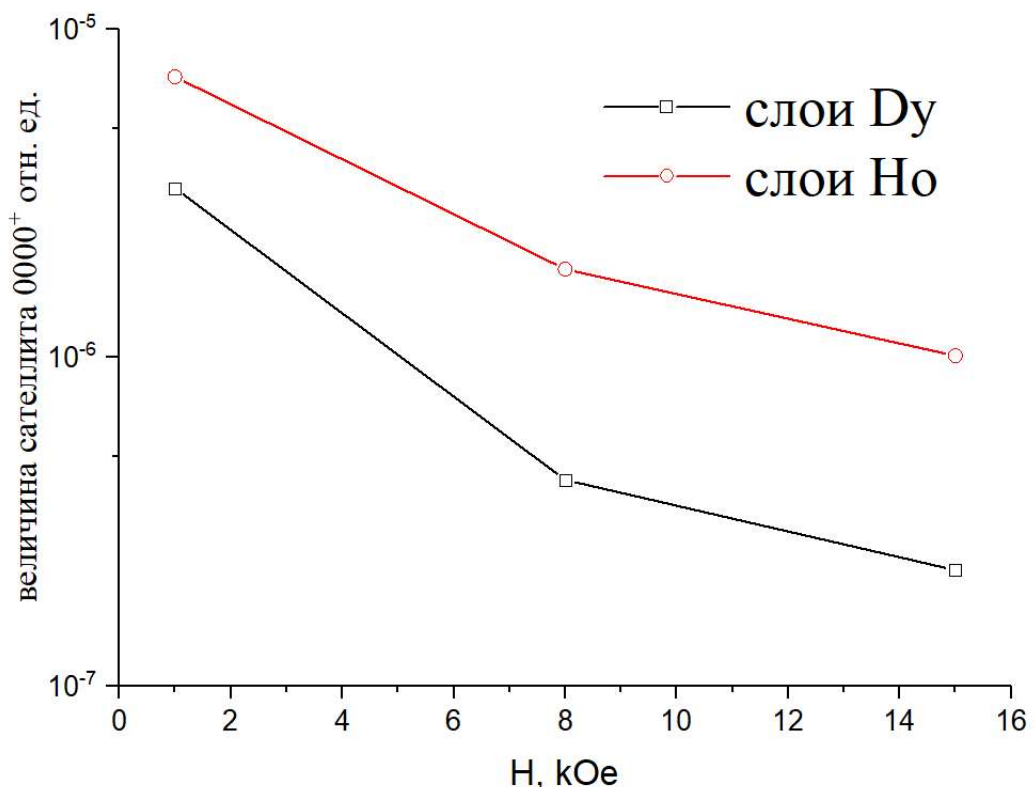


Рисунок 5.2.2 — Зависимость интенсивностей магнитных сателлитов, соответствующих геликоидам, распространяющимся в слоях Dy и Ho сверхрешётки r-[Dy (6 нм)/ Ho (6 нм)]

Однако, отсутствие каких-либо скачкообразных изменений положения этих сателлитов говорит об отличии происходящих в тонких плёнках и в сверхрешётке при этом процессов. Другой интересной особенностью кривых отражения нейтронной рефлектометрии во внешних магнитных полях является возникновение запрещённого сверхрешёточного брэгговского рефлекса второго порядка (рисунок 5.2.3), подобного ранее наблюдавшемуся в сверхрешётке a-[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] в поле 1 кЭ при $T < T_N$ гольмия рефлексу. Причины возникновения подобных нарушений периодичности сверхрешётки требуют проведения дальнейших исследований.

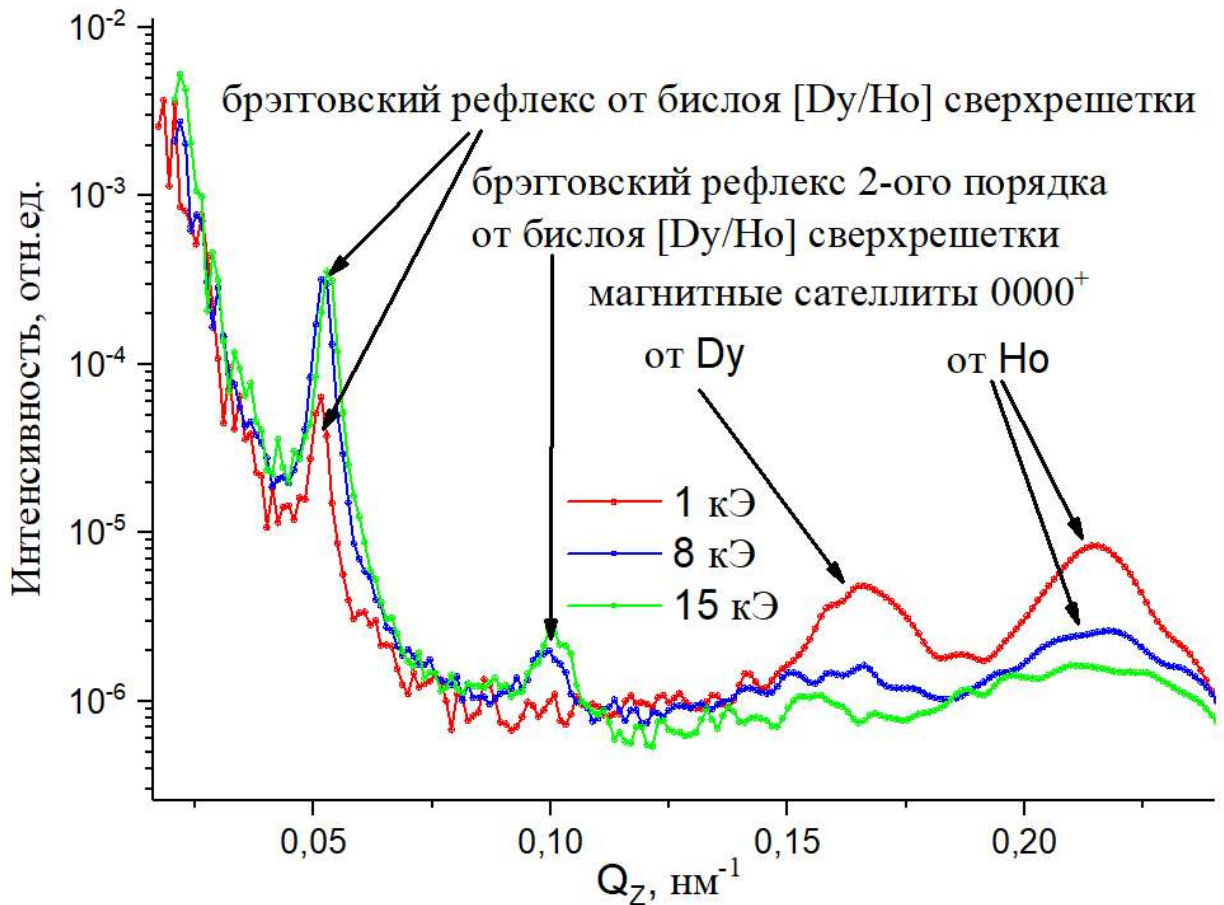


Рисунок - 5.2.3 — Зависимости интенсивности магнитных сателлитов и периодов геликоид в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) от внешнего магнитного поля

5.3 Заключение по главе 5

Применение метода рефлектометрии поляризованных нейтронов для исследования магнитного упорядочения в тонких плёнках Dy (200 нм), Ho (200 нм) и сверхрешётках [Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] позволило получить уникальную информацию об особенностях магнитной структуры данных образцов.

Так, было подтверждено формирование когерентно распространяющейся в слоях сверхрешётки длиннопериодической магнитной структуры из двух геликоид с различными периодами, причём одна из этих геликоид существует в слоях Dy, а вторая — в слоях Ho сверхрешётки. Были получены значения периодов магнитных геликоид, благодаря чему стал возможен сравнительный анализ температурных зависимостей периодов геликоид в обсуждаемых образцах, в объёмных монокристаллах Dy и Ho и в ранее исследовавшейся сверхрешётке [Dy (4.5 нм)/Ho (6.2 нм)], результаты которого будут более детально приведены в главе «Заключение». Несмотря на чрезвычайное сходство выращенных на различных ориентациях подложек Al_2O_3 сверхрешёток, обнаруженное в ходе измерений намагниченности образцов r -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)], экспериментальное исследование методом рефлектометрии поляризованных нейтронов позволило установить существенные различия в их магнитных свойствах, в частности, факт более высокой температуры Нееля слоёв Ho в a -[Dy (6 нм)/Ho (6 нм)] и возникновения в них ещё одной геликоидальной магнитной структуры с периодом близким к периоду Ho в объёмном монокристалле Ho. Наконец, проведение измерений по рефлектометрии поляризованных нейтронов во внешних магнитных полях до 15 кЭ, подтвердило ранее сделанный вывод об исчезновении геликоидального магнитного упорядочения под действием сильных магнитных полей. Изложенные в главе результаты были опубликованы в работах: [A2,A3]

Заключение

В ходе выполнения поставленных задач, удалось прийти к следующим выводам:

1. Методом магнетронного распыления были 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. Установлено, что в тонких плёнках Dy (200 нм) и Ho (200 нм) кристаллическая решётка PЗМ не деформировано, 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. Подтверждено, что в сверхрешётках [Dy/Ho] формируется когерентно распространяющаяся в сверхрешётке длиннопериодическая магнитная структура, состоящая из двух геликоид с различными периодами.

4. Обнаружено, что в сверхрешётках [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 80 К до 50 К, и в тонкой плёнке Dy (200 нм) при температурах от 80 К до 1.5 К во внешнем магнитном поле, приложенном в плоскости образца, величиной 1 кЭ, веерного магнитного упорядочения.

Список публикаций по теме работы

A1. 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.

A2. 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.

A3. 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.

Список литературы

1. Savitskiĭ, E.M. Physico-chemical properties of the rare-earth metals, scandium, and yttrium [Текст]/ E.M.Savitskiĭ, V.F.Terekhova, O.P.Naumkin // Sov. Phys. Usp..–1963.– Vol.6, N 1.– P. 123-142.
2. Spedding, F. H. The rare-earth metals [Текст]/F. H. Spedding//Metallurgical Reviews.– 1960.– Vol. 5, N 1.– P. 297-348.
3. Udak, T. Technique for Enhanced Rare Earth Separation [Текст]/ T. Udak, T. Jacob, M. Hirasawa//SCIENCE.– 2000.– Vol. 289. N 5488.– P. 2326-2329.
4. Selective extraction and recovery of rare earth metals from phosphor powders in waste fluorescent lamps using an ionic liquid system [Текст]/Yu. Baba, F. Kubota, N. Kamiya, M. Goto//Journal Of Chemical Engineering Of Japan.– 2011.– Vol. 44. N 10. – P. 679-685.
5. Strnat, K. Magnetic properties of rare--Earth--Iron intermetallic compounds [Текст]/ K. Strnat, G. Hoffer, A. Ray//IEEE Transactions on Magnetics.– 1966.– Vol. 2, N 3. – P. 489-493.
6. Rare-earth-based alloy electrodes for a nickel-metal hydride battery [Текст]/T. Sakai, T. Hazama, H. Miyamura, N. Kuriyama, A. Kato, H. Ishikawa//title journal Journal of the Less Common Metals.– 1991.– Vol. 172-174, N 3. – P. 1175-1184.
7. Dy³⁺ White Light Emission Can Be Finely Controlled by Tuning the First Coordination Sphere of Ga³⁺/Dy³⁺ Metallacrown Complexes [Текст]/S. Eliseeva, E. Salerno, B.L. Bermudez, S. Petoud, V.L. Pecoraro//Journal of the American Chemical Society.– 2020.– Vol. 142, N 38. – P. 16173-16176.
8. Elliott, R.J. Magnetic properties of rare earth metals [Текст]/ R.J. Elliott. - New York.: Springer New York, NY, 1972.
9. Žutić, I. Spintronics: Fundamentals and applications [Текст]/ I. Žutić, J. Fabian, S. Das Sarma//Rev. Mod. Phys..– 2004.– Vol. 76, N 2. – P. 323.

10. Naaman, R. Spintronics and chirality: Spin selectivity in electron transport through chiral molecules [Текст]/R. Naaman, D.H. Waldeck//Annu. Rev. Phys. Chem.– 2015.– Vol. 66, N 1. – P. 263-281.
11. Chiral spintronics [Текст]/S.H. Yang, R. Naaman, Y. Paltiel, S.S.P. Parkin//Nat. Rev. Phys.– 2021.– Vol. 3. – P. 328-343.
12. Goto, Yu. Twisted light-induced spin–spin interaction in a chiral helimagnet [Текст]/Yu. Goto, H. Ishihara, N. Yokoshi//New J. Phys.– 2021.– Vol. 23, N . – P. 053004.
13. Ландау, Л.Д. Теоретическая физика квантовая механика (нерелятивистская теория) 4-е изд. [Текст]/ Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. - М.: Наука, 1989. - 768 с.
14. Duthie, J.C. Correlation between d-Band Occupancy and Crystal Structure in the Rare Earths [Текст]/J.C. Duthie, D.G. Pettifor//Phys. Rev. Lett.– 1977.– Vol. 38, N 10 — 7. – P. 564.
15. Gsgheidner, K.A. Concerning the crystal structure sequence in the lanthanide metals and alloys; evidence for *f* contribution to the bonding [Текст]/K.A. Gsgheidner, R.M. Valletta//Acta Metallurgica.– 1968.– Vol. 16, N 3. – P. 477-484.
16. Skriver, H.L. NATO ASI Series . In 482 volumes, V. 109. Electronic Structure and Cohesion in the Rare Earth Metals/ H.L. Skriver. - Dordrecht.: Springer, 1983.
17. Herpin, A. Étude de l'antiferromagnétisme helicoidal de MnAu₂ par diffraction de neutrons [Текст]/A. Herpin, P. Meriel//J. Phys. Radium.– 1961.– Vol. 22. – P. 337-348.
18. Kawamura, H. Critical properties of helical magnets and triangular antiferromagnets [Текст]/H. Kawamura//Journal of Applied Physics.– 1988.– Vol. 63. – P. 3086-3088.
19. Neutron Diffraction Investigation of Magnetic Ordering in Dysprosium [Текст]/M.K. Wilkinson, W.C. Koehler, E.O. Wollan, J.W. Cable//Journal of Applied Physics.– 1961.– Vol. 32. – P. S48-S49.
20. Koehler, W.C. Magnetic Properties of Rare-Earth Metals and Alloys [Текст]/W.C. Koehler//Journal of Applied Physics.– 1965.– Vol. 36. – P. 1078-1087.
21. Magnetic Structures of Thulium [Текст]/W.C. Koehler, W.C. Cable, E.O. Wollan, M.K. Wilkinson//Phys. Rev.– 1962.– Vol. 162. – P. 1672.

22. Fynbo, P.B. Magnetic properties of thulium [Текст]/P.B. Fynbo // J. Phys. F: Met. Phys.– 1977.– Vol. 7, N . – P. 2179.
23. Magnetic Structures of Metallic Erbium [Текст]/J. W. Cable, E.O. Wollan, W.C. Koehler, M.K. Wilkinson // Phys. Rev.– 1965.– Vol. 140, N 6A. – P. A1896.
24. Milstein, F. Direction of Easy Magnetization in Gadolinium [Текст]/F. Milstein, L.B. Robinson // Phys. Rev.– 1969.– Vol. 177, N 2. – P. 904.
25. Observation of an intermediate phase in dysprosium near the Neel point by neutron diffraction [Текст]/ V.G. Bessergenev, V.V. Gogava, Yu. A. Kovalevskaya, A.G. Mandzhavidze, V.M. Fedorov, S.I.Shilo// Pis'ma Zh. Eksp.Teor. Fiz.– 1985.– Vol. 42, N 10. – P. 412-414.
26. Alkhafaji, M.T. Magnetic phase diagram of dysprosium / M.T. Alkhafaji, Naushad Ali. // Journal of Alloys and Compounds. – 1997. – Vol. 250. - P. 659-661
27. Kosevich, A.M. Nonlinear collective excitations in an easy plane magnet [Текст]/ A.M. Kosevich, V.P. Voronov, I.V. Manzhos// Zh. Eksp.Teor. Fiz.– 1983.– Vol. 84, N . – P. 148-159.
28. Amitin, E.B. Features of the thermodynamic properties of dysprosium as a quasi-twodimensional magnetic system [Текст]/ E.B. Amitin, V.G. Bessergenev, Yu. A. Kovalevskaya// Zh. Eksp. Teor. Fiz.– 1983.– Vol. 84. – P. 205-214.
29. Magnetic and magnetocaloric properties and the magnetic phase diagram of single-crystal dysprosium [Текст]/ A. S. Chernyshov, A. O. Tsokol, A. M. Tishin, K. A. Gschneidner, Jr., V. K. Pecharsky// Phys. Rev. B.– 2005.– Vol. 71, N 18. – P. 184410.
30. Herz, R. Field-induced magnetic phase transitions in dysprosium [Текст]/ R. Herz, H. Kronmüller// Journal of Magnetism and Magnetic Materials.– 1978.– Vol. 9, N 1-3. – P. 273-275.
31. Magnetocaloric effects in rare-earth magnetic materials [Текст]/ A.S. Andreenko, K.P. Belov, S.A. Nikitin, A.M. Tishin// Sov Phys Uspekhi.– 1989.– Vol. 32, N 8. – P. 649-664.

32. Wakabayashi, N. Magnetic structures of Dy in applied fields [Текст]/ N. Wakabayashi, J.W. Cable, J.L. Robertson// *Physica B: Condensed Matter.*– 1997.– Vol. 241-243. – P. 517-523.
33. Effect of Magnetic Field on Crystal Lattice in Dysprosium Studied by X-Ray Diffraction [Текст]/ Yo Kida, K. Tajima, Yo. Shinoda, K. Hayashi, H. Ohsumi// *J. Phys. Soc. Jpn.*– 1999.– Vol. 68. – P. 650-654.
34. Vorob'ev, V.V. Magnetic phase transitions in a dysprosium single crystal in a weak magnetic field [Текст]/ V.V. Vorob'ev, M.Ya. Krupotkin, V.A. Finkel// *Sov. Phys. JETP.*– 1985.– Vol. 61. – P. 1056.
35. Exploring the magnetic phase diagram of dysprosium with neutron diffraction [Текст]/ J. Yu, P.R. LeClair, G.L. Mankey G. J. Mankey, J. L. Robertson, M. L. Crow, W. Tian// *Phys. Rev. B.*– 2015.– Vol. 91, N 1. – P. 014404.
36. Влияние эффектов соизмеримости на температурную зависимость угла поворота магнитной спирали в монокристаллическом диспрозии [Текст]/ В.Г. Бессергенов, В.В. Гогава, А.Г. Манджавидзе, В.М. Федоров, С.И. Шило// *Письма в ЖЭТФ.*– 1988, Т. 47, № 2. – С. 92-94.
37. Бессергенов В. Г. Термодинамические, магнитные и электрические свойства тяжелых редкоземельных металлов с магнитной структурой" простая спираль": дис. канд. физ.-мат. наук.: 01.04.07 – Новосибирск, 1984 – 230 с.
38. Magnetic and magnetothermal properties, and the magnetic phase diagram of single-crystal holmium along the easy magnetization direction [Текст]/ V.I. Zverev, A.M. Tishin, Z. Min, K. A. Gschneidner Jr, V. K. Pecharsky// *J. Phys.: Condens. Matter.*– 2015.– Vol. 27. – P. 146002.
39. Pechan, M.J. Magnetic structure of holmium [Текст]/ M.J. Pechan, C. Stassis// *J. Appl. Phys.*– 1984.– Vol. 55. – P. 1900.
40. Observation of transitions to spin-slip structures in single-crystal holmium [Текст]/ N. Ali, F. Willis, M. O. Steinitz, M. Kahrizi, D. A. Tindall// *Phys. Rev. B.*– 1989.– Vol. 40, N 16. – P. 11414(R).

41. Magnetic x-ray scattering studies of holmium using synchrotron radiation [Текст]/ D. Gibbs, D.E. Moncton, K.L. D'Amico, J. Bohr, B. H. Grier// *Phys. Rev. Lett.*— 1985.— Vol. 55, N 2. — P. 234.
42. Cowley, R.A. The magnetic structure of holmium. I [Текст]/ R.A. Cowley, S. Bates// *J. Phys. C: Solid State Phys.*— 1988.— Vol. 21, N 22. — P. 4113.
43. Влияние соизмеримости кристаллической и магнитной структур на свойства антиферромагнитного гольмия [Текст]/ В.Г. Бессергенов, А.Г. Блинов, Л.А. Боярский, Е. М. Савицкий, О. Д. Чистяков// *Физика твердого тела.*— 1984, Т. 26, № 2. — С. 630-632.
44. Finite-Size Effect on Magnetic Ordering Temperatures in Long-Period Antiferromagnets: Holmium Thin Films [Текст]/ E. Weschke, H. Ott, E. Schierle, C. Schüßler-Langeheine, D. V. Vyalikh, G. Kaindl, V. Leiner, M. Ay, T. Schmitte, H. Zabel, P. J. Jensen// *Phys. Rev. Lett.*— 2004.— Vol. 93, N 15. — P. 157204.
45. Magnetic structure of holmium-yttrium superlattices [Текст]/ D.A. Jehan, D. F. McMorrow, R. A. Cowley, R. C. C. Ward, M. R. Wells, N. Hagmann, K. N. Clausen// *Phys. Rev. B.*— 1993.— Vol. 48, N 8. — P. 5594.
46. Magnetic properties of Ho/Y superlattices [Текст]/ G.J. Tomka, P.A.J. de Groot, B.D. Rainford, M. Wells, R. Ward, A. Moral// *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.*— 1995.— Vol. 140-144, N 2. — P. 777-778.
47. Magnetic structures and interactions in Ho/Y, Ho/Lu, and Ho/Er superlattices [Текст]/ R.A. Cowley, D.F. McMorrow, A. Simpson, D. A. Jehan, P. Swaddling, R. Ward, M. Wells// *Journal of Applied Physics.*— 1994.— Vol. 76. — P. 6274-6277.
48. Magnetic structures of holmium-lutetium alloys and superlattices [Текст]/ P.P. Swaddling, R.A. Cowley, R. C. C. Ward, M. R. Wells, D. F. McMorrow// *Phys. Rev. B.*— 1996.— Vol. 53, N 10. — P. 6488.
49. Farrow R. F. C. NATO Science Series B. In 482 volumes, V. 163. Thin Film Growth Techniques for Low-Dimensional Structures/ R. F. C. Farrow, S. S. P. Parkin, P. J. Dobson, J. H. Neave, A. S. Arrott - New York: Springer New York, 1987.

50. Farrow R. F. C. NATO Science Series B. In 482 volumes, V. 309. Magnetism and Structure in Systems of Reduced Dimension/ R. F. C. Farrow, B. Dieny, M. Donath, A. Fert, B. D. Hermsmeier - New York: Springer New York, 1993.
51. Tsui, F. Magnetic phase diagram of epitaxial dysprosium [Текст]/ F. Tsui, C.P. Flynn// Phys. Rev. Lett.– 1993.– Vol. 71, N 9. – P. 1462-1465.
52. Luche, M.C. Magnetic properties of Dy/Zr multilayers [Текст]/ M.C. Luche, A. Baudry, P. Boyer// Journal of Magnetism and Magnetic Materials.– 1993.– Vol. 121, N 1-3. – P. 148-151.
53. Magnetic rare earth superlattices [Текст]/ C.F. Majkrzak, J. Kwo, M. Hong, Y. Yafet, D. Gibbs, C. Chien, J. Bohr// Advances in Physics.– 1991.– Vol. 40, N 2. – P. 99-189.
54. Magnetic structure of Dy-Y superlattices [Текст]/ R.W. Erwin, J.J. Rhyne, M.B. Salamon, J. Borchers, Sh. Sinha, R. Du, J. E. Cunningham, C. P. Flynn// Phys. Rev. B.– 1987.– Vol. 35, N 13. – P. 6808-6825.
55. Rhyne, J.J. Occurrence of long-range helical spin ordering in Dy-Y multilayers [Текст]/ J.J. Rhyne, R.W. Erwin// Journal of Applied Physics.– 1987.– Vol. 61. – P. 4043.
56. Magnetic rare-earth superlattices [Текст]/ C.F. Majkrzak, D. Gibbs, P. Böni, A. Goldman// Journal of Applied Physics.– 1988.– Vol. 63. – P. 3447-3452.
57. Nuclear resonance reflection of synchrotron radiation from thin dysprosium films with different types of magnetic ordering [Текст]/ M.A. Andreeva, R.A. Baulin, N.O. Antropov, E. Kravtsov, M. Ryabukhina, E. M. Yakunina, V. Ustinov// Physics of Metals and Metallography.– 2016.– Vol. 117, N 12. – P. 1198-1205.
58. Crystal Structure and Magnetic Properties of Dy/Gd Superlattices [Текст]/ N.O. Antropov, E.A. Kravtsov, V.V. Proglyado, M.V. Makarova, V.V. Ustinov// Physics of Metals and Metallography.– 2017.– Vol. 118, N 12. – P. 1209-1214.
59. Когерентная веерная магнитная структура в сверхрешетках Dy/Gd [Текст]/ Н.О. Антропов, Е. А. Кравцов, Ю.Н. Хайдуков, М. В. Рябухина, В. В. Проглядо, О. Вешке, В. В. Устинов // Письма в ЖЭТФ.– 2018, Т. 108. – С. 361-366.

60. Magnetic phase diagram of holmium/dysprosium superlattices [Текст]/ A. del Moral, C. de la Fuente, J.I. Arnaudas, M. Ciria, L. Benito, M. Wells, R. Ward// Journal of Magnetism and Magnetic Materials.– 2001.– Vol. 226-230, N 2. – P. 1700-1701.
61. Persistence of helical magnetic order in dysprosium - holmium superlattices [Текст]/ J.A. Simpson, R.A. Cowley, D.F. McMorrow, R. C. Ward, M. R. Wells, C. J. Carlie, M. A. Adams// J. Phys.: Condens. Matter.– 1996.– Vol. 8, N 11. – P. L187.
62. Hull, A.W. The Effect of A Uniform Magnetic Field on the Motion of Electrons Between Coaxial Cylinders [Текст]/ A.W. Hull// Phys. Rev.– 1921.– Vol. 18, N 1. – P. 31.
63. Thornton, J.A. Magnetron sputtering: basic physics and application to cylindrical magnetrons [Текст]/ J.A. Thornton// Journal of Vacuum Science and Technology.– 1978.– Vol. 15, N 2. – P. 171.
64. Kelly, P. Magnetron sputtering: a review of recent development and applications [Текст]/ P. J. Kelly, R.D. Arnell// Vacuum.– 2011.– Vol. 56. – P. 156-172.
65. Waits, R.K. Planar magnetron sputtering [Текст]/ R.K. Waits// Journal of Vacuum Science and Technology.– 1978.– Vol. 15. – P. 179.
66. Stuart, R.V. Energy Distribution of Sputtered Cu Atoms [Текст]/ R.V. Stuart, G.K. Wehner// Journal of Applied Physics.– 1964.– Vol. 35, N 1819-1824. – P. 1819-1824.
67. A TEM study of ZnO layers deposited by MBE and RF magnetron sputtering [Текст]/ M. Abouzaid, P. Tailpied, P. Ruterana, C. Liu, B. Xiao, S.-J. Cho, Y. Moon, H. Morkoç// Superlattices and Microstructures.– 2006.– Vol. 39, N 1-4. – P. 387-394.
68. Structural insight using anomalous XRD into Mn₂CoAl Heusler alloy films grown by magnetron sputtering, IBAS, and MBE techniques [Текст]/ H. Tajiri, L.S.R. Kumara, Yu. Sakuraba, Z. Chen, J. Wang, W. Zhou, K. Varun, K. Ueda, S. Yamada, K. Hamaya, K. Hono// Acta Materialia.– 2022.– Vol. 235. – P. 118063.
69. Bunaciu, A.A. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications [Текст]/ A.A. Bunaciu, E.G. Udriștioiu, H.Y. Aboul-Enein// Critical Reviews in Analytical Chemistry.– 2015.– Vol. 45, N 4. – P. 289-299.

70. Zevin, L.S. Quantitative X-Ray Diffractometry [Текст]/ L.S. Zevin, G. Kimmel, I. Mureinik. - New York.: Springer New York, 1995.
71. Franks, A. A Parabolic mirror x-ray collimator [Текст]/ A. Franks, K. Jackson, A. Yacoot// Meas. Sci. Technol.– 2000.– Vol. 11, N 5. – P. 484.
72. Halpern, O. The Passage of Neutrons Through Crystals and Polycrystals [Текст]/ O. Halpern, M. Hamermesh, M. H. Johnson// Phys. Rev.– 1941.– Vol. 59, N 12. – P. 981.
73. Изюмов, Ю.А. Магнитная нейтронография [Текст]/ Ю.А. Изюмов, Р.П. Озеров. - Москва.: Наука, 1966. - 532 с.
74. Antiferromagnetism in Chromium Alloys. I. Neutron Diffraction [Текст]/ W.C. Koehler, R.M. Moon, A.L. Trego, A.R. Mackintosh// Phys. Rev.– 1966.– Vol. 151, N 2. – P. 405.
75. Bruno, T.J. ASM Handbook. In 29 volumes, V. 10. Materials Characterization/ T.J. Bruno, D. Yang, E. Muller. - A S M International, 2019.
76. Jin, X. Neutron Diffraction: Principles, Instrumentation and Applications [Текст]/ X. Jin. - UK.: Nova Science Pub Inc, 2013.
77. Magnetic structures determined by neutron diffraction [Текст]/ A. Oles [и др.]. - Warszawa.: Panstwowe Wydawnictwo Naukowe, 1976.
78. Кантор Ч. Биофизическая химия. В 3 ч. Ч.2. / Ч. Кантор, П. Шиммел. - Москва: МИР, 1984. - 497с.
79. Fermi, E. Reflection of neutrons on mirrors [Текст]/ E. Fermi, W.U. Zinn// Phys. Rev.– 1946.– Vol. 70, N . – P. 103-120.
80. Израилева, Л. К. Исследование формул Френеля в рентгеновской области [Текст]/ Л. К. Израилева, И. Б. Боровский// Известия АН СССР. Серия физическая.– 1972, Т. 36, № 2. – С. 438-450.
81. Hughes, D.J. Reflection of neutrons from magnetized mirrors [Текст]/ D.J. Hughes, M.T. Burgy// Phys. Rev.– 1951.– Vol. 81, N 4. – P. 498-506.
72. Critical reflection of neutrons. A new technique for investigating interfacial phenomena [Текст]/ J.B. Hayter, R.R. Highfield, B.J. Pullman, R. Thomas, A. I.

- McMullen, J. Penfold// J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1.– 1981.– Vol. 77, N 6. – P. 1437-1448.
83. Felcher, G. P. Neutron reflection as a probe of surface magnetism [Текст]/ G. P. Felcher// Phys. Rev. B.– 1981.– Vol. 24, N 3 - 1. – P. 1595(R).
84. Daillant, J. X-Ray and neutron reflectivity [Текст]/ J. Daillant, A. Gibaud. - Heidelberg.: Springer Berlin, 2009.
85. Neutron scattering studies of nanomagnetism and artificially structured materials [Текст]/ M.R. Fitzsimmons, S.D. Bader, J.A. Borchers, G. Felcher, J. Furdyna, A. Hoffmann, J. Kortright, I. Schuller, T. Schulthess, S. Sinha, M. Toney, D. Weller, S. Wolf// Journal of Magnetism and Magnetic Materials.– 2004.– Vol. 271, N 1. – P. 103-146.
86. Chatterji, T. Neutron scattering from magnetic materials [Текст]/ T. Chatterji. - Amsterdam.: Elsevier, 2006.
87. Kronmüller, H. Handbook of magnetism and advanced magnetic materials [Текст]/ H. Kronmüller, S. Parkin. - John Wiley & Sons, 2007.
88. Toperverg, B.P. Polarized neutron reflectometry of magnetic nanostructures [Текст]/ B.P. Toperverg// Phys. Metals Metallogr.– 2015.– Vol. 116, N 13. – P. 1337–1375.
89. Гуревич, И.И. Физика нейтронов низких энергий [Текст]/ И.И. Гуревич, Л.В. Тарасов. - М.: Наука, 1965. - 607 с.
90. Zabel, H. Spin polarized neutron reflectivity of magnetic films and superlattices [Текст]/ H. Zabel// Physica B: Condensed Matter.– 1994.– Vol. 198, N 1 - 3. – P. 156-162.
91. Авдеев, М.В. Некоторые новые аспекты оптики поляризованных нейтронов [Текст]/ М.В. Авдеев, В.Л. Аксенов// Природа.– 2008, Т. 9, № . – С. 50-59.
92. Аксенов, В.Л. Спектрометр поляризованных нейтронов РЕМУР на импульсном реакторе ИБР-2 [Текст]/ В.Л. Аксенов, К.Н. Жерненко, С.В. Кожевников. - Дубна.: ОИЯИ, 2004. - 34 с.

93. Grigoriev, S.V. Peculiarities of the construction and application of a broadband adiabatic flipper of cold neutrons [Текст]/ S.V. Grigoriev, A.I. Okorokov, V.V. Runov// Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment.– 1997.– Vol. 384, N 2-3. – P. 451-456.
94. Överlåtaren: a fast way to transfer and orthogonalize two-dimensional off-specular reflectivity data [Текст]/ F.A. Adlmann, G.K. Pálsson, J. C. Bilheux, J. Ankner, P. Gutfreund, M. Kawecki, M. Wolff// J. Appl. Cryst.– 2016.– Vol. 49. – P. 2091-2099.
95. Quantum Interference Effects in Josephson Tunneling [Текст]/ R. C. Jaklevic, J. Lambe, A. H. Silver, J. E. Mercereau// Phys. Rev. Lett.– 1964.– Vol. 12, N 7-17. – P. 159.
96. Sürgers, C. Growth and characterization of Nb/Gd multilayers for different substrate temperatures [Текст]/ C. Sürgers, H.v. Löhneysen// Thin Solid Films.– 1992.– Vol. 219, N 1-2. – P. 69-79.
97. Durbin, S.M. Crystal direction dependence of interfacial mixing in Nb-Ta superlattices [Текст]/ S.M. Durbin, J.E. Cunningham, C.P. Flynn// J. Phys. F: Met. Phys.– 1982.– Vol. 17, N 4. – P. L59.
98. Wildes, A.R. The growth and structure of epitaxial niobium on sapphire [Текст]/ A.R. Wildes, J. Mayer, K. Theis-Bröhl// Thin Solid Films.– 2001.– Vol. 401, N 1-2. – P. 7-34.
99. Kwo, J. Growth of rare-earth single crystals by molecular beam epitaxy: The epitaxial relationship between hcp rare earth and bcc niobium [Текст]/ J. Kwo, M. Hong, S. Nakahara// Appl. Phys. Lett.– 1986.– Vol. 49, N . – P. 319.