

СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ПЕДАГОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

ім. А.С. Макаренка

На правах рукопису

КРАВЧЕНКО ВОЛОДИМИР ОЛЕКСІЙОВИЧ

УДК 539.216:544.003.26

**ФАЗОВИЙ І ЕЛЕМЕНТНИЙ СКЛАД ТА ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ І
МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВКОВИХ СПЛАВІВ
НА ОСНОВІ Co, Fe ТА Ni**

01.04.07 – фізика твердого тіла

ДИСЕРТАЦІЯ

на здобуття вченого ступеня

кандидата фізико-математичних наук

Науковий керівник:

Лобода Валерій Борисович,

кандидат фізико-математичних наук,

доцент

Суми - 2011

ЗМІСТ

	Стор.
ВСТУП	5
Розділ 1	
Фізичні властивості тонких металевих плівок Co, Ni та Fe та сплавів на їх основі (літературний огляд)	10
1.1. Структура нанокристалічних плівок на основі Co, Fe та Ni та сплавів на їх основі.....	10
1.2. Електрофізичні та гальваномагнітні властивості тонких плівок.....	19
1.2.1. Теоретичні моделі розмірного ефекту в електропровідності плівок.....	19
1.2.2. Результати експериментальних досліджень електрофізичних властивостей плівок на основі Co, Fe та Ni.....	22
1.3. Гальваномагнітні ефекти в тонких плівках сплавів феромагнітних металів.....	27
1.3.1. Магнітоопір тонких одношарових плівок феромагнітних металів	28
1.3.2. Магнітоопір багатшарових структур на основі феромагнітних плівок	32
Висновки до розділу 1.....	33
Розділ 2	
Методика і техніка експериментів	34
2.1. Отримання зразків плівкових сплавів.....	36
2.2. Методика дослідження електропровідності плівок сплавів.....	43
2.3. Методика вивчення спектру дефектів кристалічної структури	46
2.4. Методика дослідження фазового складу і кристалічної структури плівкових зразків.....	49
2.5. Методика дослідження елементного складу плівкових зразків.....	51
2.5.1. Метод рентгеноспектрального мікроаналізу.....	51
2.5.2. Дослідження складу плівок методом вторинної іонної мас-	

спектрометрії.....	54
2.6. Дослідження магніторезистивних властивостей плівкових зразків.....	56
2.6.1. Методика дослідження магнітоопору	56
2.6.2. Експериментальна установка для спостереження доменної структури плівок з одночасним вимірюванням їх магнітоопору	58
Висновки до розділу 2.....	61
Розділ 3	
Кристалічна структура, фазовий та елементний склад бінарних плівкових сплавів CoNi та FeNi.....	
3.1. Елементний склад плівкових сплавів CoNi.....	62
3.1.1. Визначення елементного складу сплавів CoNi методом рентгенівського мікроаналізу.....	62
3.1.2. Визначення елементного складу плівкових сплавів CoNi методом вторинно-іонної мас-спектрометрії.....	67
3.2. Кристалічна структура і фазовий склад плівкових сплавів CoNi.....	73
3.2.1. Фазовий склад плівок сплавів.....	73
3.2.2. Кристалічна структура плівкових сплавів CoNi.....	78
3.3. Елементний, фазовий склад та кристалічна структура плівок пермалою 50Н.....	88
Висновки до розділу 3.....	93
Розділ 4	
Розмірні та температурні ефекти в електропровідності тонких плівок сплавів CoNi і FeNi	
4.1. Закономірності зміни електропровідності плівкових сплавів CoNi та FeNi в процесі термостабілізації	95
4.2. Електропровідність надтонких плівок сплаву CoNi	102
4.3. Вплив температури на питомий опір та ТКО плівкових сплавів CoNi та FeNi товщиною понад 30 нм.....	104
4.4. Розмірні ефекти в електропровідності плівкових сплавів CoNi та	

FeNi.....	112
Висновки до розділу 4.....	117
Розділ 5	
Магніторезистивні властивості тонких одношарових та багатшарових плівок сплавів CoNi та FeNi.....	118
5.1. Магнітоопір тонких одношарових плівок сплавів CoNi та FeNi...	118
5.2. Ефект гігантського магнітоопору у спін-вентильних системах.....	129
Висновки до розділу 5.....	149
ВИСНОВКИ.....	150
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	153

ВСТУП

Актуальність теми. Вивчення фізичних властивостей тонких металевих плівок зумовлене як можливістю одержання результатів, що сприяли б розв'язанню ряду фундаментальних проблем фізики твердого тіла, так і перспективами їх практичного застосування [1-4]. В останні роки значна увага приділяється вивченню тонких магнітних плівок, що викликане низкою їх унікальних властивостей, зокрема, відкриттям явища гігантського магнітоопору [5] в просторово-модульованих системах та багат шарових плівкових структурах і його застосуванням для розробки магнітних зчитуючих голівок, магнітних сенсорів, магніторезистивної пам'яті [6, 7].

Перспективним напрямом для приладобудування є використання магнітних плівок та багат шарових систем на основі бінарних сплавів феромагнітних металів (Co, Fe, Ni) [8, 9]. Перевага сплавів перед чистими металами полягає у тому, що зміною їх складу можна одержати матеріали з покращеними фізико-хімічними, механічними та експлуатаційними властивостями. Однак проблема розробки технології одержання плівкових сплавів заданого складу, структури та із необхідними властивостями на сьогодні вирішена не повністю. Літературні дані (див, наприклад [10, 11]) про особливості одержання, структуру, фізичні та захисні властивості, а також питання теорії випаровування сплавів у вакуумі найчастіше стосуються лише окремих закономірностей формування тих чи інших властивостей сплавів, зокрема, на основі матеріалів, властивості яких добре вивчені в масивному стані. Як наслідок, проведення комплексних досліджень структури та електрофізичних властивостей бінарних сплавів на основі Co, Ni, Fe і впливу на них розмірних ефектів, температури, елементного складу та умов одержання є актуальною задачею як з фундаментальної, так і з практичної точки зору.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дослідження проводилися частково в рамках держбюджетних НДР № 0104U000637 "Структура та фізичні властивості плівкових матеріалів з

гігантським магнітоопором” (2004-2006 рр.) та № 0107U002245 “Дослідження явища гігантського магнітоопору у багатошарових плівкових зразках” (2007-2009 рр.) Міністерства освіти і науки України.

Мета та задачі дослідження. Метою роботи є встановлення загальних закономірностей впливу розмірних і температурних ефектів, елементного складу, структурно-фазового стану, умов термообробки на електрофізичні (питомий опір, температурний коефіцієнт опору (ТКО)) та гальваномагнітні (величину магнітоопору (МО)) властивості тонких одношарових плівок сплавів CoNi і FeNi та тришарових структур на їх основі.

У відповідності з метою у роботі потрібно було вирішити наступні наукові **задачі**:

- розробити методику одержання плівкових сплавів у широкому діапазоні концентрацій компонент;
- дослідити структурно-фазовий стан плівкових сплавів CoNi та FeNi до і після термостабілізації в широкому інтервалі товщин і концентрацій;
- встановити загальні закономірності розмірних та температурних залежностей питомого опору, ТКО і МО плівкових сплавів з різним елементним складом;
- виявити вплив структурно-фазового стану та елементного складу плівок на їх електрофізичні та гальваномагнітні властивості; провести оцінку параметрів електроперенесення на основі теоретичних моделей розмірних ефектів в електропровідності;
- встановити закономірності у польових залежностях магнітоопору свіжоконденсованих та відпалених при різних температурах одношарових плівкових сплавів CoNi та FeNi і тришарових плівок на їх основі;
- вивчити вплив температури відпалювання на величину та характер магніторезистивного ефекту в тришарових плівках CoNi/Cu(Ag)/FeNi, CoNi/Cu(Ag)/Co, FeNi/Cu(Ag)/Co.

Об'єкт дослідження – розмірні, температурні та концентраційні ефекти в електрофізичних та гальваномагнітних властивостях плівкових нанокристалічних сплавів.

Предмет дослідження – електрофізичні (питомий опір та ТКО) і магніторезистивні властивості плівкових сплавів CoNi (в діапазоні концентрацій $0 < c_{Co} < 100$ мас.%), Fe₅₀Ni₅₀ та тришарових структур на їх основі в інтервалі товщин (5-200) нм і температур 100-700 К.

Виходячи із завдань, нами було вибрано наступні **методи одержання та експериментального дослідження зразків**: електронно-променева конденсація у високому вакуумі для одержання плівок; резистометрія в умовах впливу температури і магнітного поля; електроннографія для дослідження фазового складу плівок; просвічуюча електронна мікроскопія для дослідження кристалічної структури плівок; вторинно-іонна мас-спектрометрія (ВІМС) та рентгенівський мікроаналіз для дослідження елементного складу.

Наукова новизна одержаних результатів:

В дисертаційній роботі були одержані наступні нові результати:

1. Знайшли подальший розвиток дослідження фазового стану плівкових сплавів CoNi і FeNi і при цьому показано:

– невідпалені плівки сплаву CoNi при вмісті Co менше 70 мас.% мають ГЦК-структуру, а при $c_{Co} \geq 80$ мас.% – ГЦП структуру; у відпалених плівках при $c_{Co} \leq 70$ мас.% зберігається ГЦК решітка, параметр якої збільшується зі збільшенням концентрації Co у відповідності з правилом Вегарда;

– при вмісті Co понад 70 мас.% плівки мають двофазний склад (ГЦК+ГЦП)-твердий розчин CoNi;

– плівки сплаву FeNi мають ГЦК-решітку з параметром $a=0,359-0,361$ нм.

2. Вперше показано, що в плівкових сплавах CoNi з ефективною товщиною $d < 15$ нм, які одержані на аморфних підкладках при $T=300$ К, спостерігається острівцева структура з середнім розміром острівців 1-2 нм у невідпалених та 20-25 нм у відпалених плівках, в залежності від ефективної

товщини; для плівок характерна термічно активована провідність, вперше встановлена розмірна залежність енергії активації провідності.

3. Вперше встановлені температурні, розмірні та концентраційні залежності повздовжнього і поперечного МО одношарових плівок сплавів CoNi та FeNi, а також розмірні і концентраційні залежності коерцитивної сили; показано, що термостабілізуюче відпалювання приводить до збільшення МО у 3-10 разів у порівнянні з невідпаленими плівками.

4. Вперше показано, що у невідпалених системах (CoNi/Cu(Ag)/FeNi, CoNi/Cu(Ag)/Co, FeNi/Cu(Ag)/Co) реалізується ефект ГМО до 2% при $T=150$ К; для систем CoNi/Cu/FeNi та CoNi/Cu/Co спостерігається лише поперечний МО при повній відсутності повздовжнього МО, термомагнітне відпалювання приводить до появи повздовжнього МО і переходу до анізотропного МО.

Практичне значення отриманих результатів. Фундаментальне значення отриманих у роботі результатів полягає в подальшому розвитку уявлень про вплив структурно-фазового стану, елементного складу та температури обробки на електрофізичні властивості тонких одношарових плівок та на ефект гігантського магнітоопору в тришарових плівкових системах. Проведені дослідження дозволяють отримати додаткову інформацію про особливості спін-залежного розсіювання електронів провідності у мультишарових плівках, а також доповнити розвинуті уявлення про природу гігантського магнітоопору.

Практичне значення дослідження полягає в тому, що отримані у роботі систематичні дані відносно фазового стану, кристалічної структури, електрофізичних та магнітних властивостей плівкових систем на основі сплавів феромагнітних металів можуть бути використані у плівковому матеріалознавстві, металофізиці, мікро- і наноелектроніці. Зокрема, отримані результати дослідження впливу відпалювання на величину ГМО мають важливе прикладне значення і можуть бути використані при розробці технологічних процесів одержання тонкоплівкових елементів з поліпшеними параметрами.

Особистий внесок здобувача. Особистий внесок автора полягає у самостійному пошуку та аналізі літературних джерел, що стосуються дисертаційного дослідження. Постановка мети і задач дослідження, вибір експериментальних методик і обговорення отриманих результатів проводилися разом із науковим керівником к.ф.-м. наук, доцентом Лободою В.Б. Автором особисто проводилося отримання плівкових зразків, дослідження їх електрофізичних та магніторезистивних властивостей, фазового складу і кристалічної структури, обробка експериментальних результатів. Дослідження елементного складу методом вторинної іонної мас-спектрометрії проводилися при консультаціях з доцентом Салтиковою А.І. Особисто автором підготовлені статті [95, 110, 113] і окремі розділи в роботах [94, 111, 116, 142]. Основна частина результатів представлялась автором на конференціях та семінарах.

Апробація результатів дисертації. Основні результати роботи доповідались та обговорювались на таких наукових конференціях і семінарах: IX та X Міжнародні конференції “Фізика і технології тонких плівок” (Івано-Франківськ, 2003, 2005, 2011 рр.); Міжнародній конференції студентів і молодих учених з теоретичної та експериментальної фізики “ЕВРИКА” (Львів, 2009, 2010 рр.); Науково-технічних конференціях викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету Сумського державного університету (Суми, 2006, 2008 рр.); Науково-технічній конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів факультету електроніки та інформаційних технологій Сумського державного університету (Суми, 2010 р.).

Публікації. Основні матеріали дисертації відображені у 15 публікаціях (назви 13 приведені у списку опублікованих робіт в авторефераті), із них 7 статей опубліковані у виданнях, які входять до переліку ВАК України.

Структура і обсяг роботи. Дисертація складається із вступу, 5 розділів, загальних висновків та списку використаних джерел із 162 найменувань на 16 сторінках. Загальний обсяг дисертації складає 168 сторінок, з них 98 сторінок основного тексту. Дисертація містить 72 рисунки і 9 таблиць, з них 63 рисунки та 8 таблиць на 43 окремих аркушах.

РОЗДІЛ 1

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТОНКИХ МЕТАЛЕВИХ ПЛІВОК Co, Ni та Fe ТА СПЛАВІВ НА ЇХ ОСНОВІ (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)

Фізичні властивості тонких металевих плівок, як у науковому, так і практичному плані, викликають значний інтерес дослідників. Особливе місце в фізиці тонких плівок займають плівки магнітовпорядкованих металів (Ni, Co, Fe та їх сплави). Це пов'язано з відкриттям в останні роки в плівкових об'єктах на їх основі ряду нових фундаментальних ефектів (гігантський магнітоопір, спін-поляризоване тунелювання, колосальний магнітоопір тощо), які створюють базу для розробки мініатюрних магнітоелектронних приладів, нових методів запису і збереження інформації, нових типів високочутливих сенсорів тощо.

1.1. Структура нанокристалічних плівок Co, Fe та Ni та сплавів на їх основі

Згідно з літературними даними [12], в масивному стані Co має дві поліморфні модифікації. Низькотемпературна α -фаза має гексагональну щільно паковану (ГЦП) решітку (структурний тип A3, просторова група $P6_3/mmc$) з параметрами $a_0=0,2507$ нм, $c_0=0,40686$ нм (при 273 К). Для високотемпературної β -фази, яка є стійкою аж до температури плавлення металу, властива гранецентрована кубічна (ГЦК) решітка (структурний тип A1, просторова група $Fm\bar{3}m$, $a_0=0,3548$ нм). Температура початку перетворення α -Co в β -Co - 750 К; температура початку зворотного переходу - 676 К [12].

Для масивного Ni характерною є ГЦК-решітка у всьому діапазоні температур ($Fm\bar{3}m$) з параметром $a_0=0,35243$ нм. Крім того, є дані про існування метастабільної ГЦП-фази ($P6_3/mmc$, $a_0=0,265$ нм, $c_0=0,432$ нм [13]).

Залізо кристалізується у 4-х поліморфних модифікаціях [12]. α -Fe має об'ємноцентровану кубічну (ОЦК) решітку (структурний тип A2, просторова група $Im\bar{3}m$) з параметром $a_0=0,286653$ нм. При температурі 1042 К

(температура Кюрі) відбувається перехід в β -фазу з тим же структурним типом ($a_0=0,2895$ нм). В інтервалі температур 1184-1665 К утворюється γ -Fe з ГЦК-решіткою ($a_0=0,36468$ нм); при більш високих температурах стійкою є δ -фаза з ОЦК-структурою ($a_0=0,29322$ нм).

Для масивних сплавів Ni з Fe та Co характерним є утворення модифікацій на базі розглянутих структур. Зокрема, сплави CoNi (рис.1.1) утворюють переважно тверді розчини заміщення з однофазним складом на основі решіток чистих металів. При кімнатній температурі сплави з вмістом Co до 65-67 ат.% мають ГЦК-решітку у всьому діапазоні температур твердого стану [14, 15]. Для $C_{Co}>75$ ат.% характерний твердий розчин з ГЦП-ґраткою, при підвищенні температури утворюється ГЦК-решітка (температура переходу ГЦП→ГЦК залежить від концентрації компонент). При цьому внаслідок того, що обидві фази є щільнопакованим, між ними існує певний кристалографічний розмірно-орієнтаційний зв'язок [16]. В проміжній області концентрацій (67-75 ат.% Co за температури 300 К) сплав має двофазний склад.

Фазовий склад сплавів FeNi є досить складним. Не вдаючись до повного аналізу фазової діаграми даної системи (рис.1.2, [15]), зауважимо, що нами досліджувалися плівки, одержані випаровуванням технічного сплаву, відомого як пермалой 50Н (склад: 49,5-50,0% Ni, домішок (Si, Mn)<1%, решта Fe [17]). Сплав має високу магнітну проникливість, малу коерцитивну силу (магнітно-м'який), майже нульову магнітострикцію та значний (до 5 %) магніторезистивний ефект. Для цього сплаву характерна ГЦК-решітка (Fm3m) з параметром $a_0=0,359$ нм [18].

Стосовно структури плівок чистих металів є досить багато робіт. Зокрема, електронографічні та рентгеноструктурні дослідження плівок Ni та Fe, осаджених на скляні, колодієві та монокристалічні (NaCl) підкладки, показують, що дані плівки мають відповідно ГЦК- та ОЦК решітку [19]. Одним з основних чинників, що визначають механізм конденсації плівки, є температура підкладки T_p [2, 20]. При температурах, нижчих деякого властивого даному матеріалу значення Q_1 , реалізується механізм "насичена

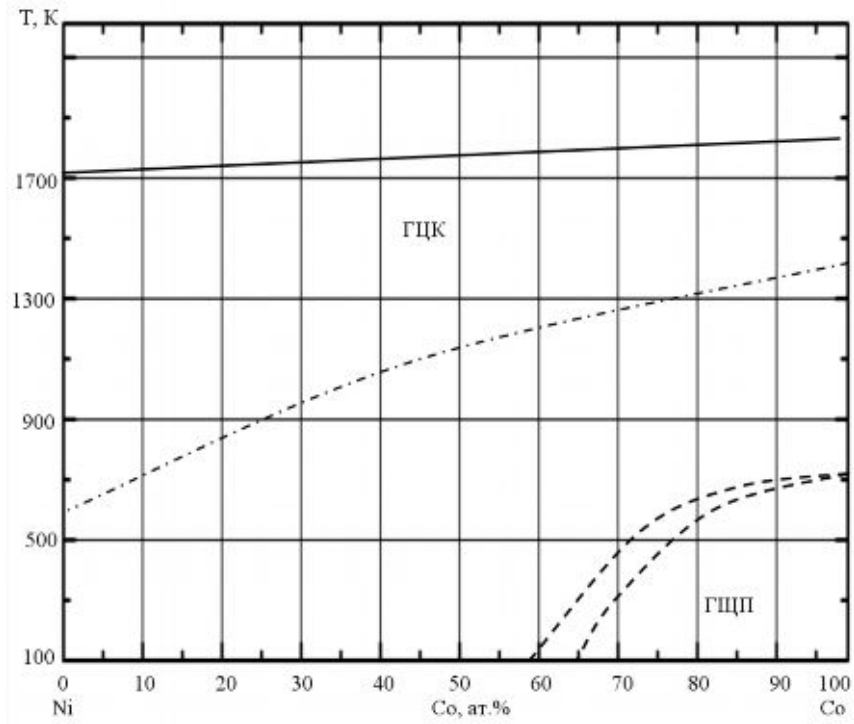


Рис. 1.1. Фазова діаграма сплаву CoNi в масивному стані [14]

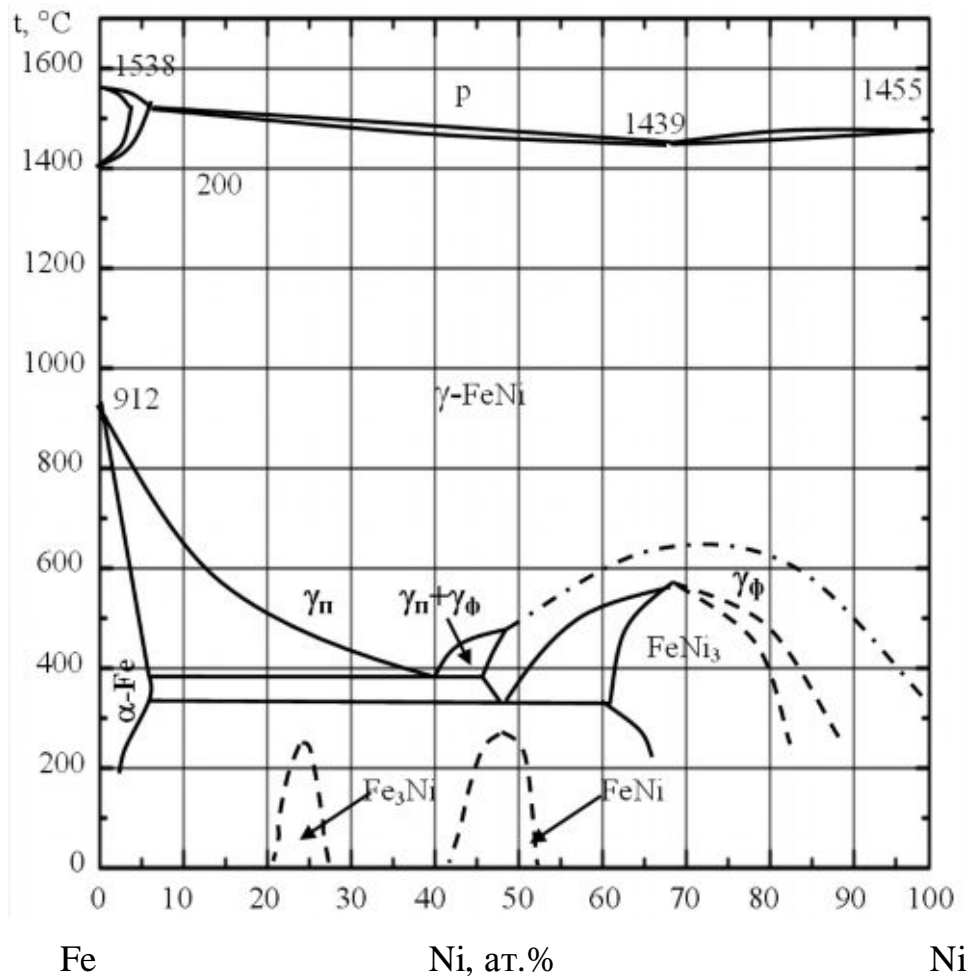


Рис.1.2. Фазова діаграма сплаву FeNi в масивному стані [15]

пара - кристал" (П-К). При $T_{\text{п}} > Q_1$ конденсація відбувається за схемою "насичена пара – рідина – кристал" (П-Р-К). Експериментальні дослідження показують, що температура Q_1 приблизно складає $2/3T_s$, де T_s – температура плавлення матеріалу плівки. Експериментально підтверджено також існування ще одного механізму "насичена пара – переохолоджена рідина – аморфна фаза", за яким відбувається утворення плівки при температурі нижче $Q_2 = 1/3T_s$.

В роботі [19] проведено також аналіз даних про субструктуру плівок Ni та Fe. Для одержаних на непідігрітій підкладці плівок (швидкість конденсації $\omega \approx 1-2$ нм/с) товщиною 20-50 нм дифракційне уширення не залежить ні від рельєфу підкладки, ні від її природи (нейтральна чи монокристалічна). Автори також роблять висновок щодо слабого впливу методу одержання та вакуумних умов на розміри областей когерентного розсіювання (ОКР) в таких плівках. Результати електроннографічних і електронномікроскопічних досліджень дають для розмірів блоків в площині плівки значення $L_{\parallel} = 3-4$ нм. Рентгенографічно встановлено, що розмір ОКР в перпендикулярному напрямку дещо більший ($L_{\perp} = 8-9$ нм). Нерівноосність пояснюється тим, що за даних умов кристаліти переважно ростуть в напрямку падаючого молекулярного пучка. Автори відзначають велику дисперсність елементів субструктури і поліблочність за товщиною навіть при товщинах 20-50 нм. Розмір критичного зародка зменшується при збільшенні температури кипіння металу, так що для металів з високою температурою кипіння (зокрема, Fe, Ni та Co) навіть невеликі зародки є термодинамічно стійкими [21]. Крім того, на розмір критичного зародка впливають поверхнева енергія металу та підкладки, температура підкладки та швидкість конденсації. Як наслідок, при конденсації за кімнатної температури для Fe, Ni та Co характерними є значний ступінь переохолодження та мала дифузійна рухливість атомів. В плівках тугоплавких металів внаслідок малого розміру критичних зародків одночасно росте велика кількість кристаликів, що і визначає малий розмір кристалітів. Зміна температури підкладки викликає помітне збільшення розмірів кристалітів. Зокрема, при підвищенні температури від 300 до 720 К розмір зерен в плівках заліза товщиною 40 нм збільшується від

5 до 50 нм [22]. До аналогічного збільшення приводить також відпал плівок у вакуумі.

Утворення дрібнозернистої структури відзначається у [23] для плівок заліза та у роботі [24] для нікелю. Конденсація плівок проводилася при температурі 78 К з відпалюванням до 390 К, в результаті чого спостерігалася структура з середнім розміром кристалітів 10-12 нм (Fe) та 6-10 нм (Ni), причому розмір кристалітів не залежав від товщини плівки (при товщинах понад 8-10 нм, коли плівки є структурно суцільними).

В роботі [25] приведено результати дослідження плівок Fe, одержаних термічним випаровуванням з великою швидкістю конденсації ($\omega \approx 10$ нм/с). Дослідження морфології поверхні методом атомно-силової мікроскопії показало, що плівки мають шорсткий рельєф, а морфологія їх відповідає кластерній (блочній) структурі з розміром кластерів (при $d > 40$ нм) 50-70 нм.

Характерною особливістю структури тонких плівок є можливість прояву в них фазового розмірного ефекту [1, 21]. Зокрема, в плівках металів можлива поява нових фаз, не властивих металу в масивному стані, та зниження температури фазового переходу у плівках металів, які мають високотемпературні фази.

Структура та параметри решітки плівок практично співпадають з параметрами решітки масивних металів. Такі результати підтверджуються для плівкових зразків Ni [26, 27] та Co [28]. Відмінність параметрів відзначається лише у випадку надтонких плівок [29]. При цьому в плівках одних і тих же металів в залежності від умов одержання (в першу чергу вакуумних) параметр решітки може як зменшуватися, так і збільшуватися [30]. При зведенні до мінімуму впливу газових домішок параметр решітки лише зменшується зі зменшенням розміру частинки [29]. Причину такого зменшення автори пов'язують зі збільшенням концентрації вакансій в плівках порівняно з масивними зразками.

Для плівок Co при малих товщинах можливою є стабілізація високотемпературної ГЦК-фази [31], що пояснюється впливом фазового

розмірного ефекту. Згідно з результатами [32], ГЦК-фаза формується і у наночастинках кобальту при їх розмірах, менших 7 нм, для більших частинок спостерігається гексагональна фаза.

На рис. 1.3 та 1.4 представлені типові мікроструктури невідпалених та відпалених до 700 К плівок Ni та Co [26, 33, 34].

У більшості випадків структура плівкових сплавів принципово не відрізняється від структури масивних (рис.1.5, 1.6) [35]. Проте, як показує аналіз літературних даних, можливі деякі відмінності, пов'язані з особливостями плівок, зокрема, з проявами фазового розмірного ефекту.

В роботі [36] наводяться дані про структуру плівкових сплавів FeNi та FeCo. Відзначається, що для сплавів FeNi однофазна область α -фази на базі ОЦК-решітки заліза збільшується порівняно з масивними сплавами (до 50 % Ni). Таке збільшення однофазної області автори пояснюють на основі уявлень про фазовий розмірний ефект. В цілому характер кривої переходу $\alpha \rightarrow \gamma$ аналогічний кривій на діаграмі, одержаній для відпалу нерівноважних масивних зразків. Ще однією особливістю, яка спостерігається для плівкового сплаву FeCo, є відсутність області існування однофазного твердого розчину на базі ГЦК-Co.

Плівки з вмістом Co 90% мають багатофазний склад (суміш ОЦК, ГЦК та ГЦП фаз). Деякі відмінності фазових діаграм масивних і плівкових зразків автори пов'язують з нерівноважністю вакуумних конденсатів. Для сплаву FeNi на початкових стадіях конденсації спостерігається утворення аморфної структури, яка при подальшому осадженні кристалізувалася в α -фазу.

Утворення аморфних плівок спостерігалось авторами [37] для сплавів на основі Ni чи Fe з Ta, Te та іншими металами. Основними факторами, що впливають на утворення такої структури, автори вважають співвідношення між температурою підкладки $T_{\text{п}}$ та температурою плавлення та швидкість конденсації. Збільшення відношення температур $T_{\text{п}}/T_{\text{с}}$ приводить до утворення "комірчатої" структури.

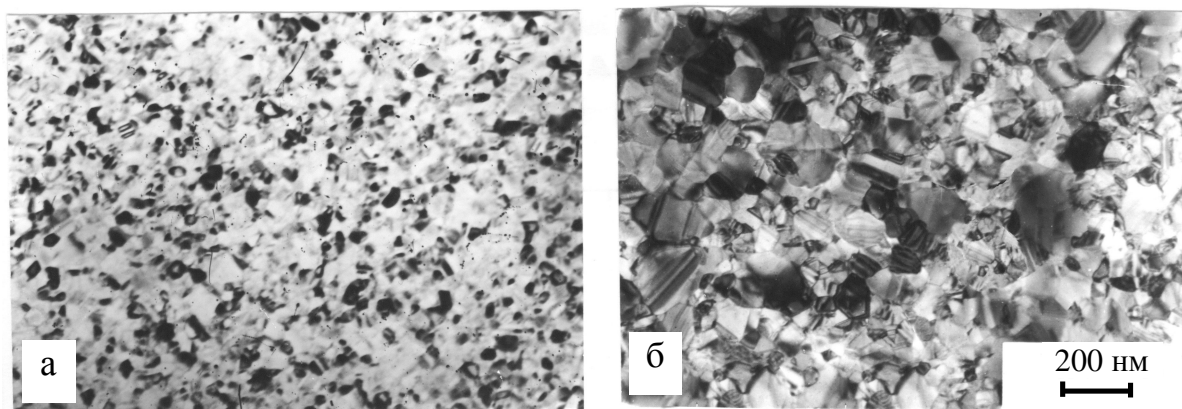


Рис. 1.3. Мікроструктура невідпаленої (а) та відпаленої до 700 К плівки Ni товщиною $d=57$ нм [26]

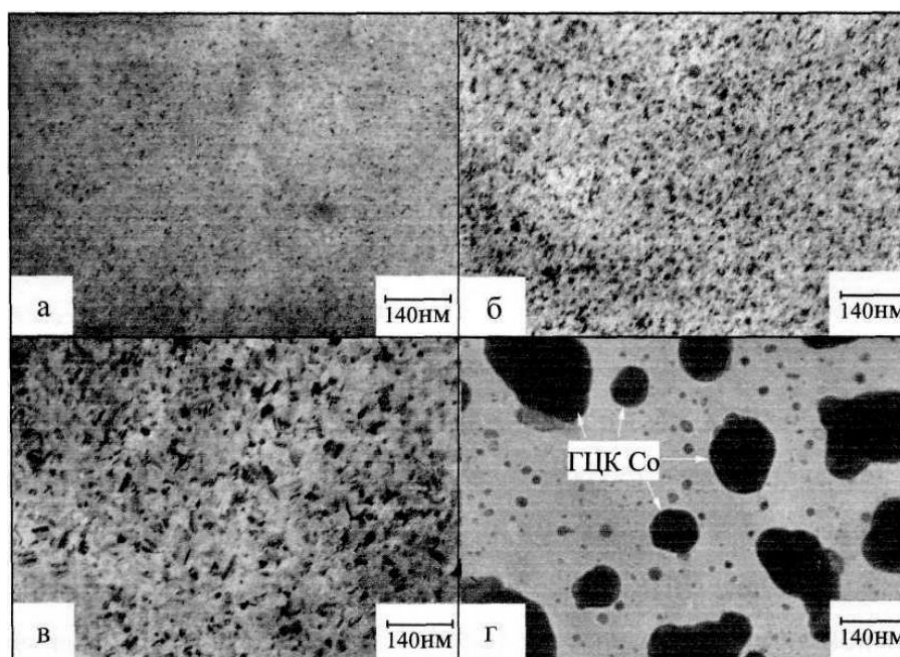


Рис. 1.4. Еволюція мікроструктури плівки Co товщиною 45 нм. Температура відпалювання T_b , К: 300 (а), 700 (б), 800 (в), 900 (г) [33, 34]

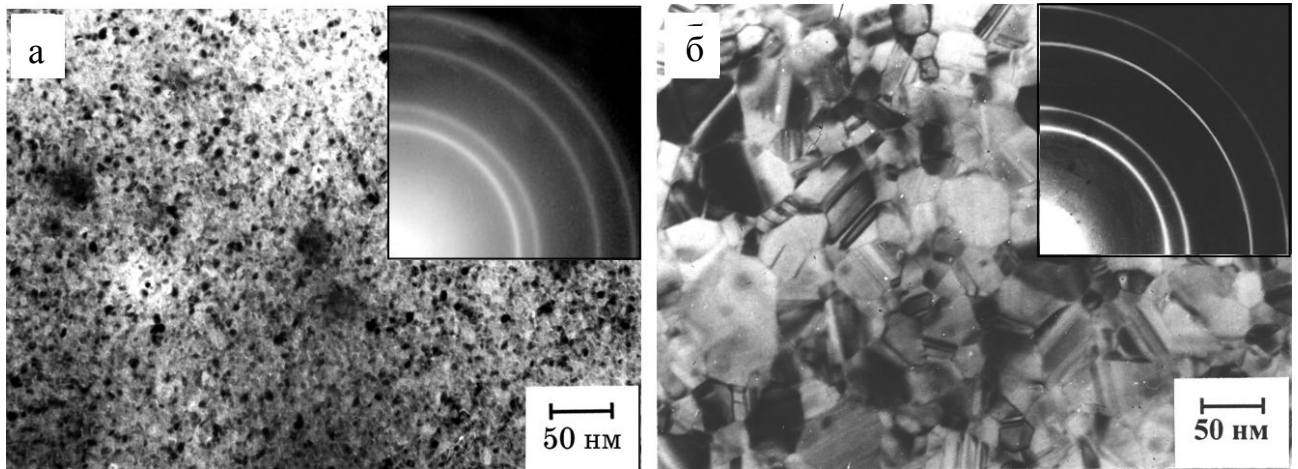


Рис.1.5. Мікроструктура невідпаленої (а) та відпаленої (б) плівки сплаву NiCu/C ($d = 40$ нм, $C_{Ni} = 60$ ат.%) [35]

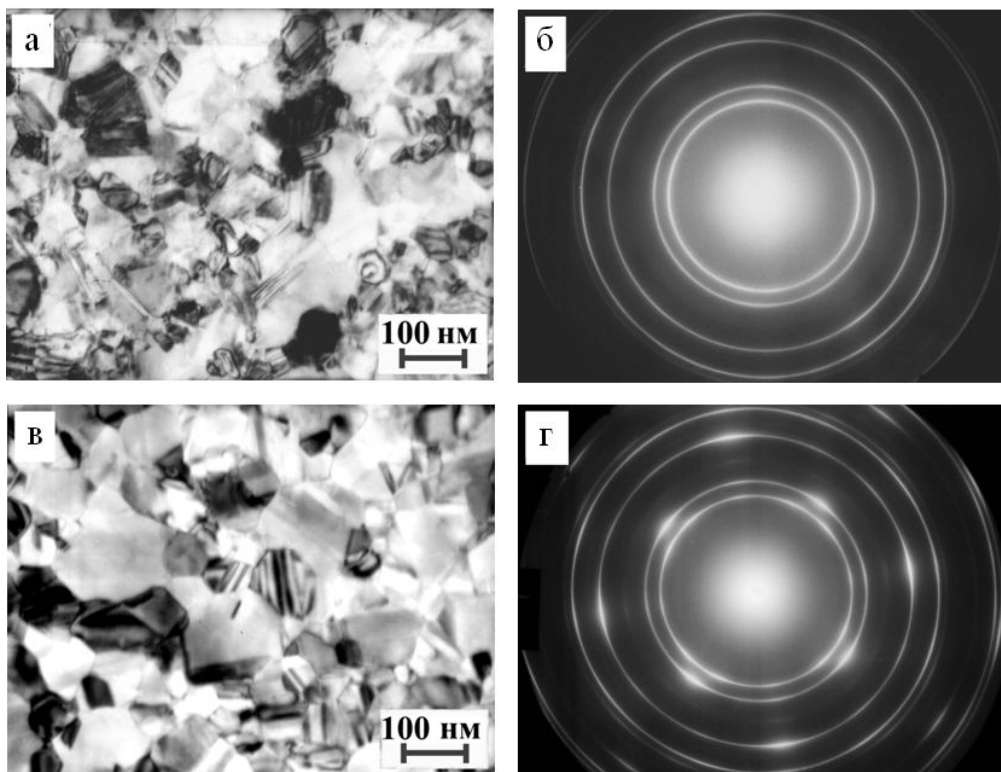


Рис. 1.6. Мікроструктура та відповідні електроннограми відпалених до 763 К плівок сплаву NiCu, осаджених на сколи (001) KBr при $T_{п}=293$ К (а, б) та $T_{п}=373$ К (в, г) [35]

Утворення аморфних чи нанокристалічних плівок з розміром кристалітів $\text{Co} \sim 1,5$ нм у невідпаленому стані спостерігалось також для системи CoSmO [38]. Незважаючи на складний хімічний склад, автори даної роботи вказують на утворення двофазної структури ($\text{Sm}_2\text{O}_3 + \text{Co}$). Після відпалу розмір частинок Co збільшується до 10-20 нм, причому електронографічні дослідження вказують на наявність в плівках $\beta\text{-Co}$ (ГЦК), хоча не виключена присутність ГЦП-фази.

Дослідження кристалічної структури та фазового складу плівкових сплавів CoNi здебільшого стосуються висококоерцитивних сплавів з високим вмістом Co . Для плівок з концентрацією Co понад 70 мас.% в роботі [39] встановлено, що вони містять суміш двох фаз ГЦП+ГЦК. Згідно з даними роботи [40], при вмісті Co понад 70 % спостерігається лише ГЦП фаза, тоді як в діапазоні 50-70 мас.% Co плівкам властивий двофазний склад. Дані роботи [41] показують, що для плівок дво- та трикомпонентних сплавів CoNi та CoNiFe при $c_{\text{Co}} = 65-70$ мас.% основною є ГЦК фаза. Середній розмір зерен для відпаленої плівки при цьому складає 150 нм у площині плівки та 25-60 нм у перпендикулярному напрямку [40].

Вивчення фазового складу наночастинок сплаву CoNi [41] показало, що для них властива ГЦК-решітка у всьому діапазоні концентрацій. Враховуючи, що розмір кристалітів у наночастинках, за даними авторів, складає приблизно 20 нм, такий фазовий склад можна пояснити проявом фазового розмірного ефекту.

У роботі [42] досліджено структуру нанопорошкових сплавів FeNi різного складу, одержаних електролітичним осадженням. Зокрема, для сплаву $\text{Fe}_{49}\text{Ni}_{51}$ спостерігається ГЦК-решітка з $a = 0,358$ нм, що більше за параметр решітки масивного сплаву ($a_0 = 0,356$ нм). Автори відзначають також зменшення розмірів кристалітів сплавів у порівнянні з порошками чистих матеріалів. Для нанокристалічних порошоків сплаву FeNi , виготовленого методом газофазної конденсації в потоці інертного газу [18] та методом відновлення з розчинів [43], при вмісті Ni 50% також спостерігалася однофазна структура (ГЦК) з приблизно таким же параметром решітки.

В роботі [44] для плівкових сплавів FeNi з вмістом Ni 22-62 ат.% (зокрема, для сплаву $Ni_{0.46}Fe_{0.54}$) спостерігалася наявність ГЦК-фази. Крім того, на дифрактограмах від таких зразків навний пік невеликої інтенсивності, який автори пов'язують з інтерметалідом Ni_3Fe .

Таким чином, для плівкових сплавів CoNi в залежності від складу можна очікувати появи ГЦК або ГЦП-фази, при цьому область існування ГЦК-CoNi може розширюватися за рахунок фазового розмірного ефекту. В плівках сплаву $Fe_{50}Ni_{50}$, як і в масивному стані, найбільш ймовірним є утворення ГЦК-фази.

1.2. Електрофізичні та гальваномагнітні властивості тонких плівок

Зі зменшенням товщини плівкового зразка внесок розсіювання носіїв заряду на поверхні плівки стає співвимірним з внеском об'ємного розсіювання, що приводить до зміни електропровідності плівкового зразка порівняно з масивним. Даний ефект починає проявлятися, коли товщина плівкового зразка стає величиною одного порядку з середньою довжиною вільного пробігу (СДВП) електронів провідності і має назву зовнішнього розмірного ефекту (ЗРЕ).

В більшості випадків плівкові зразки є більш дрібнозернистими за масивні. Внаслідок цього електропровідність плівок буде залежати від середнього розміру кристалітів, оскільки при їх зменшенні зростає внесок розсіювання носіїв межами зерен. Це явище відоме як внутрішній розмірний ефект (ВРЕ) і є характерним для полікристалічних плівкових зразків.

1.2.1. Теоретичні моделі розмірного ефекту в електропровідності плівок. Перша теорія, що описувала ЗРЕ, була запропонована К.Фуксом [45]. В ній розглядалась модель плівки у вигляді плоскопаралельного шару металу. Задача про перенос заряду в однорідному плоскому шарі, обмеженому паралельними поверхнями зводиться до розв'язання кінетичного рівняння Больцмана для функції розподілу носіїв з граничними умовами, які визначають вплив поверхневого розсіювання. В теорії ЗРЕ Фукса граничні умови задаються

за рахунок введення параметра дзеркальності p , який показує долю електронів, що розсіюються зі збереженням дрейфової складової швидкості. Пізніше дана модель була використана Зондгеймером при розгляді розмірних ефектів у випадку гальваномагнітних явищ (теорія ФЗ).

Теорія ФЗ досить широко застосовувалася для пояснення експериментальних результатів, незважаючи на ряд недоліків, які викликані занадто спрощеною моделлю. Зокрема, поверхні плівки є плоскопаралельними лише у випадку досконалих монокристалічних зразків великої товщини; для полікристалічних плівок поверхня буде неплоскою, а розмір неоднорідностей товщини для дуже тонких плівок співвимірний з товщиною та СДВП. Модель не враховувала можливу зміну параметра дзеркальності у залежності від кута падіння θ та товщини; при розрахунках вільні електрони розглядалися як зоммерфельдівський газ. В подальші роки ряд авторів здійснили спроби усунути ці та інші недоліки (докладніше див. роботу [46] та літературу до неї).

Теорія ФЗ не враховує внутрішню будову плівки, тобто є теорією лише ЗРЕ. Першу послідовну теорію, в якій була здійснена спроба врахувати розсіювання носіїв на межах зерен, запропонували Маядас та Шатцкес (теорія МШ). Вони виходили з моделі плоскопаралельного шару матеріалу, в якому існують додаткові центри розсіювання (межі зерен) у вигляді площин, перпендикулярних поверхні плівки і напрямку електричного поля [45]. При цьому площини вважаються розташованими хаотично, а відстані між ними підлягають нормальному закону розподілу з деяким значенням середнього розміру зерна L . Розсіювання носіїв на поверхнях плівки, як і в теорії ФЗ, задавалося параметром дзеркальності p . Для опису розсіювання на межах зерен було введено параметр зерномежового розсіювання R .

В рамках теорії МШ питомий опір масивного зразка ρ_0 та плівки нескінченної товщини ρ_∞ пов'язані між собою співвідношенням [47]:

$$f(\alpha) = \frac{\rho_0}{\rho_\infty} = 1 - \frac{3}{2}\alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln\left(1 + \frac{1}{\alpha}\right), \quad (1.1)$$

$$\text{де } \alpha = \frac{\lambda_0}{L} \frac{R}{1-R};$$

λ_0 – середня довжина вільного пробігу для масивного зразка.

Порівняння виразу, який дає для питомого опору теорія МШ, з результатами експерименту є досить складною задачею, тому в подальшому було здійснено спроби отримати наближені вирази, зручні для експериментальної перевірки. Найбільш повний і послідовний розвиток теорія МШ здобула в роботах групи авторів (Ц. Тельє, Ц. Пішар, А. Тоссе та ін.). Ними були запропоновані та теоретично обґрунтовані моделі ефективної довжини вільного пробігу, лінеаризована модель, модель ізотропного розсіювання та тривимірна модель [21, 48-50], які широко застосовують для обробки експериментальних результатів з метою знаходження параметрів електроперенесення.

В моделі ефективної середньої довжини вільного пробігу вважається, що СДВП в плівці λ_g додатково обмежена межами зерен: $\lambda_0 f(\alpha) = \lambda_g$.

Для температурного коефіцієнта опору (ТКО), який визначається співвідношенням:

$$\beta = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dT} = \frac{1}{R} \frac{dR}{dT} \quad (1.2)$$

в моделі ефективної СДВП одержано вираз:

$$\frac{\beta}{\beta_0} \cong \left[1 + \frac{3\lambda_0(1-p)}{8d} f(\alpha) \right]^{-1} \left[1 + \frac{g(\alpha)}{f(\alpha)} \right], \quad (1.3)$$

$$\text{де } g(\alpha) = \alpha \frac{df}{d\alpha}.$$

Авторами роботи [51] було показано, що при значеннях $\alpha \leq 10$ за умови $\frac{3\lambda_0(1-p)}{8d} f(\alpha) \ll 1$ виконується:

$$\frac{\beta}{\beta_0} \cong \left[1 + \frac{3\lambda_0(1-p)}{8d} f(\alpha) \right]^{-1} f(\alpha). \quad (1.4)$$

Інший підхід для спрощення виразів теорії МШ було реалізовано в лінеаризованій моделі. Співвідношення для ТКО при деяких обмеженнях (зокрема, за умови $L > d$) може бути зведене до вигляду:

$$\beta d \cong \beta_g d - \beta_g \lambda_0 (1 - p) H(\alpha), \quad (1.5)$$

де $H(\alpha)$ – відома протабульована функція;

β – ТКО плівкового зразка;

β_g – ТКО плівки нескінченної товщини (величина, аналогічна β_∞ в теорії ФЗ).

Умова $L > d$ для плівкових зразків часто не виконується. Зважаючи на це, була розроблена модель ізотропного розсіювання, основні співвідношення якої виконуються і при $L < d$. В рамках даної моделі для ТКО одержано вирази [49]:

$$\begin{aligned} \beta^{-1} d &\cong \beta_g^{-1} d + \frac{3}{8} \beta_0^{-1} \lambda_0 \ln(p^{-1}), \\ \frac{\beta_g}{\beta_0} &\cong 1 + 1,45 \frac{\lambda_0}{L} \ln(r^{-1}), \\ \frac{R}{1-R} &\cong 0,97 \ln(r^{-1}), \end{aligned} \quad (1.6)$$

де r – коефіцієнт проходження електроном межі зерна.

В подальшому тими ж авторами була запропонована тривимірна модель [50, 52], в якій було здійснено спробу врахувати анізотропію розмірів кристалітів. Крім того, ними ж зроблено висновки про те, що коефіцієнт зерномежового розсіювання в плівках металів не залежить від температури [52] та енергії електронів [53].

1.2.2. Результати експериментальних досліджень електрофізичних властивостей плівок сплавів на основі Co, Fe та Ni. Характерною особливістю температурної залежності опору масивних феромагнітних металів є злам на температурній залежності опору при температурі Кюрі T_C [17]. Дослідження масивних сплавів системи CoNi [54] показало, що аналогічна особливість проявляється і для них, причому одержана таким способом

температура Кюрі досить добре узгоджується з даними про магнітний фазовий перехід в цій системі. Для концентраційної залежності питомого опору при кімнатній температурі спостерігається незначне збільшення опору зі збільшенням концентрації нікелю в межах $(5-7) \cdot 10^{-8}$ Ом·м. При більш високих температурах вимірювання на концентраційній залежності з'являється максимум (при вмісті Со 30% – при 500 К, подальше збільшення температури вимірювань приводить до зміщення максимуму в бік більших концентрацій кобальту). Подібний результат одержано в [55], де аналогічний максимум спостерігався при $C_{Co}=25$ %. В роботі [56] розглянуто температурну залежність опору сплавів СоNi і також відзначено збіг температури, що відповідає зламу на залежності $\rho(T)$ з літературними даними стосовно температури Кюрі, вимірної дослідженням магнітних фазових переходів.

На сьогоднішній день накопичено значний експериментальний матеріал стосовно електропровідності тонких одношарових плівок чистих металів при зміні товщини чи температури (див., наприклад, [20, 45, 57] та цитовані в них джерела). В більшості випадків інтерпретація результатів експериментів проводиться на основі розглянутих раніше теоретичних моделей. Зупинимось докладніше на аналізі експериментальних результатів для плівок досліджуваних нами металів та сплавів на їх основі.

Робота [58] присвячена розгляду температурної залежності опору одношарових плівок перехідних металів, зокрема, Со та Ni. В інтервалі температур до T_C відзначається прояв квадратичної залежності $\rho(T)=AT^2$, що автори пояснюють електрон-магнетонною взаємодією. Зі збільшенням товщини плівки величина коефіцієнта А змінюється, що пов'язано зі зміною характеру магнітних неоднорідностей.

В роботі [59] здійснена спроба застосування до опису розмірної залежності електропровідності плівок Ni та Pd теорії Намба, яка враховує неоднорідність плівок за товщиною. При великих товщинах неоднорідності практично не впливають на електропровідність, при малих товщинах внаслідок відхилення від моделі плоскопаралельного шару, згідно з цією теорією,

спостерігатиметься більш різке, ніж в моделі ФЗ збільшення питомого опору. Експериментальні результати непогано відповідають теоретичним при відповідному виборі розмірів неоднорідностей.

В [60] приведено порівняння результатів, одержаних при обробці експериментальних даних в рамках різних моделей розмірного ефекту. Показано, що коефіцієнти r та R не залежать від температури. Автором проведено порівняння результатів розрахунку в рамках моделей МШ та моделі ізотропного розсіювання ТТП, на підставі чого зроблено висновок, що обидві моделі приблизно однаково описують зерномежове розсіювання носіїв, тоді як поверхневе розсіювання більш ефективно описує друга з цих моделей.

Схожі результати для плівок Ni наводяться в роботі [61], де також зроблено висновок про незалежність від температури параметра зерномежового розсіювання, а також про відсутність його залежності від лінійних розмірів кристалітів в інтервалі $8 \text{ нм} \leq L \leq 30 \text{ нм}$. Порівнюючи моделі МШ та ТТП, автор схиляється до думки, що більш надійні результати дає друга, а також що коректне застосування теорії ФЗ для опису розмірних залежностей питомого опору та ТКО можливе лише за умови незалежності середнього розміру кристалітів від товщини плівки.

Кореляцію між структурою та електрофізичними властивостями для тонких плівок та дротів нікелю та інших металів встановлено в роботі [27]. Обробка експериментальних даних з розмірної залежності питомого опору та ТКО в рамках теоретичних моделей, а також застосування запропонованої в [62] методики дали можливість розділити внесок в електричний опір розсіювання електронів на зовнішніх поверхнях плівки та на межах зерен. Показано, що з ростом характерного розміру зразка внесок поверхневого розсіювання зменшується і зростає внесок електронів, які втратили енергію при зіткненнях з фононами, межами зерен та дефектами структури. Авторами виявлено також залежність коефіцієнта зерномежового розсіювання від середнього розміру кристалітів (і, як наслідок, від СДВП носіїв заряду), та запропоновано пояснення цієї залежності. Відзначається, що при $\lambda > 40 \text{ нм}$

коефіцієнт зерномежового розсіювання практично не змінюється і має невелике значення ($R < 0,2$). Ці результати підтверджують теоретичні висновки роботи [63], де показано, що опір межі зерна не повинен залежати від СДВП носіїв.

Застосування моделі МШ для розгляду розмірних ефектів в плівках Ni здійснено в [24]. Автори застосовують, крім традиційної, видозмінену модель, в якій вважається, що перенесення заряду здійснюється двома групами носіїв (електронів і дірок), які розсіюються незалежно. Порівняння одержаних результатів показує, що для Ni відносний внесок дірок в сумарне перенесення заряду малий, внаслідок чого відношення питомих опорів нескінченно товстої плівки і масивного матеріалу порівняно невелике (відмінність в 2-5 разів). В роботі [23] на основі застосування подібної двохзонної моделі показано, що в тонких плівках заліза залежність питомого опору від товщини має типовий для металів характер, а внесок діркової провідності набагато менший, ніж електронної.

Розмірну та температурну залежність електропровідності тонких плівок кобальту, одержаних методом імпульсно-плазмового випаровування, досліджено в [64]. Автори відзначають різке зменшення електричного опору на початковому етапі конденсації плівки, пов'язуючи його з переходом від острівцевої до суцільної плівки. При товщинах плівок понад 6 нм питомий опір майже не залежить від товщини, а розрахована СДВП складає 6-7 нм. Очевидно, ці факти слід пов'язувати з наявністю кристалів малих розмірів, що є наслідком великих швидкостей конденсації. Авторами також показано, що значні зміни питомого опору в процесі відпалювання викликані необоротними структурними змінами.

Дослідження електропровідності плівкових сплавів на основі Co, Ni та Fe найчастіше стосуються подвійних та потрійних систем, основною компонентою яких є залізо. Основною причиною вибору плівок такого складу є те, що ці експерименти були спрямовані на одержання плівок з певними службовими магнітними властивостями. Тому для досліджень обирались плівки тих сплавів, магнітні властивості яких добре вивчені в масивному стані (пермалої, інварні

сплави тощо), і тому найчастіше дослідження стосуються саме магнітних властивостей таких плівок, а дослідження структури та електропровідності виступали як супутній результат.

В роботі [65] проведено дослідження властивостей плівкових сплавів на основі Fe з ОЦК-решіткою в невеликому інтервалі зміни концентрацій (бінарні сплави FeNi з вмістом Ni 30% та тернарні сплави з концентрацією Ni 32% і додаванням 6-12% Cr). Відзначено зміну питомого опору в процесі першого циклу термостабілізації (що також властиво і однокомпонентним плівкам), а також зменшення електронної провідності при збільшенні вмісту Cr за рахунок зменшення концентрації носіїв електричного заряду.

Вивченню електричних і магнітних властивостей плівкових сплавів заліза з рідкоземельними металами присвячена робота [66]. Температурна залежність опору сплавів аналогічна залежності для плівок заліза, однак автори відзначають можливість зменшення опору в певних температурних інтервалах, очевидно, за рахунок фазових переходів.

В роботі [42] розглянуто електропровідність нанокристалічних сплавів FeNi та чистих металів. Відзначено збільшення питомого опору порівняно з масивними зразками, а також монотонне зростання опору зі збільшенням вмісту Fe. Зі збільшенням температури опір монотонно зростає і може бути описаний співвідношенням:

$$\rho(T) = \rho_0 + AT^2 + BT^n,$$

де $n=4,5$. Відзначається, що для плівок величина коефіцієнта електрон-магнетонної взаємодії A набагато перевищує його величину для масивних чистих феромагнетиків, що приводить до збільшення питомого опору плівок порівняно з масивними зразками.

В роботі [67] наведені дані про дослідження властивостей бінарних (CoNi) та тернарних (CoNiFe) плівкових сплавів з великим вмістом Co. Зокрема, питомий опір плівок $\text{Co}_{65}\text{Ni}_{35}$ складає $2,6 \cdot 10^{-7}$ Ом·м, що перевищує значення питомого опору масивних сплавів. В роботі [68] для плівок CoNi з

вмістом Со 20-80 % наведено значення питомого опору $\rho=(5-6)\cdot 10^{-7}$ Ом·м, при цьому зі збільшенням вмісту Со питомий опір зростає.

В роботі [44] досліджено питомий опір електроосаджених плівок сплаву FeNi з різним вмістом Ni. Збільшення концентрації нікелю приводить до зменшення питомого опору (від $8,9\cdot 10^{-7}$ Ом·м при $c_{Ni}=22$ мас.% до $1,7\cdot 10^{-7}$ Ом·м при $c_{Ni}=64$ мас.%).

Аналіз розмірних залежностей питомого опору в рамках моделі МШ для плівкових сплавів FeNi з вмістом Ni 36 та 41 ат.% проведено в роботі [69]. В припущенні дифузного розсіювання носіїв ($p=0$) одержано для СДВП значення 1,1-1,3 нм, а також значення коефіцієнта зерномежового розсіювання $R=0,5$. Разом з тим відзначається, що одержані значення $\rho_{\infty}=(2,1-2,3)\cdot 10^{-8}$ Ом·м є меншими за значення для масивного сплаву відповідного складу. Для сплаву $Ni_{81}Fe_{19}$ в роботі [70] наводяться значення $\lambda_0=9,6$ нм, $\rho_{\infty}=14\cdot 10^{-8}$ Ом·м (одержано на основі теорії ФЗ).

1.3. Гальваномагнітні ефекти в тонких плівках сплавів ферромагнітних металів та багатошарових плівках

Під гальваномагнітними ефектами розуміють прояви впливу магнітного поля на провідні властивості твердого тіла [12, 71]. Одним з проявів такого впливу магнітного поля є магнітоопір – залежність електричного опору провідника від індукції магнітного поля (рис. 1.7).

Магнітоопір (МО), або магніторезистивний ефект (МРЕ) описують відносною зміною опору (або питомого опору) при внесенні провідника в магнітне поле [72]:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R(B) - R(0)}{R(0)}, \quad (1.7)$$

де $R(B)$ – опір зразка в зовнішньому магнітному полі з індукцією B ;
 $R(0)$ – опір повністю розмагніченого зразка.

У залежності від взаємної орієнтації векторів індукції магнітного поля \vec{B} та густини струму \vec{j} МРЕ (і відповідно МО) поділяють на повздовжній ($\vec{B} \parallel \vec{j}$) та поперечний ($\vec{B} \perp \vec{j}$) (рис. 1.8). Для плівкових зразків під поперечним МО найчастіше розуміють зміну опору за умови, що $\vec{B} \perp \vec{j}$ і магнітне поле лежить в площині плівки (рис.1.8 б). У випадку, коли вектор \vec{B} перпендикулярний площині плівки, говорять про перпендикулярний МО (рис.1.8 в).

1.3.1. Магнітоопір тонких одношарових плівок феромагнітних металів. Для тонких плівок феромагнітних металів вектор намагніченості в більшості випадків лежить у площині плівки. Якщо напрямок намагніченості плівки утворює зі струмом, що протікає через зразок, кут γ , то величину електричного опору плівки можна представити таким чином [71]:

$$\rho(\gamma) = \rho_{\perp} \sin^2 \gamma + \rho_{\parallel} \cos^2 \gamma = \rho_{\perp} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \cos^2 \gamma, \quad (1.8)$$

де ρ_{\parallel} , ρ_{\perp} - питомий опір при повздовжній і поперечній геометрії.

Однією з особливостей магнітоопору феромагнетиків є гістерезис залежності магнітоопору від величини індукції зовнішнього поля і наявність відповідних петель гістерезису [72]. Теоретичний опис можливих петель гістерезису, одержаних на основі моделі когерентного обертання, при різних значеннях кута між легкою віссю намагнічення плівки, струмом та напрямом перемагнічення приведено в [73]. Автори відзначають, що теоретично розраховані криві досить добре описують загальні експериментальні закономірності. Разом з тим спрощений характер моделі не враховує ряд інших ефектів, що спостерігаються при намагнічуванні зразка (зокрема, зміщення доменних границь). Внаслідок цього найкраща відповідність теоретичних та експериментальних кривих для пермалоєвих плівок спостерігається при їх перемагнічуванні вздовж важкої осі.

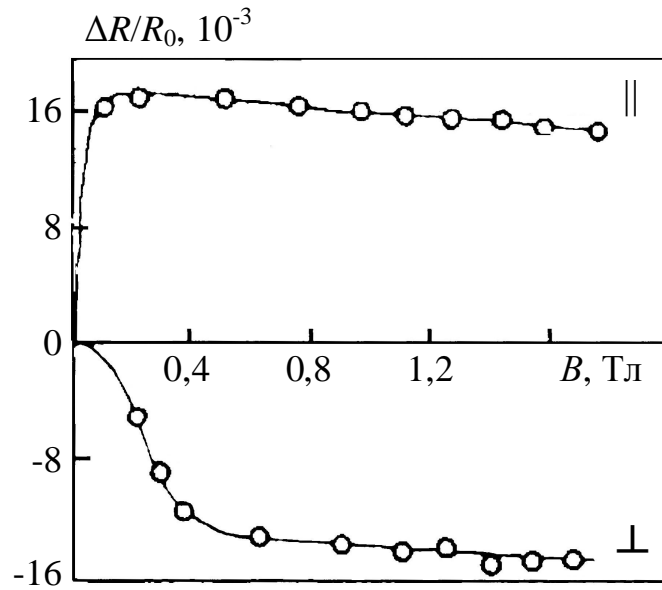


Рис. 1.7. Залежність повздовжнього (||) та перпендикулярного (⊥) магнітоопору від індукції магнітного поля для масивного Ni [17]

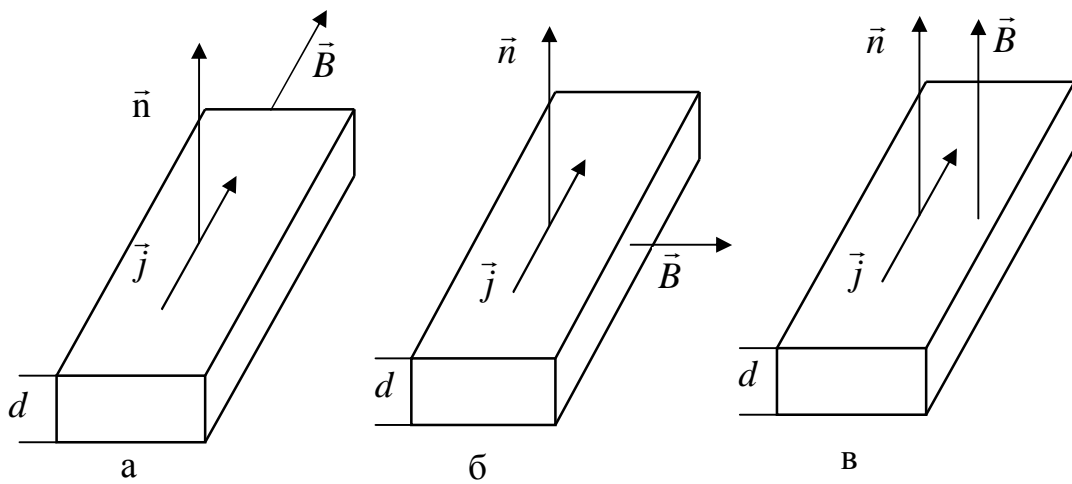


Рис. 1.8. Класифікація ефектів магнітоопору в залежності від орієнтації векторів \vec{B} , \vec{j} та \vec{n} : повздовжній (а); поперечний (б); перпендикулярний (в) ефект МО

Польові залежності електричного опору мають вигляд кривих з екстремумами (мінімуми для повздовжнього та максимуми для поперечного МО, рис. 1.9). Вважається [72], що положення екстремумів визначаються величиною коерцитивної сили зразка H_c . Однак значення H_c , визначені за магніторезистивним ефектом, часто виявляються трохи меншими, ніж значення H_c , одержані за допомогою магнітних методів вимірювання [73], оскільки насправді екстремуми магнітоопору відповідають мінімальному полю, при якому починається зміщення доменних границь. Співпадання цих значень можливе лише для випадку плівок з прямокутною петлею гістерезису.

Характерною особливістю магнітоопору як чистих феромагнітних металів, так і сплавів є анізотропія (повздовжній ефект додатний, поперечний від'ємний). Для чистих металів в масивному стані величина МРЕ невелика (наприклад, для Со абсолютна величина повздовжнього ефекту складає 0,2%, поперечного 0,1-0,16% [17]). В плівкових зразках порядок величини ефекту такий же (для плівок Со повздовжній МО складає 0,08%, поперечний 0,01% [74]; для плівок та нанодротів Ni [75, 76] повздовжній МО 0,2-0,4%), магнітоопір також має анізотропний характер.

Дослідження плівкових сплавів на основі феромагнітних металів в першу чергу пов'язані з вивченням їх магнітних властивостей - коерцитивної сили, намагніченості тощо (це пов'язано з їх застосуванням, зокрема, у якості матеріалів для магнітного запису інформації), тоді як їх гальваномагнітні властивості (зокрема, магнітоопір як масивних, так і плівкових сплавів) вивчені недостатньо. Найбільш повними є дані про магнітоопір плівкових сплавів FeNi (див., наприклад, [44, 77, 78]) , що пояснюється їх широким застосуванням у різних електронних пристроях. Можна відзначити значну величину анізотропного МО у плівкових сплавах $Ni_{0.51}Fe_{0.49}$ [44] (5% для повздовжнього і поперечного МО), а також анізотропний характер МО плівок феромагнітних сплавів.

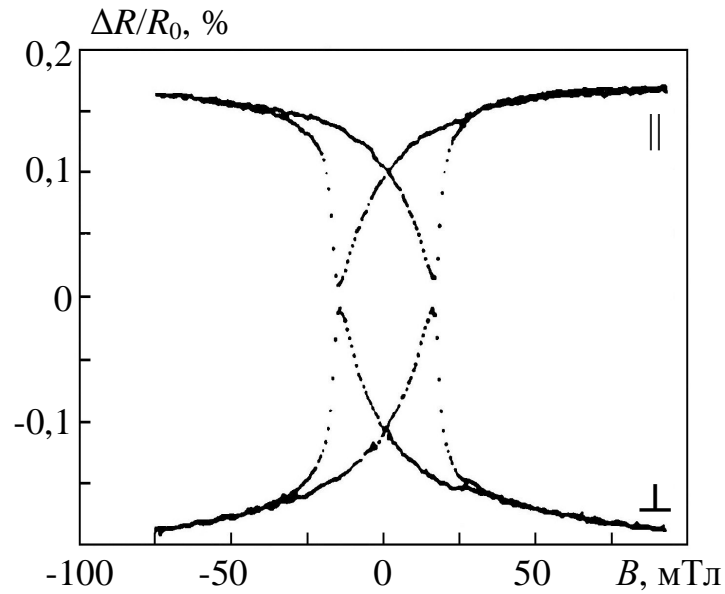


Рис. 1.9. Залежність повздовжнього та перпендикулярного магнітоопору від індукції магнітного поля для плівок Ni [75]

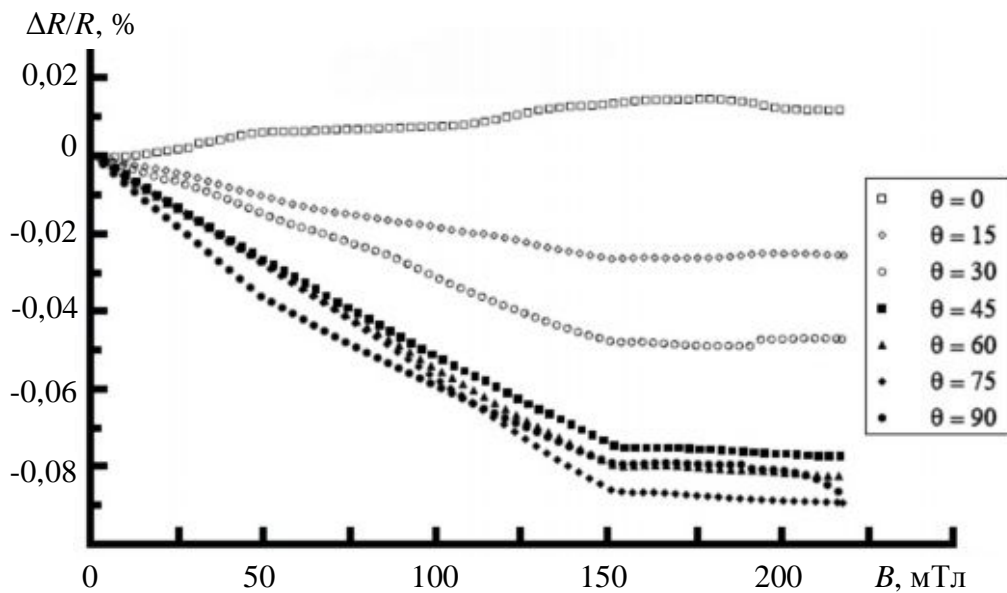


Рис. 1.10. Залежність магнітоопору плівок Co від індукції магнітного поля для різних кутів θ між напрямком магнітного поля та струму [78]

1.3.2. Магнітоопір багат шарових структур на основі феромагнітних плівок. Більш широко вивченим є магнітоопір багат шарових структур на основі феромагнітних матеріалів. В таких структурах може спостерігатися ефект гігантського магнітоопору (ГМО), обумовлений спіновою залежністю розсіювання електронів провідності від типу магнітного впорядкування суміжних шарів у плівці. Вивчення даного явища привело до створення ряду нових матеріалів (плівкових систем), які мають значні потенціальні можливості технічного застосування. Серед систем з ГМО можна відзначити [79]:

1. Багат шарові структури, в яких чергуються магнітні та немагнітні шари. Як феромагнітні шари можуть використовуватися і плівки чистих металів [80-83], і сплави [84-87];

2. Спінові вентилі, в яких намагніченість одного з феромагнітних шарів закріплена обмінною взаємодією з сусіднім антиферомагнітним шаром [88, 89];

3. Структури з магнітним тунельним переходом, в яких шари феромагнетика розділені тонким шаром діелектрика [90];

4. Гранульовані структури, в яких феромагнітні гранули знаходяться в немагнітній матриці [68, 91, 92].

Слід зазначити, що для багат шарових структур з ГМО характерною є ізотропія ефекту МО [93] (хоча в них можливий і анізотропний магнітоопір (АМО)).

Одними з перспективних (внаслідок простоти виготовлення) для використання в пристроях мікроелектроніки є тришарові спін-вентильні структури, в яких феромагнітні шари відрізняються за магнітними властивостями (зокрема, мають різну коерцитивну силу). Виходячи з властивостей сплаву $Fe_{50}Ni_{50}$, який є магнітом'яким матеріалом, подібну структуру можна одержати, комбінуючи його з більш магнітожорсткими шарами на основі сплавів $CoNi$ або чистого Co .

Висновки до розділу 1

На основі аналізу існуючих літературних даних про структурно-фазовий стан та електрофізичні властивості плівкових сплавів на основі Ni, Co та Fe показано, що:

1. Фазовий склад плівкових зразків на основі Ni, Co та Fe в цілому відповідає даним фазових діаграм масивних зразків, при цьому можливою є зміна меж фазової рівноваги за рахунок фазового розмірного ефекту.

2. Кристалічна структура плівкових сплавів і їх електрофізичні властивості значною мірою визначаються умовами осадження (температура підкладки, швидкість конденсації, спосіб одержання) та подальшою обробкою зразків.

3. На електрофізичні та гальваномагнітні властивості плівкових сплавів суттєво впливають розмірні, температурні та концентраційні ефекти; розглянуті теоретичні моделі розмірних ефектів електропровідності плівок можуть бути застосовані для розрахунку параметрів електроперенесення одношарових плівок сплавів.

4. Магнітоопір плівок має низку відмінностей у порівнянні з магнітоопором масивних матеріалів, що обумовлено як проявом розмірних ефектів, так і структурно-фазовим станом плівок.

5. Багатошарові плівкові системи на основі феромагнітних сплавів можуть бути перспективними матеріалами для створення елементів електроніки, що зумовлено, зокрема, можливістю створення структур з відмінними властивостями різних шарів та реалізацією в них ефекту ГМО.

РОЗДІЛ 2

МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТІВ

На основі аналізу літературних даних показано необхідність подальшого вивчення закономірностей формування структури, прояву концентраційних і розмірних ефектів в електрофізичних і гальваноманітних властивостях тонких плівок сплавів, а саме:

- дослідження особливостей структурного стану плівкових сплавів CoNi та FeNi на початковому етапі конденсації (острівцеві плівки);

- вивчення впливу умов конденсації (температура підкладки, швидкість конденсації, спосіб одержання) та термостабілізуючого відпалювання на кристалічну структуру, фазовий склад та параметр кристалічної ґратки плівок сплавів на основі Co, Ni та Fe у широкому інтервалі концентрацій компонент;

- вивчення впливу температурних, розмірних і концентраційних ефектів на електропровідність плівкових сплавів;

- порівняння параметрів електроперенесення плівкових сплавів в рамках різних теоретичних моделей розмірних ефектів в електропровідності;

- встановлення загальних закономірностей поведінки магнітоопору плівкових сплавів на основі Co, Ni та Fe у залежності від умов одержання, складу та товщини плівок.

Вибір сплаву CoNi був обумовлений рядом причин. По-перше, даний сплав проявляє феромагнітні властивості у всьому діапазоні концентрацій компонент. По-друге, цей сплав має відносно простий фазовий склад та необмежену розчинність компонент (за винятком невеликого діапазону концентрацій, де сплав кристалізується у двох кристалічних модифікаціях). По-третє, зміна концентрації компонент дозволяє прогнозовано змінювати його властивості. Разом з тим в літературі є лише розрізнені та несистематичні дані стосовно дослідження властивостей плівок даної системи (найчастіше дослідження стосувалися лише магнітних властивостей).

Вибір сплаву FeNi був обумовлений тим, що масивні сплави FeNi мають високу магнітну проникливість, малу коерцитивну силу (магнітно-м'які) і характеризуються значним (до 5 %) магніторезистивним ефектом. Стосовно плівок цих сплавів, то, аналогічно плівкам CoNi, в літературі відсутні дані стосовно систематичних досліджень кристалічної структури та електрофізичних властивостей плівок даної системи.

Значна увага до властивостей тонких плівок феромагнітних металів та сплавів викликана відкриттям ефекту ГМО та інтенсивними дослідженнями багат шарових систем, де спостерігається ефект ГМО. Одним з видів таких систем є три- та багат шарові плівки, де окремі феромагнітні шари з різними властивостями розділені діамагнітним прошарком. Вибір сплаву Fe₅₀Ni₅₀ при створенні тришарових плівок визначався його вище вказаними специфічними властивостями, що дозволяє створювати на його основі багат шарові спін-вентильні структури з можливістю реалізації в них ефекту ГМО.

Виходячи із завдань, нами було вибрано наступні методи дослідження:

- метод електронно-променевого випаровування та конденсації у високому вакуумі для одержання плівок;
- метод резистометрії в умовах впливу температури та магнітного поля;
- електроннографічний метод дослідження фазового складу плівок;
- електронно-мікроскопічний метод дослідження кристалічної структури плівок;
- дослідження елементного складу методами ВІМС та мікрорентгеноспектрального аналізу.

Розглянемо докладніше методики, які використовувалися при дослідженнях плівкових сплавів CoNi та FeNi.

2.1. Отримання зразків плівкових сплавів [94, 95]

Відомо [96], що для одержання тонких плівок сплавів застосовуються дві основні групи методів: 1) формування багатокомпонентних плівок на підкладці (розпилення окремих компонентів; відпалювання багат шарових структур з дифузійним перемішуванням); 2) використання масивних сплавів наперед заданого складу (випаровування скінченних наважок; вибухове випаровування; випаровування в стаціонарних умовах).

Друга група методів є достатньо перспективною з точки зору практичного застосування завдяки відносній простоті. Однак при цьому властивості плівок можуть змінюватись внаслідок фракціонування при випаровуванні та зміни хімічного та фазового складу одержаного плівкового сплаву порівняно з вихідним.

Згідно з даними фазової діаграми (рис.1.1, [14, 15]), для сплавів CoNi при температурах, близьких до температури плавлення, та у рідкому стані у всій області концентрацій спостерігається повна взаємна розчинність компонент. При цьому лінії ліквідуса та солідуса співпадають, що виключає можливість фракціонування сплаву при плавленні. В загальному випадку при випаровуванні бінарних сплавів склад плівки відрізняється від складу вихідного матеріалу внаслідок того, що один з компонентів може мати більшу швидкість випаровування. Швидкість випаровування матеріалу при температурі T визначається формулою [96]:

$$v = kp\sqrt{\frac{M}{T}} = A_1p, \quad (2.1)$$

де k – деяка стала;

p - тиск пари;

M – молекулярна маса речовини;

T – температура випаровування.

При випаровуванні сплавів у вакуумі тиск пари кожної з компонент над розплавом визначається складом сплаву і відрізняється від значень для чистих компонент. У найпростішому випадку тиск пари компоненти А при наявності компоненти В визначається законом Рауля:

$$\frac{P_A - P_{AB}}{P_A} = C_B, \quad (2.2)$$

де C_B – атомна доля компоненти В.

У роботі [96] запропоновано метод розрахунку фракціонування бінарних систем при випаровуванні скінчених наважок. Нехай в початковий момент часу у випарнику міститься бінарний сплав з масовим вмістом компонент m_{01} та m_{02} . За час dt з врахуванням виразу для швидкості випаровування (1) зменшення маси кожної з компонент складає:

$$dm_A = -kp_{0A}f_A\sqrt{\frac{\mu_A}{T}}C_A(t)dt, \quad (2.3)$$

$$dm_B = -kp_{0B}f_B\sqrt{\frac{\mu_B}{T}}C_B(t)dt, \quad (2.4)$$

де k – стала, яка залежить від вибору системи одиниць;

p_{0A}, p_{0B} – тиск насиченої пари чистих компонент А та В сплаву при температурі T ;

f_A, f_B – коефіцієнти активності компонент:

$$f_A = \frac{\alpha_A}{C_A}, \quad (2.5)$$

де $\alpha_A = \frac{P_{AB}}{P_A}$ - активність компоненти А (аналогічно для компоненти В);

$C_A(t), C_B(t)$ – атомні долі компонент;

μ_A, μ_B – їх молярні маси.

У разі виконання закону Рауля (ідеальні розплави) маємо:

$$1 - \frac{P_{AB}}{P_A} = C_B ,$$

$$\alpha_A = \frac{P_{AB}}{P_A} = 1 - C_B = C_A , \quad (2.6)$$

звідки $f_A=f_B=1$.

Згідно з даними [57], однакові тиски насиченої пари для Co та Ni досягаються при близьких температурах (наприклад, $p_{Co}=1,33$ Па при $T=1790$ К, p_{Ni} має таке ж значення при $T=1800$ К; подібна ситуація має місце і для більших величин тисків), тому можна прийняти $p_A=p_B$. Крім того, молярні маси Co і Ni близькі ($\mu_{Co}=58,9$ г/моль, $\mu_{Ni}=58,7$ г/моль), а, отже, для масових долей Co і Ni одержуємо співвідношення:

$$c_{Co} = \frac{C_{Co}\mu_{Co}}{C_{Co}(\mu_{Co} - \mu_{Ni}) + \mu_{Ni}} = \frac{58,9}{C_{Co}(58,9 - 58,7) + 58,7} C_{Co} = \frac{58,9}{58,7 + 0,2C_{Co}} C_{Co} \approx C_{Co}$$

Тоді з (2.3) та (2.4) одержимо:

$$kp_{0A}f_A\sqrt{\frac{\mu_A}{T}} \approx kp_{0B}f_B\sqrt{\frac{\mu_B}{T}} .$$

В результаті масова доля Co в одержаному сплаві становить

$$c'_{Co} = \frac{dm_{Co}}{dm_{Co} + dm_{Ni}} = \frac{C_{Co}}{C_{Co} + C_{Ni}} = C_{Co} = c_{Co} . \quad (2.7)$$

Таким чином, за умови виконання закону Рауля концентрація компонент у плівковому сплаві CoNi повинна бути такою ж, як і в масивному зразку, а плівки повинні бути гомогенними за хімічним складом.

Зважаючи на ці міркування, для одержання плівкових зразків CoNi нами було обрано метод випаровування сплавів наперед заданого складу. Разом з тим частина плівкових сплавів одержувалася одночасною конденсацією вихідних компонент (Ni та Co) при їх випаровуванні з двох незалежних електронно-променевих гармат.

Вихідним матеріалом для плівкових сплавів CoNi виступали підготовлені масивні наважки відповідного складу. Для приготування наважок використовувалися чисті метали (не гірше 99,9%). Концентрація компонент змінювалася за рахунок зміни масових співвідношень металів (відносна похибка визначення маси не гірша за 5%). Наважки виготовлялися методом плавлення вихідних матеріалів в керамічному тиглі в умовах високого вакууму з витримкою протягом 1 год при близькій до T_s температурі для гомогенізації. Втрата маси при цьому не перевищувала 1-2%.

Матеріалом для виготовлення плівок FeNi також були масивні наважки сплаву, відомого як пермалой 50Н (склад: 49,5-50,0% Ni, <1% домішок (Si, Mn), решта Fe [17]).

Система FeNi, згідно з даними [97], практично ідеально підлягає закону Рауля. Для неї також характерна повна взаємна розчинність компонент у твердому стані при високих температурах та у рідкому стані (рис. 1.2). При цьому для заліза температура, при якій тиск його насиченої пари стає рівним тиску насиченої пари нікелю, менша від температури нікеля приблизно на 50 К [57]. Оцінка показує, що швидкість випаровування заліза за таких умов виявляється суттєво більшою у порівнянні з нікелем. Таким чином, при випаровуванні готових сплавів можливим є фракціонування складу плівок (зміна складу з товщиною), причому в початкові моменти випаровування плівки будуть збагачені залізом. Такі висновки підтверджуються даними роботи [96].

Для конденсації тонких плівок сплавів нами використовувалася стандартна вакуумна установка ВУП-5М виробництва Сумського ВАТ "Selmi" (тиск залишкової атмосфери у процесі отримання зразків складав 10^{-3} - 10^{-4} Па).

Плівки отримували методом електронно-променевого випаровування за допомогою електронної гармати діодного типу, схема якої представлена на рис. 2.1. Основними складовими частинами її є анодний та катодний вузол, з'єднані з допомогою керамічних пластин-ізоляторів. Висока напруга на анод гармати (до 3 кВ) подавалася від переполюсованного блоку живлення БП-100.

Нагрівання анода до температури випаровування відбувалося при його бомбардуванні незфокусованим пучком електронів, що вириваються з катода (вольфрамовий дріт діаметром 0,3 мм) при розігріві його струмом.

Осадження плівок здійснювалося на підкладки за кімнатної температури (300 К). Швидкість конденсації, яка визначалася за часом осадження і товщиною зразка, в процесі конденсації підтримувалася приблизно сталою і складала (0,5-1,5) нм/с у залежності від режиму випаровування. Конденсація плівкових зразків здійснювалась без прикладання орієнтуючого магнітного поля (не враховуючи магнітного поля Землі).

Конструкція підкладкотримача (рис. 2.2) дозволяла отримувати за один технологічний цикл напилення чотири плівкові зразки (2, рис 2.2) однакового складу з різною товщиною. Геометричні розміри зразків задавалися виготовленими з високою точністю з ніхромової фольги спеціальними масками з отворами потрібної форми і розмірів.

В залежності від виду досліджень нами використовувалися два типи підкладок. Зразки для дослідження електропровідності та магнітоопору осаджувалися на підкладки з полірованого оптичного скла. Попередньо на ці підкладки були нанесені мідні контактні площадки (1, рис. 2.2) з підшаром хрому для покращення адгезії до скла. Для структурних досліджень як підкладки використовувалися монокристали КВг з вуглецевими плівками (4). Крім цього, на підкладкотримачі були закріплені скляні пластинки-"свідки" (3) для вимірювання товщини. Обробка підкладок проводилася за описаною в літературі [57] методикою, яка включала хімічне очищення з наступним кип'ятінням у дистильованій воді і просушуванням, а також дегазацію нагріванням до 600 К протягом 30 хв у вакуумній камері.

Товщина плівок вимірювалася за допомогою мікроінтерферометра МП-4 з лазерним джерелом світла (мініатюрний напівпровідниковий лазер, $\lambda=647$ нм). Інтерференційна картина фіксувалася за допомогою цифрової фотокамери з передачею даних до комп'ютера. На рис. 2.3, в якості ілюстрації, представлена типова інтерференційна картина від плівкового зразка з

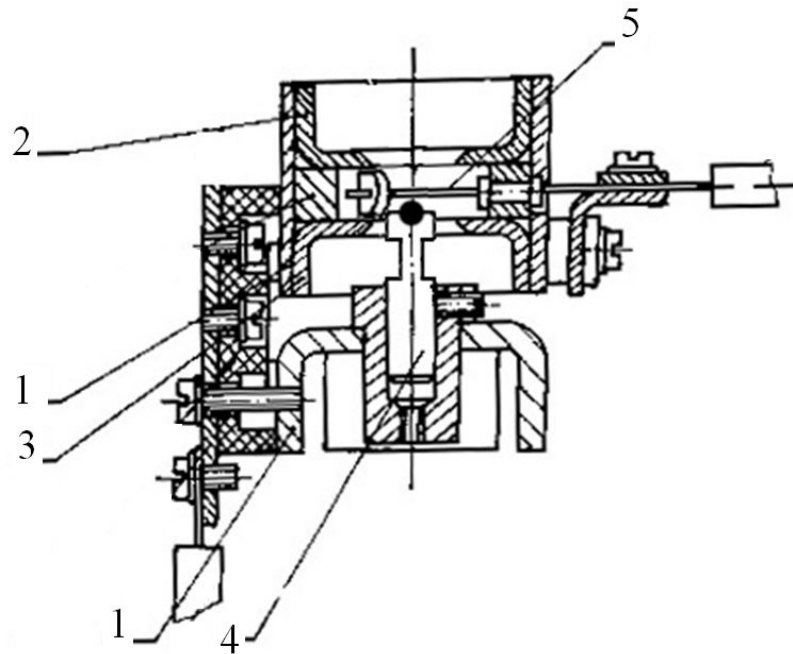


Рис. 2.1. Схема електронно-променевої гармати діодного типу [98]:

- 1 – корпус;
- 2, 3 – екран;
- 4 – анод;
- 5 – катод.

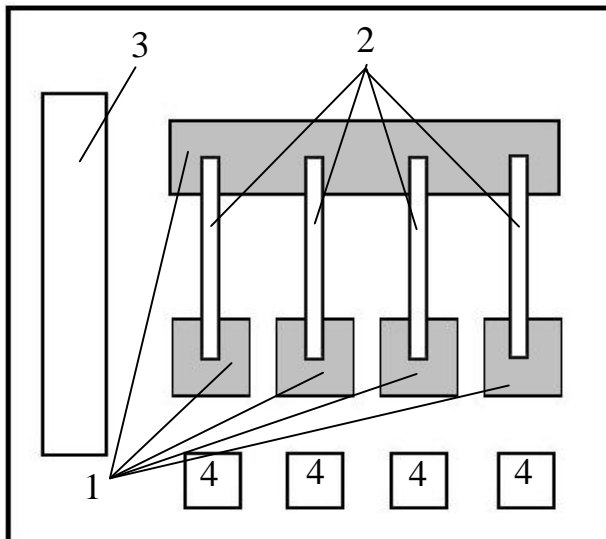


Рис. 2.2. Схема підкладкотримача:

- 1 – контактні площадки;
- 2 – плівкові зразки;
- 3 – скельце-"свідок";
- 4 – монокристали KBr з вуглецевими плівками

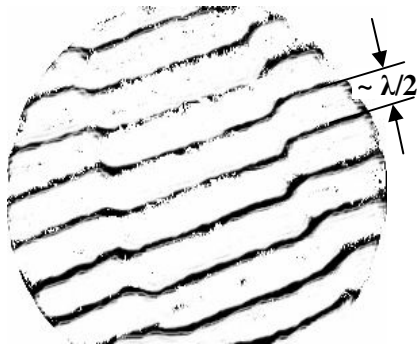


Рис. 2.3. Інтерференційна картина для розрахунку товщини плівки

умовами осадження (рис. 2.4) конденсувалася плівка найбільшої товщини. У цьому випадку для визначення товщини плівок використовувався також розрахунковий метод. Товщину плівки, осадженої в точці М (рис. 2.4), у випадку випаровувача В з малою площею поверхні можна розрахувати за співвідношенням [57]:

$$d = d_0 \left[1 + \left(\frac{l}{h} \right)^2 \right]^{-2} \quad (2.8)$$

де d_0 – товщина плівки-"свідка" в точці, що знаходиться над випарником;

l – відстань від середини "свідка" до точки М;

h – відстань від площини випарника до площини підкладки.

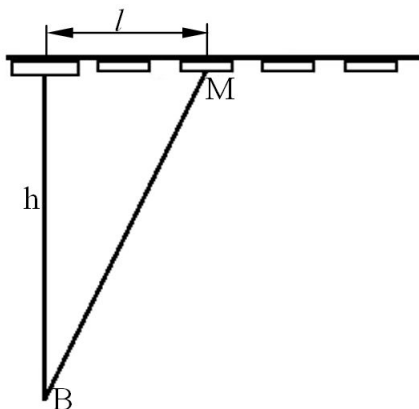


Рис. 2.4. Геометрія системи «підкладка-випаровувач» для розрахунку товщини плівок

товщиною $d = 85$ нм. При такому способі вимірювань вдається зменшити похибку вимірювання товщини, особливо в області товщин $d < 50$ нм. Додаткового зменшення похибки можна досягти за рахунок того, що товщина визначалася за скляними пластинками-

"свідками", на яких за геометричними

Похибка вимірювання складає 5-10% для товщин (50-200) нм і 10-15% для товщини $d < 50$ нм. Для надтонких ($d < 15$ нм) плівок нами застосовувалось також зіставлення даних інтерферометричних вимірювань та мікрофотометричних досліджень на основі екстрапольованої градууювальної кривої, побудованої за даними для більш товстих плівок. При цьому під товщиною плівки d прийнято

розуміти вагову товщину плівки, оскільки в даному випадку можна говорити лише про ефективну (приведену) товщину плівки [99].

2.2. Методика дослідження електропровідності плівок сплавів

Плівкові зразки для дослідження електропровідності конденсувалися на скляні підкладки при кімнатній температурі. Геометричні розміри плівки прямокутної форми задавалися спеціальними масками, виготовленими з високою точністю (довжина $a=9\pm 0,05$ мм, ширина $b=2\pm 0,05$ мм). Маски були закріплені на підкладкотримачі у фіксованому положенні і щільно прилягали до поверхні скляної пластини-підкладки, що давало змогу одержати зразки однакових розмірів. На поверхню маски, яка прилягала до підкладки, було нанесено діелектричну плівку, яка запобігала закороченню контактів маскою. Це дозволяло контролювати опір плівок безпосередньо в процесі осадження.

Товщина контактів була суттєво більшою за товщину зразків ($d_k=150-200$ нм), що в поєднанні з малим питомим опором їх матеріалу (Cu) зменшувало вплив контактів при вимірюваннях опору. На рис. 2.5 представлені знімки, одержані за допомогою растрового електронного мікроскопа РЕМ-102, на яких зображене місце накладання плівки CoNi на контактну площадку. З рисунка видно, що місце контакту досить однорідне і при накладанні досліджуваної

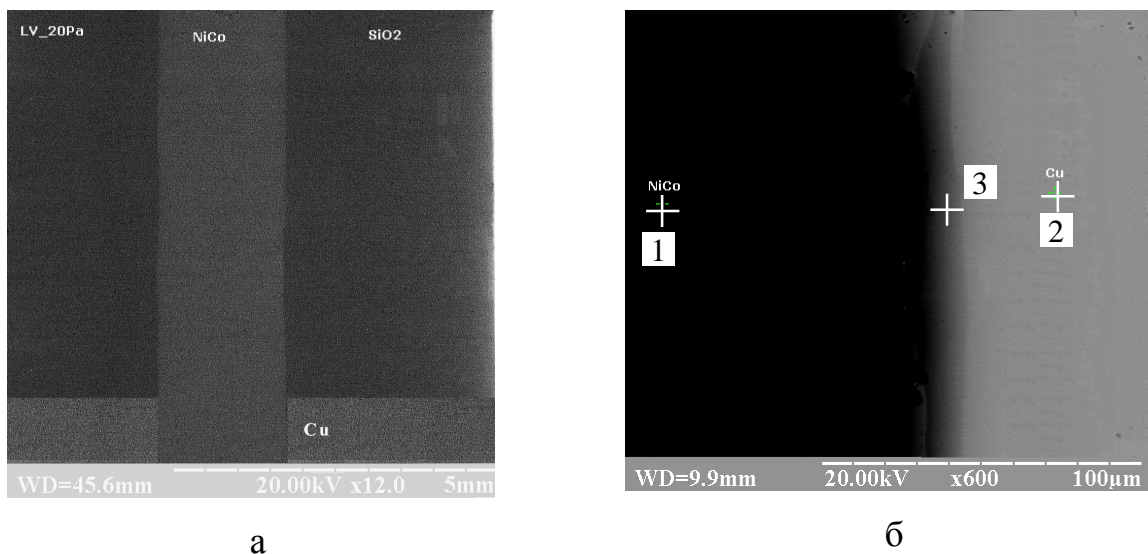
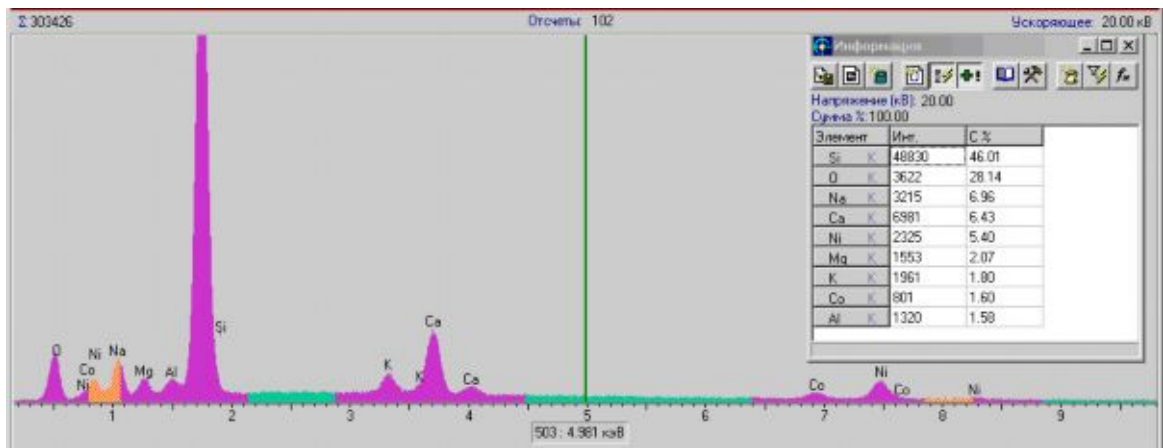


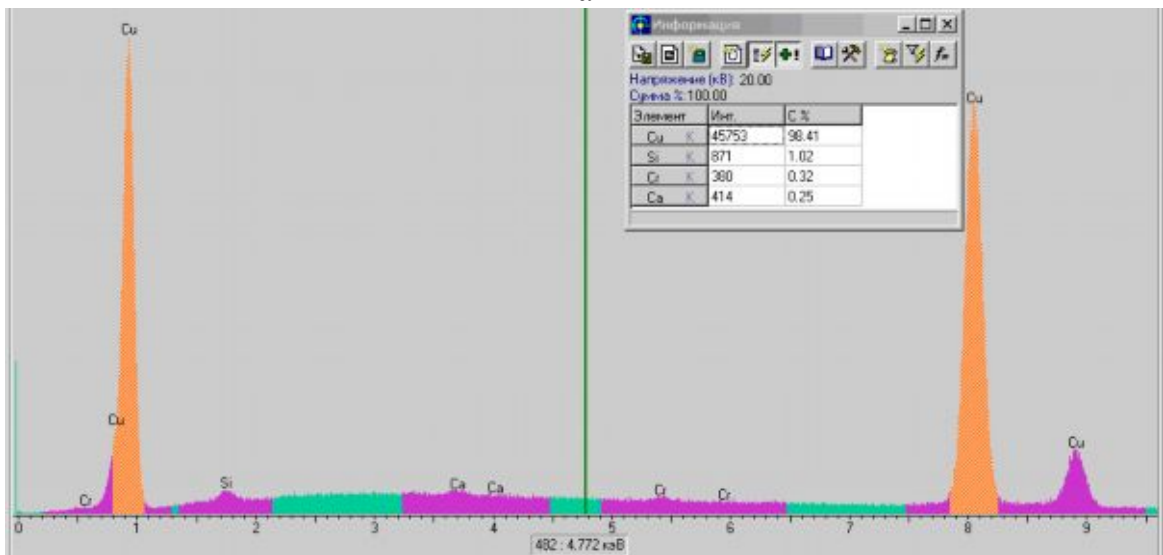
Рис. 2.5. Електронномікроскопічні знімки плівки (а) та перехідної області (б)

плівки (ліва частина рис. 2.5 б) на мідний контакт (права частина рис. 2.5 б) утворюється бездефектна (у механічному відношенні) перехідна область. На рис. 2.6 а-в приведено також одержані з допомогою рентгенівського мікроаналізатора характеристичні рентгенівські спектри від позначених на рис. 2.5 б областей, за якими можна визначити їх елементний склад. Аналіз характеристичних рентгенівських спектрів показує, що в області плівки CoNi на скляній підкладці (рис.2.6 а) присутні тільки лінії матеріалу підкладки (ліва частина спектру) та матеріалу плівки (права частина спектру). В області мідної площадки (рис.2.6 б) – лінії міді, а в області накладання плівки і контактної площадки (рис. 2.6 в) присутні лінії як матеріалу плівки, так і контактної площадки та підкладки. Ніяких інших домішок за даними мікрорентгеноспектрального аналізу не спостерігається.

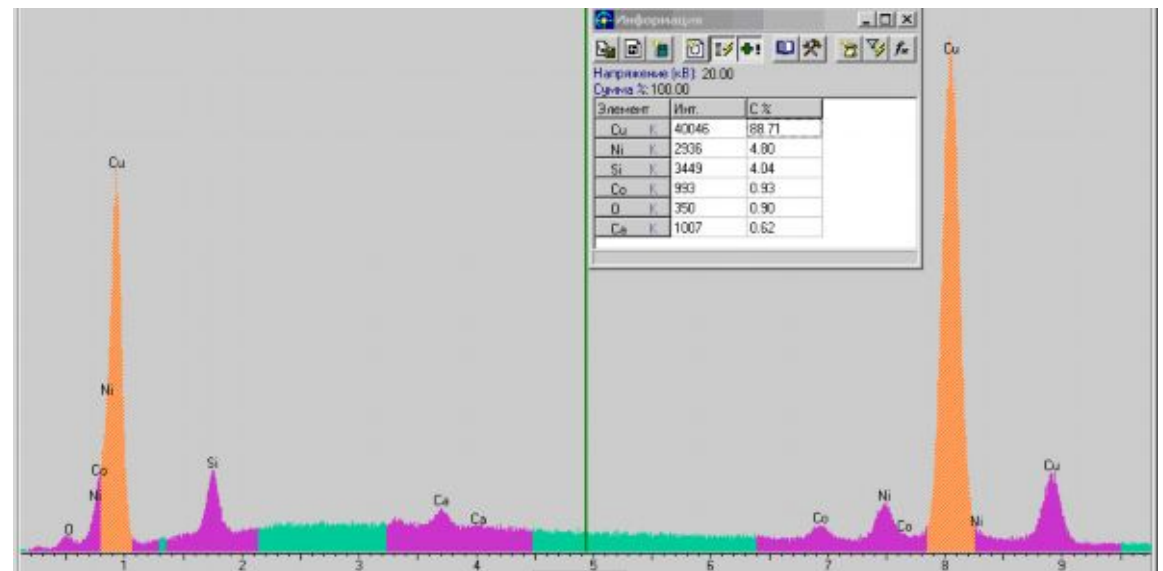
Опір зразків у процесі конденсації та при термостабілізаційному відпалюванні визначався за допомогою цифрового вольтметра В7-23 з точністю 0,01 Ом (для плівок з опором понад 100 Ом – 0,1 Ом). Вимірювання опору в процесі конденсації дозволяло проводити попередню оцінку товщини плівок. Після одержання плівки витримувалися при температурі підкладки 30 хв. Подальша термостабілізація зразків здійснювалася під час відпалювання за схемою "нагрівання – витримка при максимальній температурі – охолодження" протягом 3 циклів в інтервалі 300-700 К у вакуумній установці ВУП-5М. Підкладка зі зразками закріплювалася на масивній мідній пластині і мала з нею хороший тепловий контакт. Як нагрівальні елементи використовувалися лампи КГМ, що зменшувало газовиділення від підкладкотримача з нагрівником під час термообробки. Швидкість нагрівання становила 3-5 К/хв. Температура в процесі відпалювання контролювалася диференціальною хромель-алюмелевою термопарою (похибка вимірювання температури не перевищувала 5 К). Термообробка протягом трьох циклів дозволяла одержати стабільні за властивостями плівки, зокрема, температурна залежність електричного опору відтворювалася в другому, третьому та подальших циклах з високою точністю.



а



б



в

Рис. 2.6. Характеристичні рентгенівські спектри від областей: а – плівка CoNi на скляній підкладці (поз.1 на рис. 2.5 б); б – мідна контактна площадка (поз.2); в – плівка CoNi на мідній контактній площадці (поз.3)

З метою визначення впливу на властивості плівок технологічних умов відпалювання частина зразків проходила термообробку в робочому об'ємі надвисоковакуумної установки (тиск газів залишкової атмосфери 10^{-6} Па) (рис. 2.9, 2.10). Зокрема, в умовах надвисокого вакууму здійснювалася термообробка надтонких ($d < 15$ нм) плівок. Ця установка давала також змогу досліджувати температурну залежність магнітоопору плівок.

Питомий опір плівки розраховувався за відомими геометричними розмірами зразків (довжиною a , шириною b та товщиною d) та опором R на основі співвідношення: $\rho = R \frac{ad}{b}$. Похибка розрахунку питомого опору в першу чергу визначалася похибкою визначення товщини і складала 5-10% для плівок товщиною понад 50 нм та 10-15% для тонших плівок.

За одержаними в процесі термообробки залежностями $R(T)$ проводився розрахунок температурного коефіцієнта опору (ТКО), виходячи з відомого співвідношення $\beta = \frac{1}{R} \frac{\Delta R}{\Delta T}$. Оскільки в формулу для визначення ТКО геометричні розміри плівки (зокрема, товщина) не входять, то точність визначення ТКО була вища, ніж для питомого опору, та визначалася похибками вимірювання опору та температури.

2.3. Методика вивчення спектру дефектів кристалічної структури

В процесі першого циклу термообробки для більшості металевих плівок спостерігається необоротна зміна питомого опору [57]. Вона пов'язується з великою кількістю структурних дефектів, які є причиною порушення рівноважного стану структури і в процесі термообробки або старіння повинні зникати. Необоротне зменшення опору плівок у процесі відпалювання або старіння, згідно роботи Венда [100], пов'язане із заліковуванням цих структурних дефектів. За Вендом, всі дефекти кристалічної структури, що виникають у процесі конденсації, поділяються на три групи: різноманітні вакансії, пори; міжвузловинні атоми; комбіновані дефекти з вакансій і

міжвузловинних атомів. При низьких температурах відпалювання в першу чергу рекомбінують дефекти третьої групи, оскільки для цього не потрібна дифузія атомів на значні відстані. Для початку процесу рекомбінації необхідно надати атому деяку енергію E_m , величина якої лежить в межах від нуля до енергії активації дифузії чи самодифузії атомів матеріалу плівки.

Якщо $r(E)$ - внесок у залишковий опір, обумовлений утворенням одного дефекту в одиниці об'єму, то повний питомий опір, обумовлений наявністю дефектів, можна записати [57] у вигляді:

$$\rho = \int_{(E)} r(E) N(E, t) dE, \quad (2.9)$$

де t - час відпалювання, необхідний для досягнення температури T , при якій вимірюється ρ ;

$N(E, t)$ - кількість дефектів на одиницю об'єму з енергією заліковування від E до $E + \Delta E$.

Величина $N(E, t)$ знаходиться із співвідношення:

$$\frac{dN(E, t)}{dt} = -c N(E, t) \exp\left(-\frac{E}{kT}\right), \quad (2.10)$$

де k - стала Больцмана,

$$c = \frac{4 \omega_{\max} n}{2\pi};$$

n - число атомів, що утворюють дефект (приймається рівним 10);

$\omega_{\max} = \frac{k \Theta_D}{\hbar}$ - максимальна частота теплових коливань атомів кристалічної

решітки;

Θ_D - температура Дебая.

За величинами $r(E)$ та $N(E, t)$ може бути визначена функція розподілу дефектів $F_0(E) = r(E)N(E, t)$, яка пов'язана з питомим опором плівки співвідношенням:

$$F_0(E) = -\frac{1}{kU} \frac{\partial \rho}{\partial T}, \quad (2.11)$$

де $\frac{\partial \rho}{\partial T}$ - нахил кривої залежності питомого опору від температури при нагріванні з сталою швидкістю;

$$U = \frac{n(u+2)}{u+1};$$

$$E = ukT.$$

Величина u є коренем рівняння:

$$u + \lg u = \lg \frac{4nt \omega_{\max}}{2\pi}. \quad (2.12)$$

Для знаходження величини $\frac{\partial \rho}{\partial T}$ потрібно внести поправку, яка враховує звичайну зміну опору з температурою. Тоді

$$\frac{\partial \rho}{\partial T} = \frac{\partial \rho_1}{\partial T} - \frac{\partial \rho_2}{\partial T}, \quad (2.13)$$

де $\frac{\partial \rho_1}{\partial T}$ и $\frac{\partial \rho_2}{\partial T}$ - зміна питомого опору плівки в першому і другому циклі відпалювання.

Побудувавши залежність $F_0(E)$, отримаємо енергетичний спектр дефектів, які обумовлюють деформації в тонкій плівці. Ця залежність має вигляд кривої з одним або декількома максимумами, які відповідають дефектам з різними

енергіям активації заліковування E_m . Площа під кривою $\int_{E_1}^{E_2} r(E)N(E,t)dE$

дозволяє визначити внесок у повний електричний опір тих дефектів, які заліковуються у діапазоні енергій від E_1 до E_2 .

2.4. Методика дослідження фазового складу і кристалічної структури плівкових зразків [101]

Вивчення кристалічної структури та фазового складу плівок здійснювалися електронно-мікроскопічними (за допомогою просвічуючого електронного мікроскопу EM-125) та електроннографічними (за допомогою електроннографа на базі електронного мікроскопа УЕМВ-100К) методами. При цьому використовувалися плівки, одержані одночасно з досліджуваними зразками на сколах KBr. Для усунення орієнтуючого впливу монокристалічної підкладки та моделювання умов осадження на аморфні підкладки (скло), на сколи попередньо були нанесені тонкі вуглецеві плівки-підкладки. Для досліджень використовувалися як невідпалені плівки, так і плівки, що пройшли аналогічну зразкам термообробку. Об'єкти для електронномікроскопічних та електроннографічних досліджень готувалися шляхом розчинення підкладки (KBr) у дистильованій воді і вилову вільної плівки на опорні сітки.

Кожна з наявних в зразку фаз має власну кристалічну решітку, яку можна охарактеризувати певним набором міжплощинних відстаней. Для дослідження фазового складу зразків проводилося визначення міжплощинних відстаней за електроннограмами, з подальшим виділенням ліній кожної з фаз, визначенням індексів інтерференції кожної лінії та розрахунком параметрів решітки.

Для визначення міжплощинних відстаней здійснювалося вимірювання діаметрів дифракційних кілець у двох взаємно перпендикулярних напрямках з допомогою компаратора ІЗА-2. Розрахунок проводився з використанням електроннограм еталона (полікристалічна плівка Al, товщина 30-40 нм) за формулою [102]:

$$d_{hkl} = \frac{d_{hkl}^0 D^0}{D} = \frac{C}{D}, \quad (2.14)$$

де d_{hkl}^0 – табличні значення міжплощинних відстаней еталону;

D^0 – діаметр дифракційного кільця еталону;

D – діаметр дифракційного кільця досліджуваного матеріалу,

$C = d_{hkl}^0 D^0$ - стала приладу.

Таблиця 2.1 Приклад розрахунку сталої
Розрахунок сталої приладу за приладу приведено в табл.2.1.
електронограмою еталона (Al) Параметри решітки визначалися

№ лінії	$D_{\text{сер}},$ мм	hkl	d, нм	C, нм·мм
1	25,3	111	0,2338	5,915
2	29,45	200	0,2025	5,964
3	41,2	220	0,1432	5,900
4	48,1	311	0,1221	5,873

$C_{\text{cp}}=5,913$ нм·мм

за відомими квадратичними формами [102], зокрема, для кубічної

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (2.15)$$

та гексагональної сингоній

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3a^2}(h^2 + hk + k^2) + \frac{l^2}{c^2}, \quad (2.16)$$

де a, c – параметри решітки;

h, k, l – індекси Міллера площини.

Для одержання інформації про розміри і форму кристалітів проводили статистичну обробку даних мікрознімків кристалічної структури плівкових зразків, з яких визначалася величина окремих зерен L_i . Одержані значення використовувалися для побудови згрупованого розподілу частот та гістограми у вигляді залежності $N=f(L)$. Для визначення середнього розміру кристалітів використовували формулу:

$$\tilde{L} = \frac{\sum_k N_k L_k}{\sum_k N_k} \quad (2.17)$$

де N_k та L_k – відповідно кількість та середнє значення розміру кристалітів для k -го інтервала.

Для визначення розмірів областей когерентного розсіювання (ОКР) в напрямку нормалі до поверхні плівки використовувався метод аналізу профілів

дифракційних ліній на електронограмах, аналогічний методу, який застосовується в рентгеноструктурному аналізі при дифракції рентгенівського випромінювання в масивних матеріалах [102].

2.5. Методика дослідження елементного складу плівкових зразків

2.5.1. Метод рентгеноспектрального мікроаналізу. Для перевірки припущення про відповідність складу вихідного масивного сплаву та одержаного плівкового сплаву було проведено дослідження елементного складу наважок вихідних сплавів та тонких плівок сплавів CoNi та FeNi, здійснене з допомогою рентгенівського мікроаналізатора, встановленого на растровому електронному мікроскопі PEM-103-01. Даний метод ґрунтується на визначенні інтенсивностей та довжин хвиль ліній характеристичного рентгенівського випромінювання, збудженого в результаті бомбардування зразка швидкими електронами з енергією до 100 кеВ [103]. В даному випадку для аналізу хімічного складу зразка використовувався спектрометр з дисперсією по енергії (ЕДС), блок-схема якого представлена на рис. 2.7.

Характеристичне рентгенівське випромінювання, яке генерується в зразку в результаті взаємодії його із пучком електронів з енергією 20-100 кеВ, направляється через берилієве вікно (1) в криостат (4) на твердотільний напівпровідниковий детектор (2), виготовлений з легованого літієм кремнію. Для зменшення власних шумів детектора він охолоджується в криостаті до температури рідкого азоту $T=77$ К. В детекторі під дією поглинутих

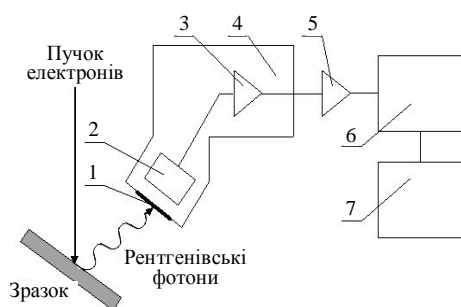


Рис. 2.7. Блок-схема ЕДС [103]

рентгенівських квантів генеруються фотоелектрони з різною енергією. Більшу частину своєї енергії фотоелектрони витрачають на утворення пар електрон-дірка, які, в свою чергу, розділяються прикладеною напругою і формують імпульс заряду, що створює імпульс напруги в попередньому підсилювачі (3). Слабкий сигнал

після попереднього підсилювача підсилюється та остаточно формується кінцевим підсилювачем (5) і поступає в багатоканальний аналізатор (6), де відбувається розділення імпульсів у залежності від їх амплітуди. Обробка розділених імпульсів проводиться за допомогою програмного забезпечення комп'ютера 7 і виводиться на екран монітора у вигляді спектра – залежності кількості імпульсів від енергії рентгенівських квантів [103, 104].

Оскільки кількість речовини в плівкових зразках товщиною до 100 нм надзвичайно мала, то для збільшення інтенсивності ліній характеристичного рентгенівського випромінювання від таких зразків нами використовувалося сканування електронним променем мікроскопа ділянки плівки розміром 300×300 мкм². Це дозволяло одержувати, в деякій мірі, інтегровані дані про хімічний склад плівки, не перегріваючи її (не вносячи радіаційних пошкоджень). Для масивних зразків та товстих плівок розмір електронного зонда зменшувався до 1 мкм².

Точність рентгенівського мікроаналізу елементного складу речовини визначається рядом чинників (струм пучка електронного зонду, прискорююча напруга (енергія електронів), вибір еталону тощо), внаслідок чого є необхідність у введенні поправок, що враховують відмінності в розсіянні електронів, генерації рентгенівського випромінювання та емісії рентгенівських променів для зразка і еталону. Більшість існуючих методик внесення поправок (метод «матричних» поправок або ZAF-корекції, емпіричний метод та ін.) можуть бути застосовані лише для аналізу складу масивних зразків. Хоча теоретичні основи дослідження кількісного складу плівкового зразка методом рентгеноспектрального аналізу базуються на тих же модельних уявленнях про взаємодію електронів з речовиною, що і для масивних зразків, для плівок слід враховувати ряд особливостей, пов'язаних з відмінністю процесів утворення, поглинання та проходження рентгенівського випромінювання у зразках обмеженої товщини.

Один з методів, які використовуються при аналізі хімічного складу тонких плівок, базується на порівнянні інтенсивностей випромінювання

певного елемента в зразку та масивному еталоні з цього елемента [104]. Для визначення масової концентрації C_A застосовують співвідношення:

$$\frac{I}{I_0} = \frac{QS}{C_A R} Dd, \quad (2.18)$$

де I та I_0 – інтенсивності характеристичних ліній для зразка та еталону відповідно;

R – фактор зворотного розсіювання, який враховує зменшення інтенсивності внаслідок виходу частини електронів з мішені через малу товщину зразка;

S – гальмівний фактор, що враховує втрати енергії електронів при їх взаємодії з атомами мішені;

Q – поперечний переріз іонізації атомів речовини;

D – густина зразка;

d – товщина зразка.

Очевидно, що оцінка масової товщини Dd плівкового зразка є джерелом суттєвих похибок, внаслідок чого застосування масивних еталонів при проведенні рентгеноспектрального аналізу плівок обмежене.

Більш ефективним є метод з використанням в якості еталону тонкої плівки відомого складу (зокрема, плівки чистого елемента). Тоді відношення інтенсивностей зразка та еталона може бути записане у вигляді:

$$\frac{I}{I_{\text{ет}}} = \frac{C_A Dd}{C_{\text{ет}} D_{\text{ет}} d_{\text{ет}}}, \quad (2.19)$$

У разі близьких значень густини компонент співвідношення із (2.19) одержимо:

$$C_A = C_{\text{ет}} \frac{I d_{\text{ет}}}{I_{\text{ет}} d}. \quad (2.20)$$

При проведенні кількісного аналізу плівкових сплавів CoNi та FeNi як еталон використовувалися тонкі плівки чистого Ni ($C_{\text{ет}}=1$), що дало можливість

розрахувати концентрацію нікелю в зразках за допомогою співвідношення (2.13). Враховуючи, що плівки сплавів є бінарними, концентрація другого компонента може бути знайдена як $C_B = 1 - C_A$.

2.5.2. Дослідження складу плівок методом вторинної іонної мас-спектрометрії [105, 106]. Метод рентгенівського мікроаналізу дає інформацію про локальний хімічний склад приповерхневого шару чи про інтегральний склад цього шару у випадку сканування пучком деякої площі. Однак він не придатний для одержання даних про розподіл елементів за глибиною плівки. Для отримання інформації про гомогенність складу плівкових зразків сплавів з глибиною нами було використано метод вторинно-іонної мас-спектрометрії (ВІМС), який є одним з найбільш чутливих сучасних методів дослідження поверхонь і тонких плівок.

Дослідження проводилися за допомогою вторинно-іонного мас-спектрометра MS-7201 M, принципова схема якого представлена на рис. 2.8.

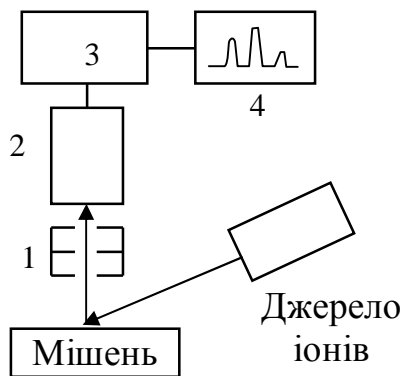


Рис. 2.8. Схематичне зображення приладу MS-7201 M

Вторинні позитивні іони, вибиті первинним пучком аргону з мішені (досліджуваний зразок), фокусуються системою електростатичних лінз (1) у вузький пучок і потрапляють в монопольний мас-аналізатор (2), де відбувається їх розділення залежно від відношення маси іона m до його заряду q . Іони з однаковим відношенням $M=m/q$ приводять до виникнення в системі реєстрації ((3) - вторинний електронний помножувач) іонного струму [107]

$$J_A^+ = h_A S_A^+ J_{II}, \quad (2.21)$$

де J_A^+ – іонний струм ізотопу елемента А;

h_A – ефективність реєстрації іонів цього ізотопу;

S_A^+ – коефіцієнт вторинної іонної емісії елемента А в матриці зразка;

J_{II} – струм первинного пучка іонів, що падає на зразок.

Підсилені іонні струми реєструються самописним потенціометром (4) у вигляді мас-спектра на діаграмній стрічці.

При дослідженні елементного складу плівок сплавів методом ВІМС нами використовувалися плівки на підкладках з ситалу та скла. Розшифрування мас-спектрів вторинних іонів, отриманих при бомбардуванні зразків первинними іонами Ar^+ з енергією 3 кеВ, проводилася згідно методики, описаної в [104]. Спочатку визначаються всі наявні піки та відповідні їм значення масового числа $M = m/q$ та проводиться ідентифікація піків: виділяються піки одноатомних іонів та їх ізотопів, молекулярних іонів та фрагментів молекул (якісний аналіз). В подальшому складається список ідентифікованих елементів та сполук та інтенсивності їх мас-спектрометричних піків.

При проведенні кількісного аналізу методом ВІМС слід враховувати, що коефіцієнти виходу з мішені вторинних іонів визначаються рядом факторів, зокрема, станом її поверхні, хімічною природою та кристалічною структурою матриці та ін. Тому частіше для визначення концентрації складових компонент користуються еталоном, який, повинен мати близький до зразка хімічний склад та структуру. При цьому атомний вміст C_A компонента А можна визначити за співвідношенням:

$$C_A^+ = \frac{J_A^+}{J_{ет}^+} C_{ет}^+ = \gamma C_{ет}^+ \quad (2.22)$$

де J_A^+ – інтенсивність (величина) мас-спектрометричного піка компонента А;

$J_{ет}^+$ – інтенсивність (величина) мас-спектрометричного піка компонента еталона;

$C_{ет}$ – атомний вміст компоненти в еталоні.

2.6. Дослідження магніторезистивних властивостей плівкових зразків

2.6.1. Методика дослідження магнітоопору [101]. Частина експериментів з термостабілізації фізичних властивостей надтонких плівок та дослідження температурної залежності магнітоопору проводилися у вакуумній установці (рис. 2.9), конструкція якої дозволяла відпалювати плівкові зразки в умовах надвисокого безмасляного вакууму (10^{-6} - 10^{-7} Па). Установа складається з робочої камери (4) з діамагнітної нержавіючої сталі Х18Н10Т, яка розташована між полюсами електромагніта (5), за допомогою якого в міжполюсному зазорі створюється однорідне магнітне поле з напруженістю H до 100 кА/м (1200 Ое). Плівкові зразки (10) на скляних підкладках закріплювалися на плоскому дні тонкостінної ємності (8) з нержавіючої сталі, у яку міг заливатися рідкий азот. Таким чином, дно ємності слугувало підкладкотримачем. Ємність була приварена до зйомного фланця (2) робочого об'єму. На цьому фланці розташовувалися всі необхідні для проведення експериментів струмовводи. Конструкція установки давала змогу, повертаючи електромагніт навколо вертикальної осі, змінювати напрямок магнітного поля відносно напрямку електричного струму у досліджуваних зразках.

За допомогою ніхромового нагрівника підкладкотримач міг нагріватись, а, отже, така конструкція дозволяла поводити експерименти в діапазоні температур 150-700 К. Температура зразків контролювалася мідь-константановою термопарою з похибкою ± 5 К.

Установа давала змогу досліджувати ефект зміни електричного опору зразків під впливом зовнішнього магнітного поля (магніторезистивний ефект). Встановлюючи напрям магнітного поля уздовж напрямку протікання електричного струму можна було проводити вимірювання при повздовжній або поперечній геометрії.

Частина експериментів з дослідження магнітоопору (при атмосферному тиску) виконувалася із застосуванням соленоїда. Магнітне поле регулювалося за рахунок зміни струму в його обмотці. Індукція поля визначалася за

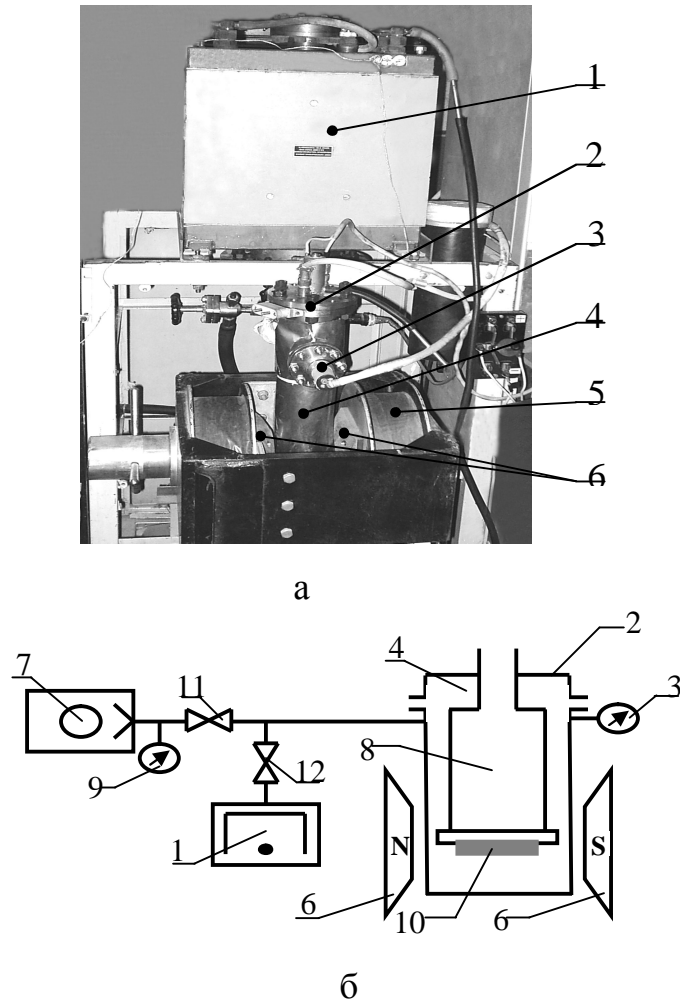


Рис. 2.9. Зовнішній вигляд (а) та принципова схема (б) вакуумної установки для відпалювання зразків і дослідження магніторезистивного ефекту.

- 1 – магніторозрядний насос НМДО-0,25;
- 2 – зйомний фланець з струмовводами;
- 3 – манометричний перетворювач ПММ-32;
- 4 – робоча камера;
- 5 – електромагніт;
- 6 – полюсні наконечники електромагніту
- 7 – механічний насос;
- 8 – ємність для рідкого азоту;
- 9 – манометричний перетворювач ПМТ-2;
- 10 – зразки;
- 11, 12 – запірні вентиля ДУ-6 і ДУ-40.

градуовальною кривою $B=f(I)$, побудованою за допомогою вимірювача магнітної індукції Ш1-1 і змінювалася в межах від 0 до 150 мТл.

Для оцінки величини магнітоопору нами використовувалося співвідношення (1.11), яке найчастіше застосовують при розрахунках величини МО. Оскільки при вимірюванні магнітоопору використовується безпосередньо величина електроопору зразка, а не величина питомого опору, то похибка вимірювань магнітоопору не перевищувала 0,02%.

Величина повздовжнього і поперечного магнітоопору виражалася в процентному відношенні, як це загальноприйнято. Вимірювання магнітоопору проводилися при кімнатній температурі, а також в інтервалі температур 150-700 К (дослідження температурної залежності магнітоопору).

2.6.2. Експериментальна установка для спостереження доменної структури плівок з одночасним вимірюванням їх магнітоопору [101].

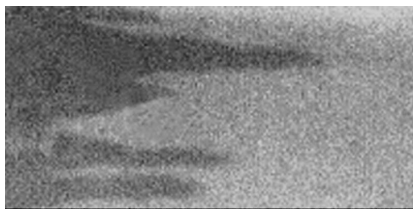


Рис.2.10. Доменна структура плівки сплаву $Fe_{50}Ni_{50}$

Для вивчення впливу на величину і поведінку магнітоопору плівкових сплавів доменної структури плівок (рис. 2.10) була створена установка для візуального спостереження змін доменної структури плівок з одночасним вимірюванням їх магнітоопору. В основу роботи установки покладений ефект Керра. Ефект Керра полягає у тому, що при відбиванні плоскополяризованого світла від феромагнітного дзеркала (феромагнітної плівки) відбувається поворот площини його поляризації на деякий кут $\varphi = kJd$, де k – стала Кундта, J – намагніченість речовини, d – товщина дзеркального покриття, на яке падає поляризоване світло (товщина плівки). Це явище дістало назву магнітооптичного ефекту Керра. Напряму повороту площини поляризації залежить від напряму намагніченості феромагнітної плівки (\vec{J}), що дозволяє використовувати цей ефект для спостереження доменної структури феромагнітних зразків [72, 108]. Перевагою

цього методу є те, що він не впливає на процеси перемагнічування та структуру доменних границь.

Принципова схема експериментальної установки для спостереження доменної структури тонких феромагнітних плівок та вимірювання їх магнітоопору наведена на рис. 2.11.

Пучок світла з джерела (1) падає на досліджувану феромагнітну плівку (4) під кутом, близьким до 45° . Величина світлового потоку регулюється за допомогою діафрагми (2). Після діафрагми світловий пучок проходить через поляризатор (3). Обертаючи поляризатор навколо своєї осі, можна змінювати площину поляризації падаючого світла. Відбите від поверхні плівки (4) світло є еліптично поляризованим. Воно проходить через аналізатор (5), який конструктивно вмонтований в оправу об'єктива мікроскопа (6). Отримана світлова картина може спостерігатися візуально через окуляр мікроскопа або фотографується за допомогою цифрової відеокамери (фотоапарата) (7).

На рис. 2.12 поданий зовнішній вигляд експериментальної установки. Джерелом світла є потужна електрична лампа діaproектора (1). Діафрагма (2) та поляризатор (3) установлені на оптичній лаві. Плівковий зразок (4) розташований у магнітній системі (5), розміщеній на оптичному столі мікроскопа. Перед об'єктивом мікроскопа розташований аналізатор (6). Світлова картина спостерігається або фотографується через окуляри мікроскопа МБС-10 (7).

Плівковий зразок розташовується у магнітній системі (рис. 2.13), утвореній двома кільцями Гельмгольца (1), які формують у площині зразка однорідне магнітне поле. Зразок (3) закріплений так, що його вісь легкого намагнічення лежить у площині падіння світла (схема розташування плівкового зразка в магнітному полі зображена на рис. 2.13 б). Магнітна система закріплена на столику Федорова (2), що дає змогу орієнтувати її в просторі для юстування. Величина напруженості магнітного поля H , створюваного кільцями Гельмгольца, змінюється в межах від 0 до 5 кА/м зміною сили струму через кільця, які живляться від випрямляча ВС-24.

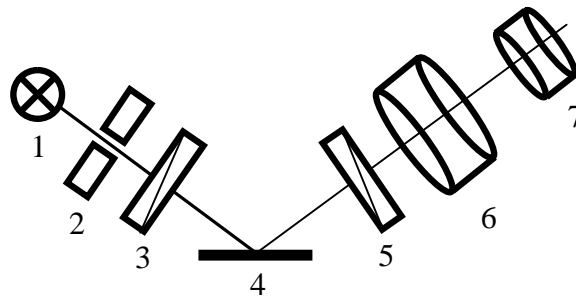


Рис. 2.11. Схематичне зображення установки для спостереження доменної структури ферромагнітних плівок: 1 – джерело світла; 2 – діафрагма; 3 – поляризатор; 4 – зразок; 5 – аналізатор; 6 – мікроскоп; 7 – фотокамера

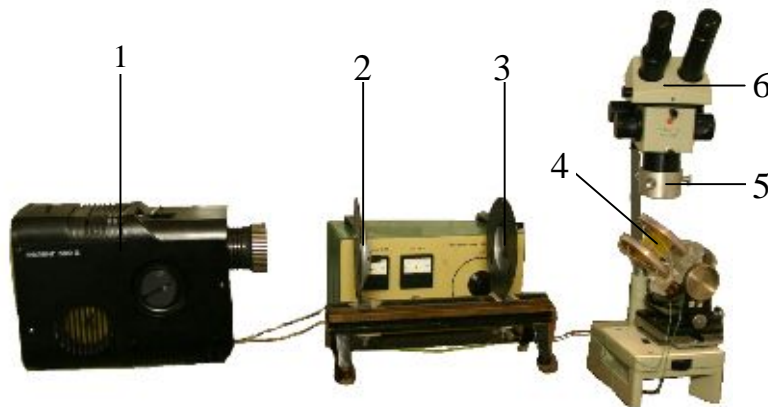


Рис. 2.12. Зовнішній вигляд установки для спостереження доменної структури та дослідження магніторезистивного ефекту ферромагнітних плівок:

1 – джерело світла; 2 – діафрагма; 3 – поляризатор; 4 – плівковий зразок; 5 – магнітна система, 6 - аналізатор, умонтований в об'єктив; 7 – мікроскоп

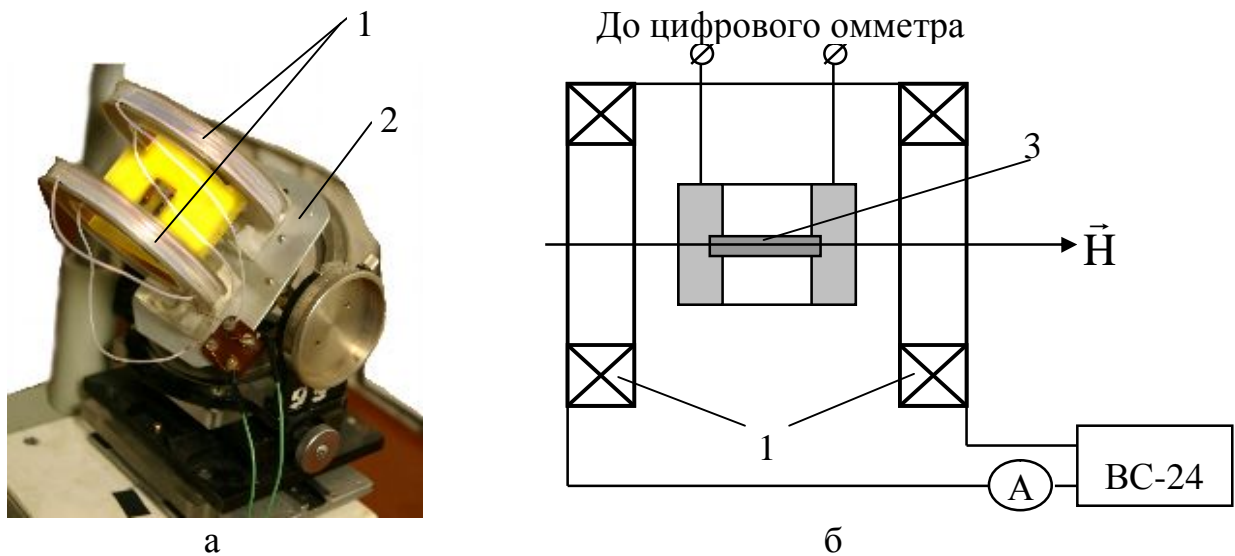


Рис. 2.13. Зовнішній вигляд (а) та принципова схема (б) магнітної системи: 1 – кільця Гельмгольца; 2 – столик Федорова; 3 – плівковий зразок

Висновки до розділу 2

1. На основі аналізу літературних джерел визначено напрямок дослідження, а саме: проведення комплексних досліджень структури, фазового та елементного складу, розмірних, температурних і концентраційних ефектів у електрофізичних та магніторезистивних властивостях феромагнітних плівкових сплавів CoNi у всьому діапазоні концентрацій компонент та сплаву FeNi (пермалой 50Н).

2. Враховуючи фізичні властивості досліджуваних матеріалів, як метод одержання зразків вибрано електронно-променеве випаровування масивних наважок сплавів відомого складу, та метод одночасного випаровування компонент з двох незалежних джерел.

3. У відповідності з завданнями вибрано комплекс методів дослідження фізичних властивостей зразків: просвічуюча та растрова електронна мікроскопія (дослідження кристалічної структури); електроннографія (дослідження структури та фазового складу); мікрорентгеноспектральний аналіз та ВІМС (дослідження елементного складу); резистометрія в умовах впливу температури та магнітного поля (дослідження електрофізичних та магніторезистивних властивостей).

4. Розроблена і виготовлена установка, яка дозволяє здійснювати спостереження доменної структури тонких плівок з одночасним вимірюванням їх магнітоопору.

РОЗДІЛ 3

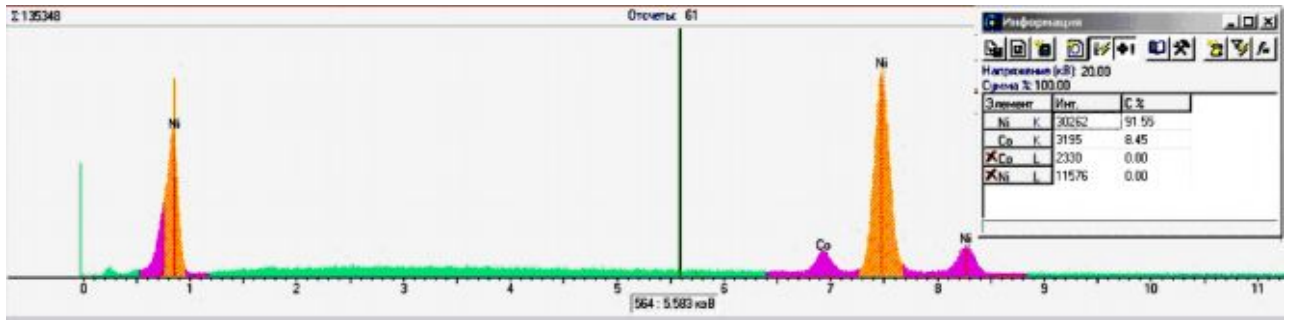
КРИСТАЛІЧНА СТРУКТУРА, ФАЗОВИЙ ТА ЕЛЕМЕНТНИЙ СКЛАД БІНАРНИХ ПЛІВКОВИХ СПЛАВІВ CoNi ТА FeNi

3.1. Елементний склад плівкових сплавів CoNi [94, 95, 106]

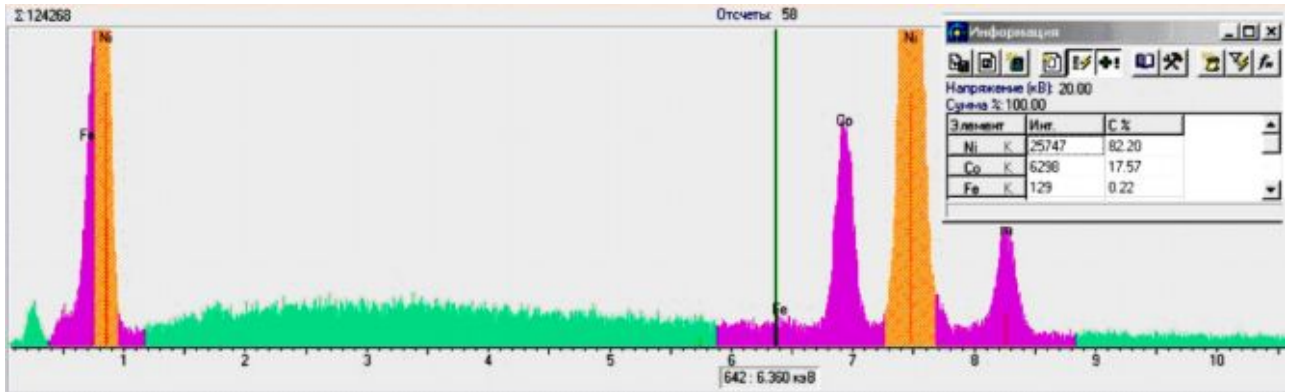
3.1.1. Визначення елементного складу сплавів CoNi методом рентгенівського мікроаналізу. Як було відзначено раніше (п. 2.1), для одержання плівок було використано метод випаровування скінчених наважок. Для випаровування нами було виготовлено серію масивних сплавів CoNi відомого складу.

Для перевірки викладених в п.2.1 міркувань щодо відповідності складу плівкових сплавів CoNi складу наважок нами були проведені дослідження складу наважок і плівок методом рентгенівського мікроаналізу з використанням рентгенівського мікроаналізатора з аналізом енергії рентгенівських фотонів за допомогою ЕДС. На рис. 3.1 приведено енергетичні спектри характеристичного рентгенівського випромінювання для масивних наважок сплаву CoNi різного складу. Результати мікроаналізу зведено в табл. 3.1. Як видно з результатів комп'ютерної обробки цих спектрів (за допомогою програмного забезпечення мікроаналізатора), склад приготованих сплавів (наважок) у межах похибки вимірювань відповідає їх розрахунковому складу при їх приготуванні.

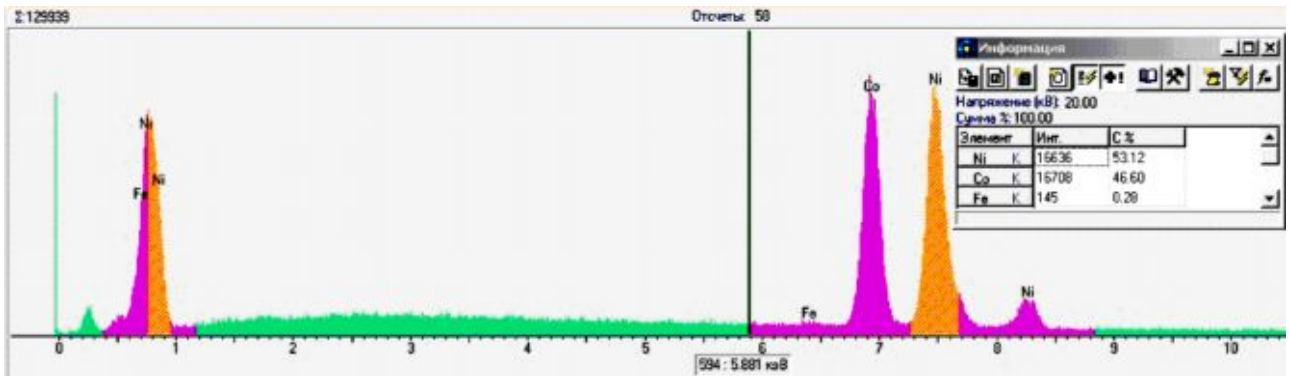
Аналогічні дослідження плівкових сплавів (рис. 3.2, табл. 3.1) вказують на те, що припущення про ідентичність складу плівок і складу масивних вихідних наважок в цілому підтверджується. В таблиці 3.1 приведено дані, що дозволяють провести порівняння складу масивних та плівкових сплавів. Для плівок також спостерігається досить добре співпадання розрахункового та визначеного рентгенівським мікроаналізом хімічного складу. Слід, однак, зауважити, що при дослідженні плівок інтенсивність рентгенівського випромінювання набагато (в 10-20 разів) менша, ніж для масивних матеріалів, внаслідок малої маси речовини в досліджуваній області. Очевидно, що за таких



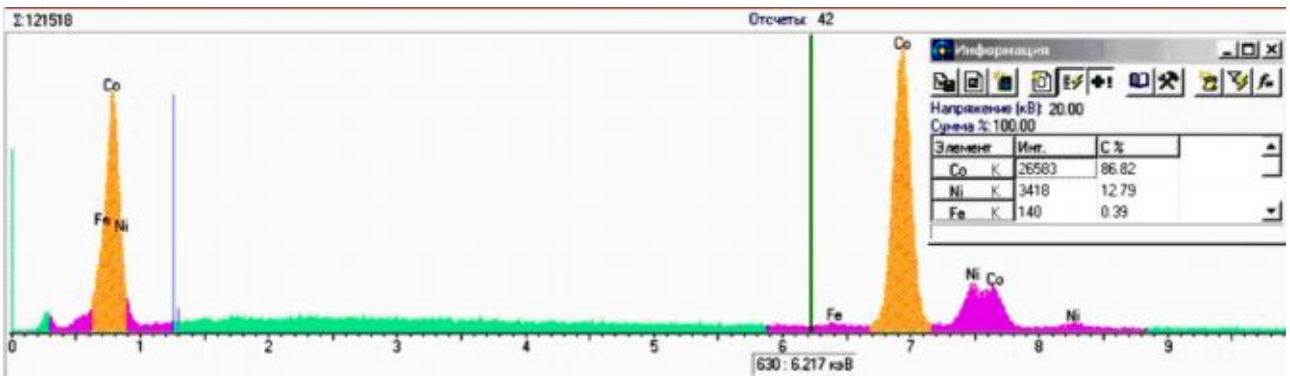
а



б

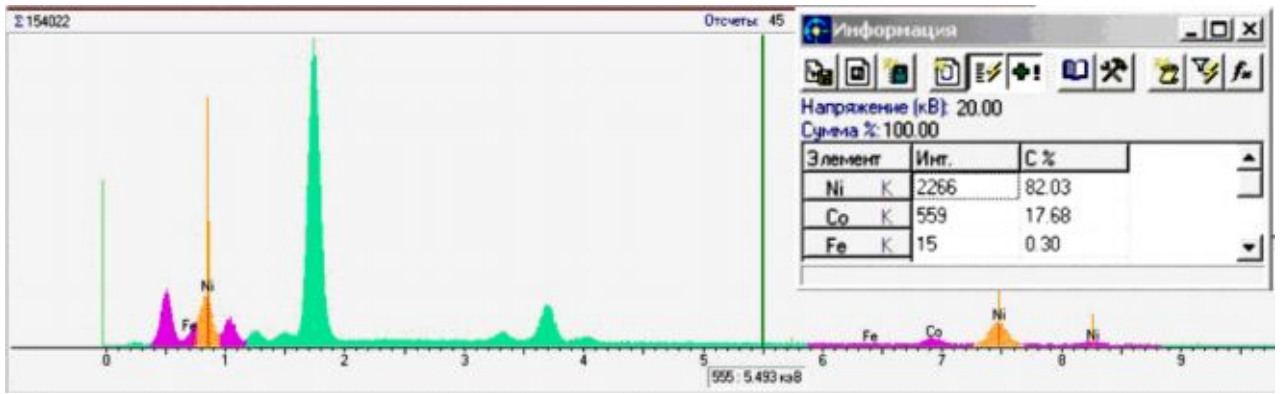


в

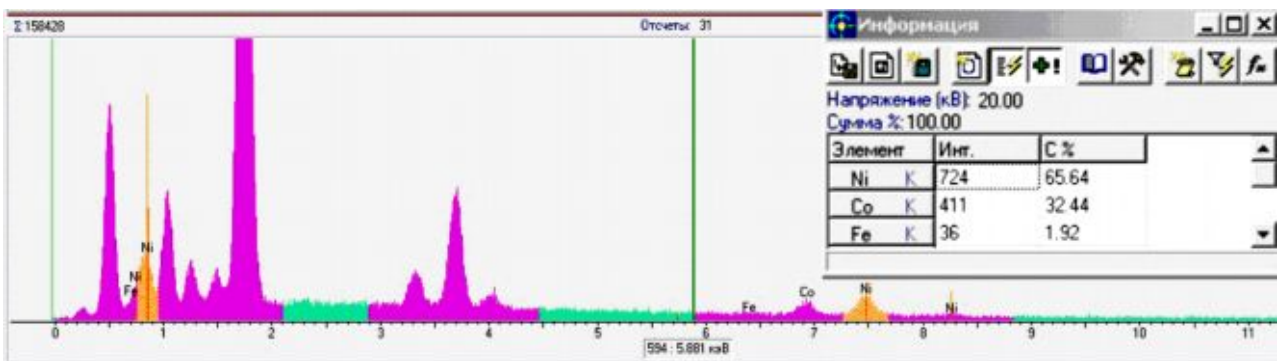


г

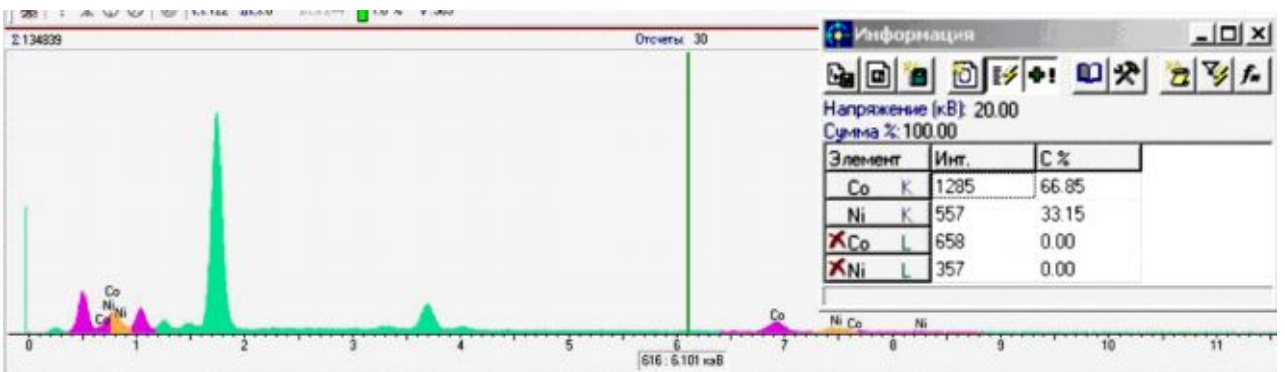
Рис.3.1. Характеристичні рентгенівські спектри від вихідних наважок сплаву CoNi. Вміст Co, мас. %: а – 10 %; б – 20 %; в – 50 %; г – 90 %



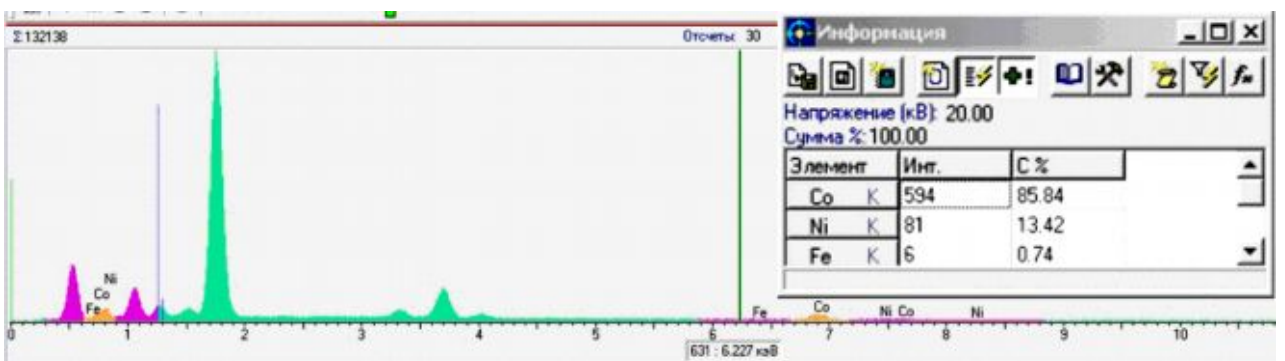
а



б



в



г

Рис. 3.2. Характеристичні рентгенівські спектри від плівкових сплавів CoNi. Вміст Co, мас. %: а – 20 %; б – 40 %; в – 70 %; г – 90 %

Таблиця 3.1

Хімічний склад вихідних наважок сплаву CoNi та відповідних плівкових сплавів CoNi за даними мікрорентгеноспектрального аналізу

Розрахунковий вміст Co у наважках, мас.%	Вміст елементів у наважках за результатами мікроаналізу, мас.%		Вміст елементів у плівковому сплаві, мас. %			
			Розрахунок за допомогою програми (врахування поправок)		Розрахунок без врахування поправок	
	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni
10	8,5	91,6	-	-	-	-
20	17,7	82,3	19,8	80,2	17,8	82,2
30	25,1	74,9	24,9	75,1	24,3	75,7
40	42,3	57,7	43,1	56,9	42,6	57,4
50	46,7	53,3	45,5	54,5	47,2	52,7
60	57,0	43,0	56,5	43,5	57,3	42,7
70	68,4	31,6	69,8	30,2	66,9	33,1
80	76,2	23,8	75,1	24,9	76,4	23,6
90	87,1	12,9	86,4	13,6	88,0	12,0

умов можливі значні статистичні відхилення істинних концентрацій компонент у порівнянні з даними, одержаними з використанням комп'ютерного забезпечення до мікроаналізатора. Крім того, комп'ютерна програма, що надається до мікроаналізатора, при одержанні кінцевого результату враховує поправки, зумовлені рядом ефектів, таких як поглинання рентгенівського випромінювання в товщі зразка, величина атомного номеру елемента та вторинна флюоресценція. Ці ефекти мають місце для масивних зразків, однак у випадку наших плівок ними можна знехтувати [103] внаслідок відносно малої кількості атомів у товщі плівки в області, з якої відбувається генерація рентгенівського випромінювання. Внаслідок цього більш коректно при розрахунку складу плівкового сплаву використовувати відношення виміряних за допомогою ЕДС інтенсивностей ліній характеристичного випромінювання, одержаних від плівкових зразків без врахування поправок, обумовлених вказаними ефектами (не проводячи обробку одержаних результатів за допомогою програмного забезпечення).

Ці міркування непогано підтверджуються даними, наведеними в табл. 3.1. Порівнюючи результати мікроаналізу масивних наважок (другий стовпчик таблиці) і плівок (третьої та четвертої стовпчики таблиці) бачимо, що розрахунок складу плівок з використанням програмного забезпечення мікроаналізатора дає більші відхилення складу плівок від складу масивних наважок.

Внаслідок незначних відмінностей у довжинах хвиль характеристичних ліній серії K_{α} для Fe, Co і Ni використання програмного забезпечення мікроаналізатора при аналізі спектру приводило до виявлення в складі зразків CoNi як можливого елемента Fe з невеликою концентрацією. Однак інтенсивність ліній характеристичного рентгенівського випромінювання Fe практично знаходиться на рівні фону і суттєво менша за інтенсивність характеристичного випромінювання основних елементів (Co і Ni). У спектрах плівкових зразків спостерігається також ряд ліній характеристичного рентгенівського випромінювання елементів, що входять до складу підкладки –

скла (частина ліній у лівій половині спектрів, рис. 3.2). При розрахунку складу зразків вони не враховувалися і приведені в таблиці 3.1 дані для плівок обчислені з урахуванням цих зауважень.

Підводячи підсумок цих міркувань, можна стверджувати, що запропонована технологія одержання плівкових сплавів CoNi (використання наважок відомого складу) дозволяє одержувати плівки цих сплавів з наперед заданим вмістом компонент.

3.1.2. Визначення елементного складу плівкових сплавів CoNi методом вторинно-іонної мас-спектрометрії. Іншим методом дослідження елементного складу плівок є вторинна іонна мас-спектрометрія (ВІМС). На відміну від попереднього методу, який дозволяє визначити хімічний склад, усереднений за товщиною плівки у досліджуваній області та майже не руйнує зразок, метод ВІМС дозволяє одержувати дані про розподіл елементів за глибиною (товщиною плівки), оскільки в процесі дослідження здійснюється поступове травлення (руйнування) зразка іонами аргону. Внаслідок цього відкривається можливість встановлення складу плівки на різних глибинах від її поверхні, тобто можливо перевірити гомогенність складу плівкових зразків за товщиною.

Згідно літературних даних [109], Ni має 5 стабільних ізотопів з масовими числами 58, 60, 61, 62 та 64 а.о.м. З них найбільш поширеними є ^{58}Ni та ^{60}Ni (відносна доля яких становить відповідно 68,08 % та 26,22 %). Відносна доля інших ізотопів становить 1,14 % - ^{61}Ni , 3,63 % - ^{62}Ni та 0,93 % - ^{64}Ni . Кобальт представлений одним стабільним ізотопом ^{59}Co . Таким чином, у мас-спектрах вторинних іонів сплавів CoNi (як масивних, так і плівкових) повинні спостерігатися мас-спектрометричні піки цих ізотопів. При аналізі мас-спектрів вторинних іонів сплавів CoNi для розрахунку концентрацій складових (Co і Ni) можна використовувати інтенсивність будь-якого з п'яти ізотопів нікеля. Нами був обраний найбільш інтенсивний ізотоп нікеля ^{58}Ni . Для оцінки вмісту

компонент у сплаві було використане відношення інтенсивностей мас-спектрометричних піків ізотопів ^{58}Ni та ^{59}Co :

$$\gamma = \frac{J(^{59}\text{Co})}{J(^{58}\text{Ni})}. \quad (3.1)$$

де $J(^{59}\text{Co})$ – інтенсивність (висота) піка ізотопу ^{59}Co ;

$J(^{58}\text{Ni})$ – інтенсивність (висота) піка ізотопу ^{58}Ni .

У випадку гомогенності сплаву величина γ на повинна змінюватися з часом розпилення сплаву первинними іонами Ar.

На рис. 3.3 представлені мас-спектри вторинних іонів масивної вихідної наважки сплаву $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$, одержані в процесі розпилення поверхні первинними іонами Ar. Як видно з рис. 3.3, в процесі розпилення масивного вихідного зразка сплаву $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$ не спостерігається перерозподілу інтенсивностей мас-спектрометричних ліній ізотопів Ni та Co і величина γ в межах похибки вимірювань залишається незмінною: $\gamma \approx 0,79$. Це говорить про однорідність одержаної масивної наважки сплаву.

При дослідженнях хімічного складу методом ВІМС в плівкових сплавах для розрахунків використовувалися ті ж ізотопічні піки (^{58}Ni та ^{59}Co). Не спостерігалось утворення оксидів, лише для тонких плівок сплавів з великим вмістом Co спостерігалися мас-спектрометричні піки оксиду CoO , інтенсивність яких була невелика ($\sim 0,02$ інтенсивності мас-спектрометричного піка ^{59}Co). Для оцінки вмісту компонент у плівковому сплаві нами використовувалося відношення інтенсивностей піків ізотопів ^{59}Co та ^{58}Ni (формула 3.1). Для прикладу на рис. 3.4 представлені мас-спектри вторинних іонів від плівкових сплавів з різною концентрацією компонент.

Порівняння величини γ для одного і того ж плівкового сплаву у залежності від глибини показує, що в межах похибки вимірювань $\gamma = \text{const}$. Це підтверджується даними рис. 3.5, на якому представлено залежність γ від часу розпилення зразка іонами $^{40}\text{Ar}^+$ для плівкового сплаву з вмістом Co 30 мас. %.

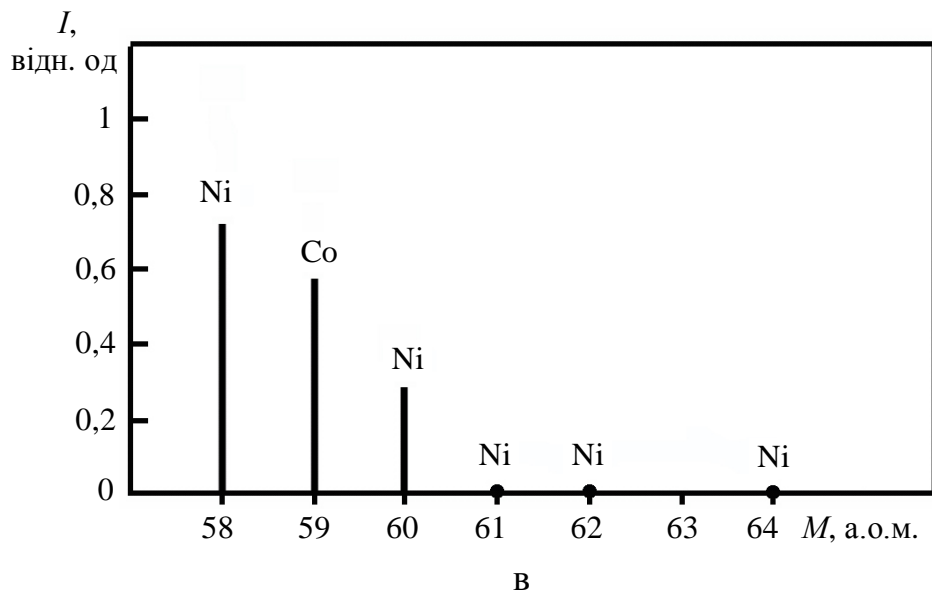
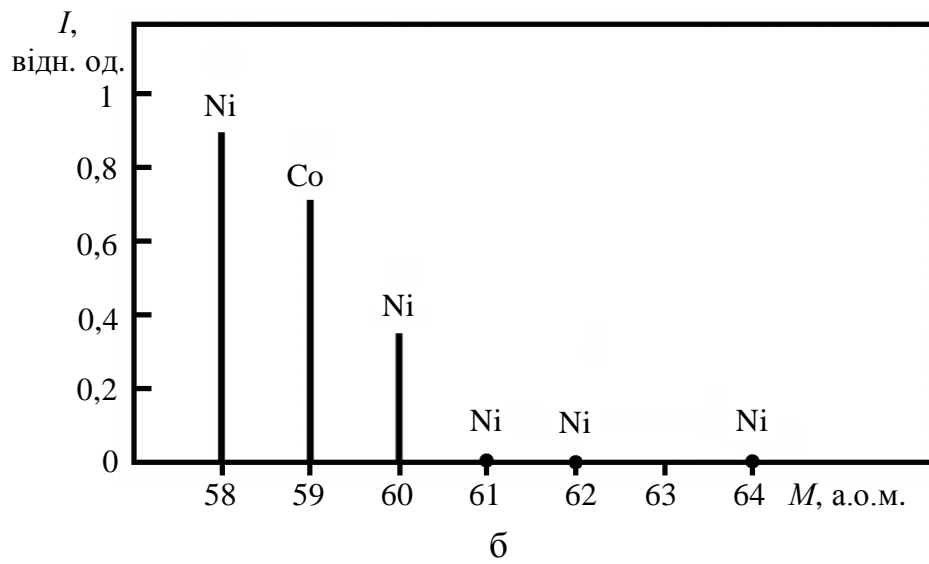
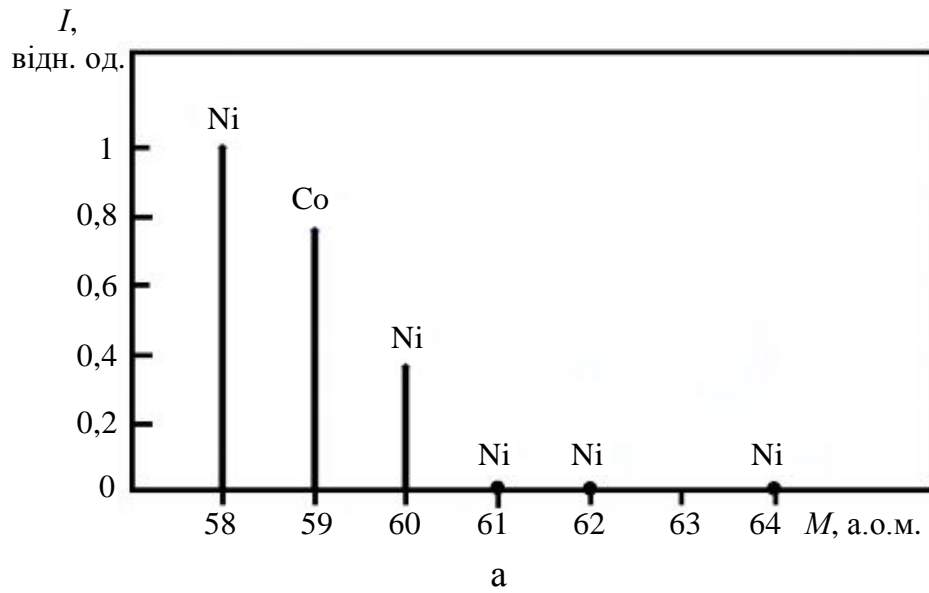


Рис. 3.3. Мас-спектри вторинних іонів масивної вихідної наважки сплаву $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$: а – в початковий момент; б – через 20 хв після початку аналізу; в – через 33 хв після початку аналізу

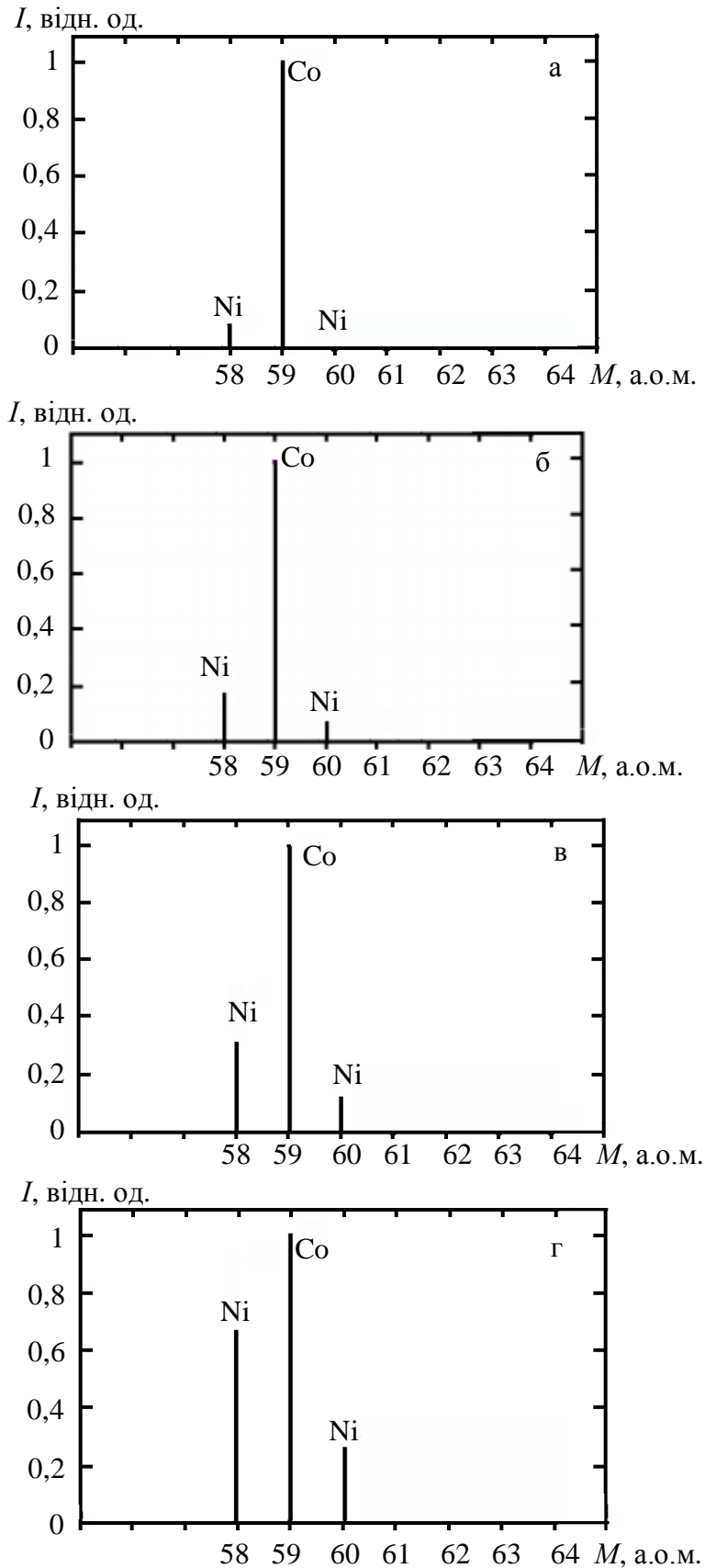


Рис. 3.4. Мас-спектри вторинних іонів плівкових сплавів CoNi різної концентрації компонент: а – сплав $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$; б – сплав $\text{Co}_{70}\text{Ni}_{30}$; в – сплав $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}$; г – сплав $\text{Co}_{40}\text{Ni}_{60}$

Таким чином, одержані плівки сплаву CoNi гомогенні за товщиною.

За даними мас-спектрометричних досліджень складу плівкових зразків з різною концентрацією компонент нами була побудована експериментальна залежність γ від вмісту компонент (рис. 3.6). Оскільки інтенсивність мас-спектрометричного піка пропорційна атомній долі даної компоненти, то для інтенсивностей вибраних піків можна записати:

$$J(^{58}\text{Ni}) = k_1 K_1 C_{\text{Ni}} \text{ та } J(^{59}\text{Co}) = k_2 K_2 C_{\text{Co}}, \quad (3.2)$$

де величина коефіцієнтів k_1 і k_2 визначається умовами експерименту (ефективністю реєстрації піка даного ізотопу), а константи K_1 та K_2 визначаються коефіцієнтами вторинної іонної емісії відповідного елемента. В силу близькості масових чисел ізотопі ^{58}Ni та ^{59}Co можна покласти $k_1 = k_2$ і, припустивши, що K_1 та K_2 незмінні для сплавів різних концентрацій, для відношення інтенсивностей (3.2) маємо гіперболічну залежність γ від C_{Ni} :

$$\gamma = \frac{J(^{59}\text{Co})}{J(^{58}\text{Ni})} = \frac{K_2 C_{\text{Co}}}{K_1 C_{\text{Ni}}} = \frac{K_2}{K_1} \cdot \frac{1 - C_{\text{Ni}}}{C_{\text{Ni}}} = \frac{K_2}{K_1} \cdot \left(\frac{1}{C_{\text{Ni}}} - 1 \right). \quad (3.3)$$

Приведена на рис. 3.6 експериментальна залежність $\gamma = \gamma(C_{\text{Ni}})$ справді близька до гіперболічної. Оскільки при даних припущеннях γ не залежить від умов експерименту, то цим можна скористатися для експресного аналізу складу плівок сплавів металів з близькими значеннями мас атомів (Fe, Ni, Co, Cu, Zn) методом ВІМС, побудувавши градууювальну криву $\gamma(C_{\text{Me}})$ для плівкових сплавів з відомим вмістом компонент.

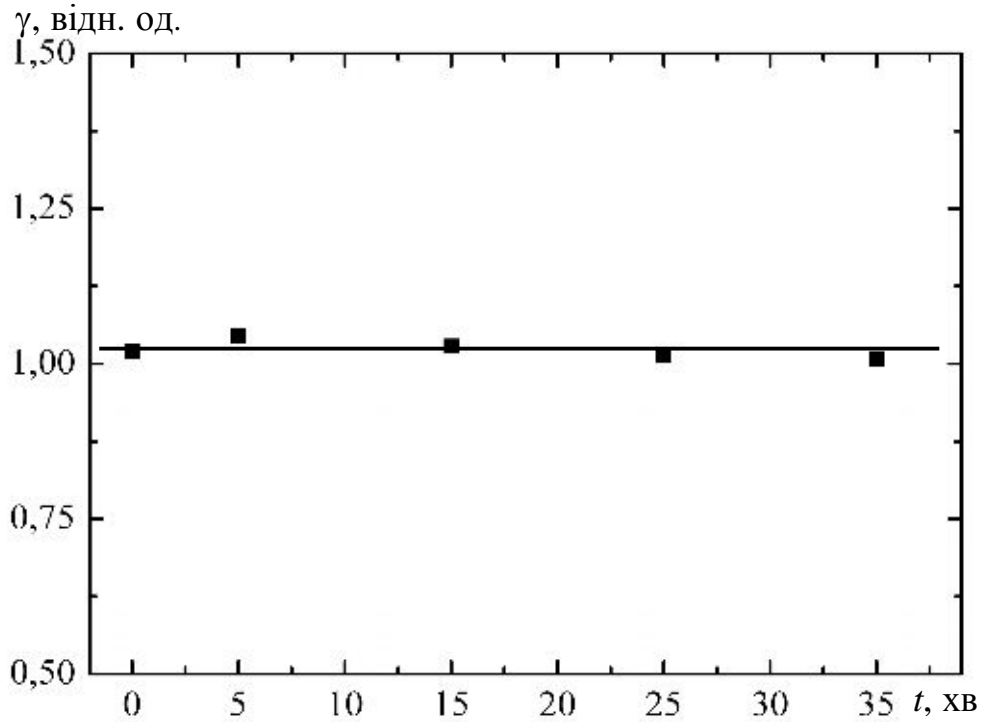


Рис. 3.5. Залежність відношення інтенсивностей піків γ від часу травлення для плівкового сплаву $\text{Co}_{30}\text{Ni}_{70}$.

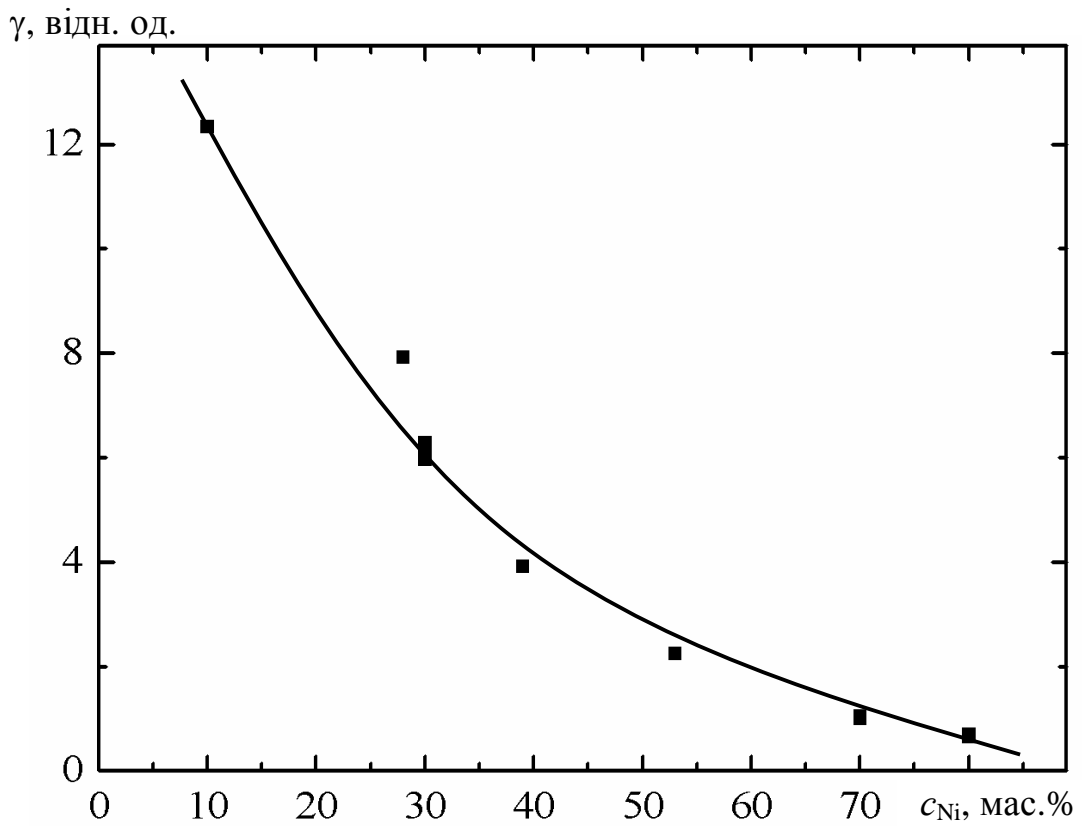


Рис. 3.6. Експериментальна залежність коефіцієнта γ від концентрації Ni для плівкових сплавів CoNi

3.2. Кристалічна структура і фазовий склад плівкових сплавів CoNi

3.2.1. Фазовий склад плівок сплавів [95, 110, 111]. У відповідності з даними [14], масивні сплави CoNi з вмістом Co до 65-67 мас.% при кімнатній температурі утворюють тверді розчини (т.р.) заміщення з ГЦК-решіткою у всьому діапазоні температур твердого стану. Для $c_{Co} > 75$ мас.% при 300 К твердий розчин має ГЦП-гратку на основі α -Co, при підвищенні температури утворюється ГЦК-решітка на базі β -Co (температури прямого та зворотнього переходів ГЦП→ГЦК залежать від концентрації компонент). У проміжній області концентрацій спостерігається двофазний склад (ГЦК+ГЦП-т.р.) (рис. 1.1).

На рис. 3.7 представлена серія електронограм плівкових зразків сплаву CoNi з різною концентрацією компонент. Результати обробки електронограм зразків показують, що для плівкових зразків сплавів спостерігаються закономірності, аналогічні масивним сплавам. Для невідпалених плівок з $c_{Co} \leq 70$ мас.% (рис. 3.7 а) на електронограмах нами були зафіксовані лінії лише ГЦК-фази. При цьому дифракційні максимуми мають відносно велику ширину, що свідчить про малий розмір кристалітів. Відпалювання зразків не приводить до зміни фазового складу цих плівок, в них залишається в наявності лише ГЦК-т.р. CoNi (рис.3.7 б-г). Термостабілізація приводить до зменшення ширини ліній на електронограмах та збільшення їх інтенсивності. Причиною цього є збільшення розмірів зерен в зразку.

При вмісті Co 75 мас.% плівки у початковому стані також, швидше за все, мають ГЦК-структуру. Аналіз електронограм в даному випадку утруднений, оскільки внаслідок дрібнозернистості плівок лінії досить широкі, а міжплощинні відстані для найбільш інтенсивних ліній ГЦК та ГЦП-решітки майже однакові. Внаслідок цього чітко розділити лінії кожної з фаз неможливо. Відпалювання до температури 500-700 К приводить до зменшення ширини ліній і на електронограмах фіксуються лінії обох фаз (рис.3.7 д), причому інтенсивність ліній ГЦК-фази більша. Як відомо [112], в двофазній області на

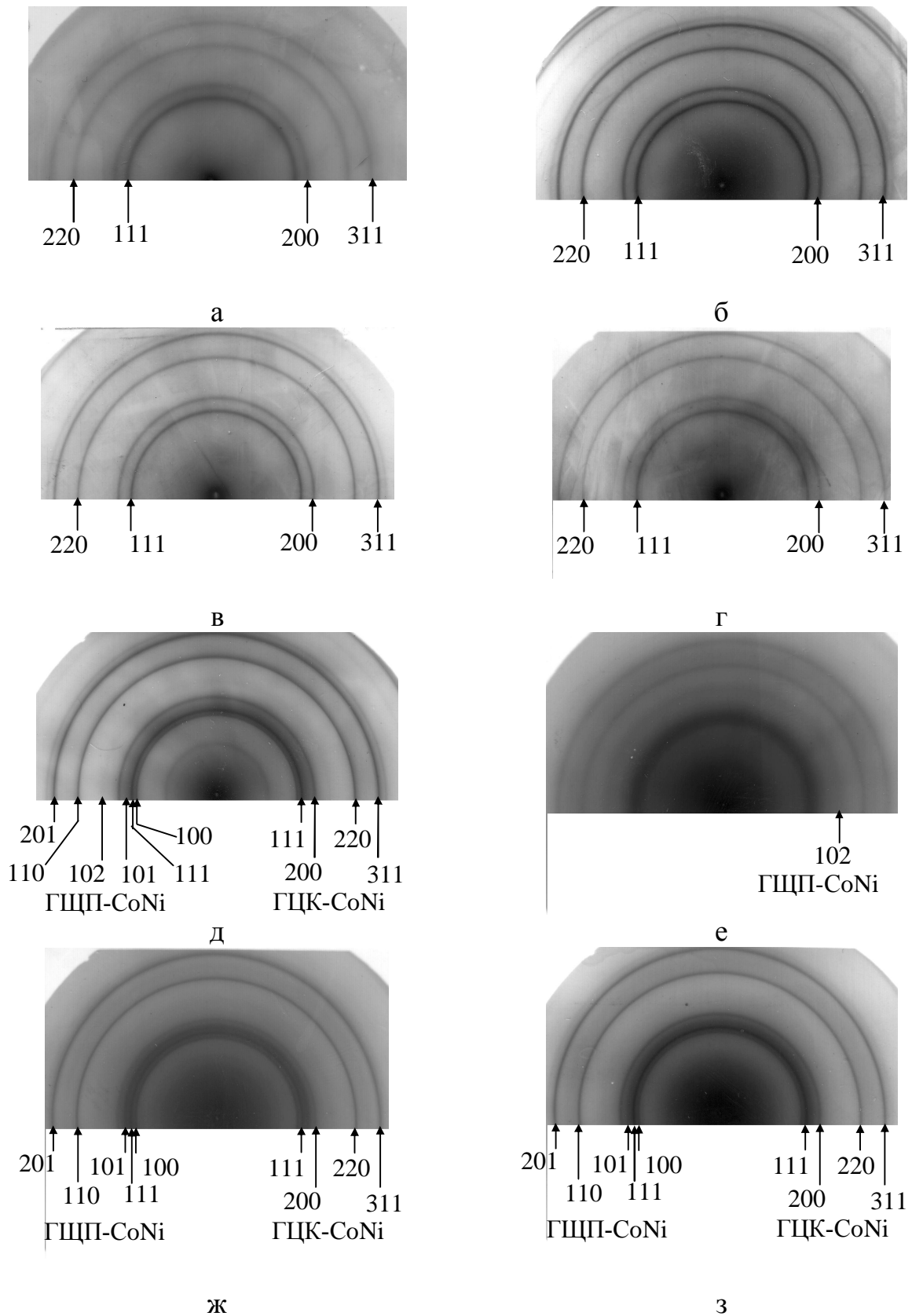


Рис. 3.7. Электронограммы, що ілюструють фазовий склад невідпалених (а, е) та відпалених (б-д, ж-з) плівок CoNi. Вміст Co: а, б – 10 мас.%; в – 30 мас.%; г – 70 мас.%; д – 75 мас.%; е, ж – 80 мас.%; з – 90 мас.%

дифракційній картині спостерігаються ліній обох фаз, склад яких постійний і відповідає межах області на фазовій діаграмі. Параметри решіток кожної з фаз при цьому залишаються також незмінними. Зміна концентрації компонентів викликає лише зміну співвідношення фаз, а, отже, зміну інтенсивностей ліній. Таким чином, при збільшенні концентрації кобальту поступово збільшуватиметься інтенсивність ліній ГЦП-решітки т.р. CoNi та, відповідно, зменшуватиметься інтенсивність ліній ГЦК-т.р. Оскільки відносна інтенсивність ліній фази пропорційна її об'ємній (а, зважаючи на близькі значення густини обох матеріалів, і масовій) долі [102], більша інтенсивність ліній ГЦК-фази може свідчити про її більший вміст у сплаві даної концентрації. Ці міркування в певній мірі підтверджуються представленими електронограмами та даними табл. 3.2.

За результатами електронографічних досліджень плівкових сплавів з ГЦК-граткою нами побудована експериментальна залежність параметра ГЦК-решітки від концентрації Co (рис. 3.8). З рисунка видно, що збільшення концентрації атомів Co приводить до збільшення параметра ГЦК-гратки сплаву за лінійним законом. Таким чином, для плівкових сплавів CoNi з ГЦК-граткою виконується правило Вегарда.

Для невідпалених зразків з $c_{Co} \geq 80$ мас.% (рис. 3.7, е) у повній відповідності з діаграмою стану масивних сплавів спостерігаються лінії ГЦП-решітки. Це можна стверджувати за наявністю лінії (102), яка відсутня для ГЦК-решітки. В результаті відпалювання в цих зразках спостерігається двофазний склад (ГЦК+ГЦП) (рис. 3.7, ж, з; табл. 3.3), при цьому інтенсивність відбивань від площин ГЦП-фази помітно більша. Очевидно, при нагріванні зразків до 700 К в них відбувається фазовий перехід з утворенням високотемпературної ГЦК-фази, оскільки температура переходу менша за 700 К (зі збільшенням вмісту Ni в сплавах CoNi температура переходу зменшується порівняно з Co). Незважаючи на порівняно повільне охолодження, зворотний перехід повністю не відбувається і у зразку залишається деяка кількість ГЦК-фази. Можливою причиною цього є розмірний фазовий ефект.

Таблиця 3.2

Розрахунок параметрів решітки плівкового сплава CoNi ($c_{Co}=75\%$)

№ лінії	Інтенсивність, в.о.	d , нм	ГЦК		ГЦП		
			hkl	a , нм	hkl	a , нм	c , нм
1	сер.	0,2188			100	0,253	
2	Д.С.	0,2043	111	0,354	002		0,409
3	д.сл.				101		
4	С.	0,178	200	0,356			
5	С.	0,1261	220	0,357	110	0,252	
6	С.	0,108	311	0,357	200	0,250	
7	д.сл.	0,103			004		0,412
Середнє значення параметра				0,356		0,252	0,410

Таблиця 3.3

Розрахунок параметрів решітки плівкового сплава CoNi ($c_{Co}=80\%$)

№ лінії	Інтенсивність, в.о.	d , нм	ГЦК		ГЦП		
			hkl	a , нм	hkl	a , нм	c , нм
1	сер.	0,2135			100	0,247	
2	С.	0,2050	111	0,355	002		0,410
3	д.сл.	0,191			101		0,412
4	сл.	0,178	200	0,356			
5	сер.	0,1253	220	0,354	110	0,251	
6	сер.	0,108			200	0,250	
Середнє значення параметра				0,356		0,249	0,411

Д.С. – дуже сильна, С.- сильна, сер.- середня, сл. – слабка, д.сл. – дуже слабка

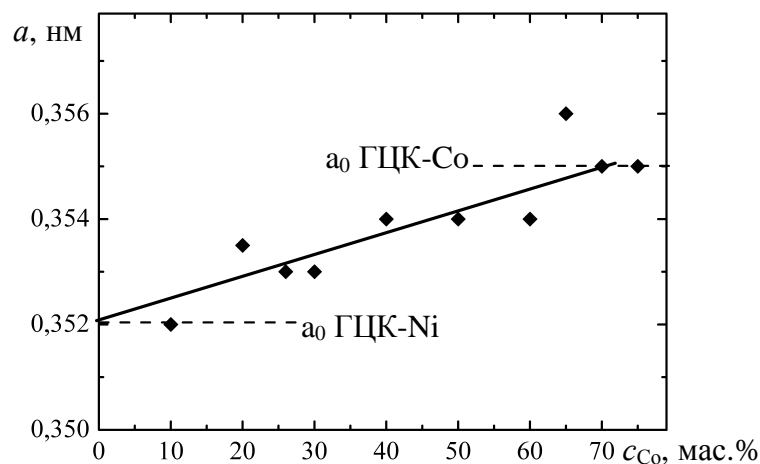


Рис. 3.8. Залежність параметру ГЦК-решітки від концентрації Со для сплавів CoNi

Згідно з даними [31], в частинках Co малого розміру можливе існування ГЦК-фази при температурах, нижчих за температуру закінчення зворотного переходу. Внаслідок досить значної дисперсії кристалітів за розмірами, на що вказують дані електронно-мікроскопічних досліджень у наших зразках, для тієї частини кристалітів, що мають розміри, набагато менші, ніж середні, може залишатися стабільною ГЦК-фаза, тоді як у більших за розмірами кристалітах після охолодження утворюється ГЦП-фаза. Параметри решітки цих фаз становлять, за даними електроннографічних досліджень: для ГЦК-фази $a=0,355-0,357$ нм; для ГЦП $a=0,248-0,252$ нм, $c=0,410-0,412$ нм, ці значення близькі до значень для Co ($a_0=0,355$ нм для ГЦК-Co; $a_0=0,251$ нм, $c_0=0,4105$ нм для ГЦП-Co [13]).

У табл. 3.2 та 3.3 наведено приклади розрахунку параметрів решітки плівкових сплавів CoNi з двофазним складом, які ілюструють сказане вище.

Вплив фазового розмірного ефекту на фазовий склад плівкових сплавів підтверджується також даними електронно-мікроскопічних та дифракційних досліджень надтонких плівок. Для плівок з ефективною товщиною $d=9$ нм при вмісті кобальту 80 мас.% (рис. 3.9 б) на електронограмах спостерігаються лінії обох фаз, однак відносна інтенсивність ліній ГЦК-решітки помітно більша, ніж ГЦП-решітки, у протилежність більш товстим суцільним плівкам (рис.3.7 ж). Оскільки інтенсивність електроннографічних ліній пропорційна об'ємному вмісту даної фази, то, очевидно, в острівцевих плівках, порівняно з більш товстими суцільними плівками, доля ГЦК-фази є більшою за долю ГЦП-фази. Причиною цього є малий розмір кристалітів (фазовий розмірний ефект). На жаль, дане твердження носить лише якісний характер, оскільки електроннографічні рефлекси від кристалографічних площин ультратонких плівкових сплавів надзвичайно слабкі.

3.2.2. Кристалічна структура плівкових сплавів CoNi [110, 111, 113-116]. Відомо, що на початкових стадіях утворення плівок їм властиві певні особливості, зокрема, при малих товщинах плівки є структурно- та електрично несучільними (острівцевими) [57]. У зв'язку з цим нами було проведено дослідження структури надтонких ($d < 20$ нм) плівок CoNi.

На нейтральних підкладках конденсація молекулярного пучка відбувається лише за умови, що температура підкладки T_p менша деякого критичного значення T_k . Величина T_k у залежності від швидкості конденсації може бути як меншою, так і більшою за температуру плавлення масивних зразків. У відповідності з сучасними уявленнями про механізми утворення тонких плівок (див, наприклад, [117, 118]), можна виділити наступні режими росту плівкових конденсатів:

1. Пошаровий (режим Франка–Ван-дер-Мерве). Цей режим реалізується, якщо атоми речовини, що осаджується, більш сильно зв'язані з атомами підкладки, ніж між собою. Підкладка в більшості випадків є монокристалічною і має параметр решітки, близький до параметру даної речовини в твердому стані. Утворення плівки відбувається моношарами.

2. Острівцевий (механізм Фольмера–Вебера). При такому режимі на поверхні підкладки утворюються малі зародки, які ростуть, перетворюючись на острівці. Цей механізм реалізується, коли взаємодія атомів осаджуваної речовини між собою більш сильна, ніж з атомами підкладки, яка, як правило, є нейтральною. При певних розмірах острівців між ними виникають контакти і формується характерна "лабіринтна" структура з каналами. Після заповнення каналів утворюється суцільна плівка.

3. Проміжний (режим Странського–Крастанова). При цьому режимі спочатку плівка росте пошарово, але після формування одного-двох моношарів на них починається острівцевий режим росту плівки. Причиною зміни механізмів росту є зміна параметру ґратки при заповненні чергового шару, внаслідок чого порушуються умови реалізації пошарового росту і забезпечуються умови для острівцевого механізму.

Оскільки конденсація проводилася на нейтральну неорієнтуючу підкладку (скло, вуглецева плівка) при кімнатній температурі ($T_n \approx 300 \text{ K} < 2T_m/3$), то дифузійна рухливість атомів на підкладці була ускладнена. Внаслідок цього в невідпалених плівках незалежно від складу та товщини спостерігалася практично однакова структура (рис. 3.9 а). Острівці неправильної форми мають розміри менше 3 нм, а зазори між ними набувають вигляду каналів приблизно однакової ширини (класична "лабіринтна" структура [119]). Таким чином, для наших плівок сплаву CoNi реалізується механізм Фольмера–Вебера.

Відпалювання таких плівок до 700 К приводить до істотних морфологічних змін їх структури. При малій ефективній товщині ($d \sim 5-10 \text{ нм}$) відбувається просте укрупнення острівців за рахунок коалесценції (рис. 3.9 б). При більшій товщині $d \sim 15-20 \text{ нм}$ (рис. 3.9, в-д) між острівцями виникають "містки", подальше збільшення товщини (рис. 3.9, е) призводить до утворення електрично-, а далі і структурно-суцільних плівок. При укрупненні острівців відбувається також вдосконалення кристалічної структури, що виявляється у появі острівців з чіткою огранкою (рис. 3.9 г,е).

Аналіз електронно-мікроскопічних знімків показує, що для невідпалених плівок CoNi всього діапазону концентрацій ($0 \leq c_{Co} \leq 100 \text{ мас.}\%$) спостерігається дуже дрібнозерниста структура з розміром кристалітів 1-2 нм (рис. 3.9, а), що пояснює причину значної ширини дифракційних максимумів. Кристаліти не мають чіткої огранки, тому статистична обробка даних стосовно їх розмірів ускладнена. Для плівок характерна "лабіринтна" структура, існування якої відзначається в ряді літературних джерел (наприклад, [19, 120]).

Мікрознімки свідчать про утворення в процесі осадження великої кількості дрібних центрів кристалізації та їх одночасний ріст.

Результати електронно-мікроскопічних досліджень кристалічної структури суцільних плівкових зразків ($d=50-60 \text{ нм}$) представлені на рис. 3.10. Невідпалені плівки (рис.3.10 а) всіх досліджених концентрацій компонент мають приблизно однакову структуру – дрібні кристаліти без чіткої огранки розмірами 5-10 нм. В процесі термостабілізації спостерігається збільшення

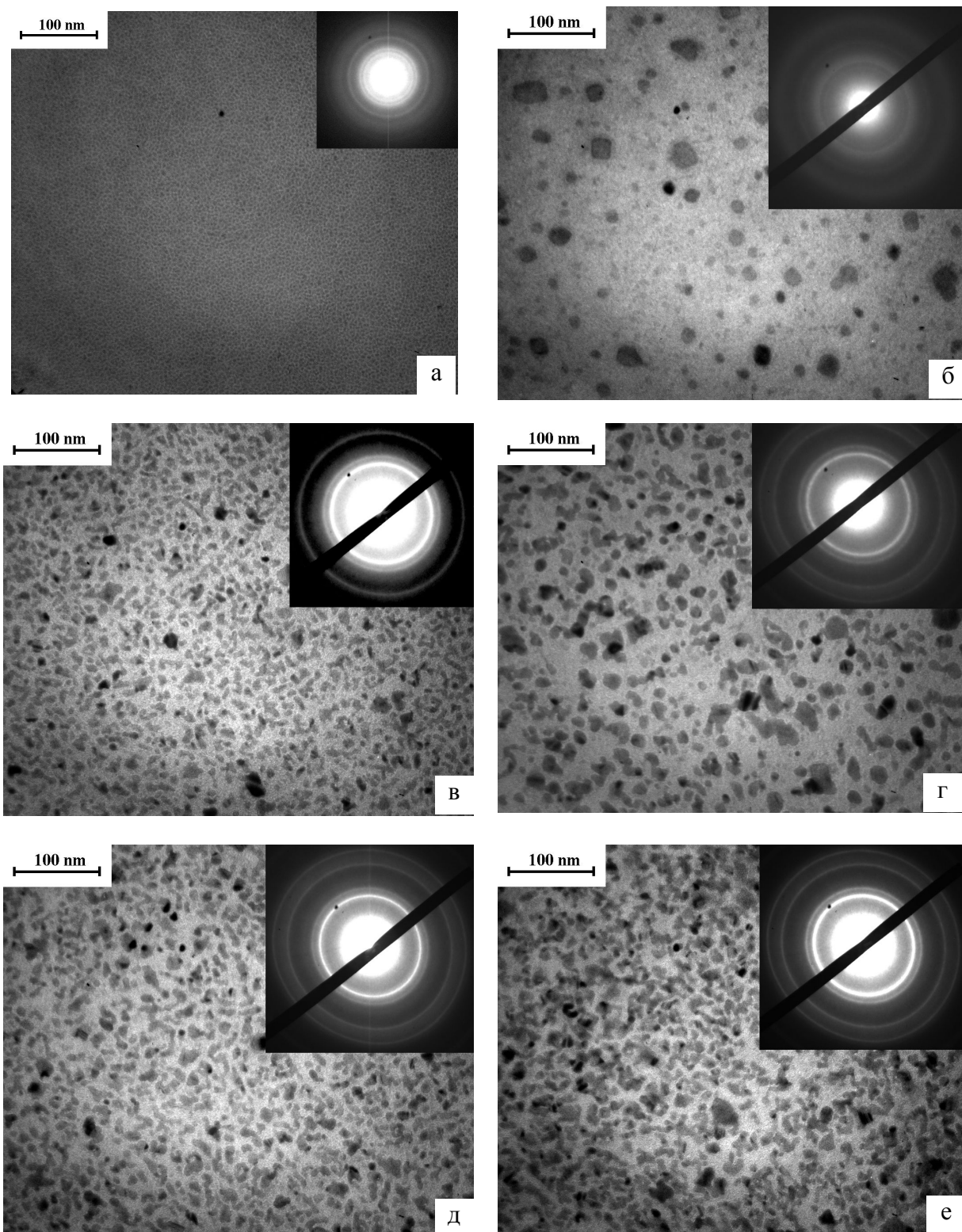


Рис. 3.9 Морфологія надтонких плівок сплаву CoNi.

а – невідпалена плівка; б-е – після відпалювання до 700 К. Ефективна товщина плівок: а – $d=20$ нм ($c_{Co}=20\%$); б – $d=9$ нм ($c_{Co}=80\%$); в – $d=9$ нм ($c_{Co}=10\%$); г – $d=10$ нм ($c_{Co}=30\%$); д – $d=15$ нм ($c_{Co}=70\%$); е – $d=20$ нм ($c_{Co}=50\%$).

розмірів кристалітів за рахунок рекристалізаційних процесів (рис 3.10 б-г). Для частини кристалітів спостерігається чітка огранка, де наявні дефекти пакування (швидше за все, ростового походження [121]). Для оцінки розмірів кристалітів у площині плівки за описаною в п. 2.3 методикою нами проводилася статистична обробка даних мікрознімків з побудовою гістограм (рис. 3.11). Визначені на їх основі середні розміри зерен мають величину 40-60 нм і виявляють слабку тенденцію до збільшення при зростанні вмісту Со.

Електронномікроскопічні дослідження дають змогу встановити розміри кристалітів у площині плівки. Нами була здійснена спроба оцінити розміри кристалітів у напрямку нормалі до площини плівки ("висоту" кристалітів), визначивши розміри областей когерентного розсіювання (ОКР). Визначення розмірів ОКР у напрямку нормалі до плівки можливе на основі аналізу уширення профілів дифракційних ліній на електроннограмах. Обмеженість розмірів ОКР приводить до збільшення ширини лінії, причому уширення лінії обернено пропорційне розміру кристалітів чи блоків. Інтегральна ширина β лінії визначається формулою Селякова-Шерера [102]:

$$\beta = \frac{m\lambda}{L_{\perp} \cos \theta}, \quad (3.4)$$

де m – коефіцієнт, який залежить від форми кристалітів, $m=0,98-1,38$ (можна вважати $m \approx 1$);

λ – довжина хвилі де Бройля електронів;

L_{\perp} – середній розмір кристалітів у напрямку пучка;

θ – бреггівський кут.

Для електроннографічного аналізу кути θ не перевищують 5° , тому з достатньою точністю можна прийняти $\cos \theta \approx 1$. В результаті розмір кристалітів можна оцінити за формулою:

$$L_{\perp} = \frac{\lambda}{\beta}, \quad (3.5)$$

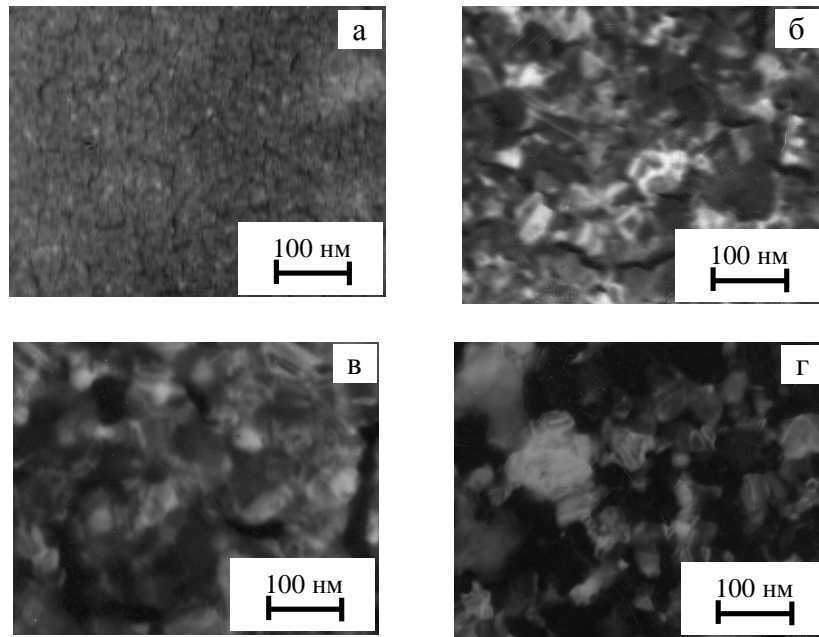


Рис. 3.10. Мікроструктура плівкових сплавів CoNi товщиною $d=60$ нм: а – типова структура невідпаленої плівки ($c_{Co}=70$ мас.%); б-г – структура плівок після термостабілізації (б – $c_{Co}=10$ мас.%; в – $c_{Co}=50$ мас.%; г – $c_{Co}=90$ мас.%)

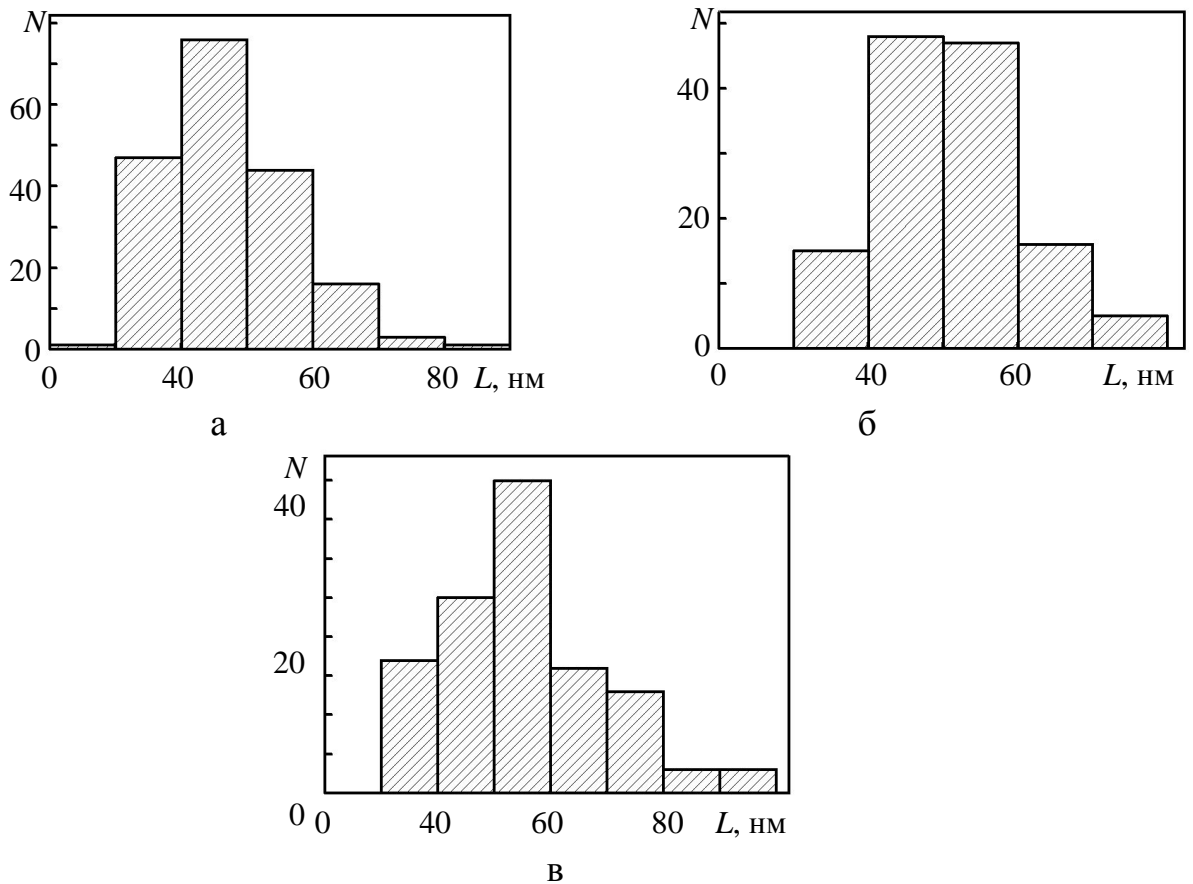


Рис. 3.11. Гістограми для визначення середніх розмірів кристалітів у площині плівки: а – $c_{Co}=50$ мас.%; б – $c_{Co}=70$ мас.%; в – $c_{Co}=90$ мас.%. Товщина плівок $d=60$ нм.

$$\text{де } \beta = \frac{1}{f(0)} \int f(2\theta) d(2\theta) .$$

Величина β являє собою інтегральну ширину піка, форма якого описується функцією $f(2\theta)$. Оскільки інтеграл в чисельнику цього виразу визначає площу кривої під піком, а знаменник – максимальну висоту піка, то величина β є шириною рівновеликого піку за площею прямокутника такої ж висоти, що і пік.

Слід відзначити, що розширення дифракційних ліній може відбуватися і з інших причин. Серед них суттєву роль відіграє інструментальне розширення [122], яке визначається умовами зйомки. Врахувати його можна зйомкою еталонного зразка, яким є вільний від мікронапружень крупнокристалічний зразок. Для оцінки ми використовували величину уширення ліній відпаленого еталонного зразка Al.

Уширення ліній можливе також через існування в зразку мікронапружень та значного числа хаотично розташованих дислокацій. Для цих випадків маємо:

$$\beta = 4\varepsilon \operatorname{tg} \theta ,$$

де $\varepsilon = \frac{\Delta d}{d_0}$ - відносна зміна міжплощинної відстані (мікродеформація);

Δd – усереднена по об'єму зміна міжплощинної відстані;

d_0 – міжплощинні відстані в ідеальному кристалі. Однак в силу малої величини кутів дифракції внесок цих факторів в загальне уширення незначний.

На рис. 3.12 представлені використані нами експериментальні кутові залежності розподілу інтенсивності дифракційних ліній на електронограмах (криві 1) та апроксимаційні лінії (криві 2-5), одержані з допомогою пакета обробки даних Microcal Origin. При розрахунку величини уширення використовувалася апроксимація форми піка функцією Коші. Комп'ютерний підбір параметрів функції давав можливість максимально точно описати піки, одержані після врахування величини фону. За величину фізичного уширення приймалася півширина піка, виражена у кутових одиницях. Одержані для

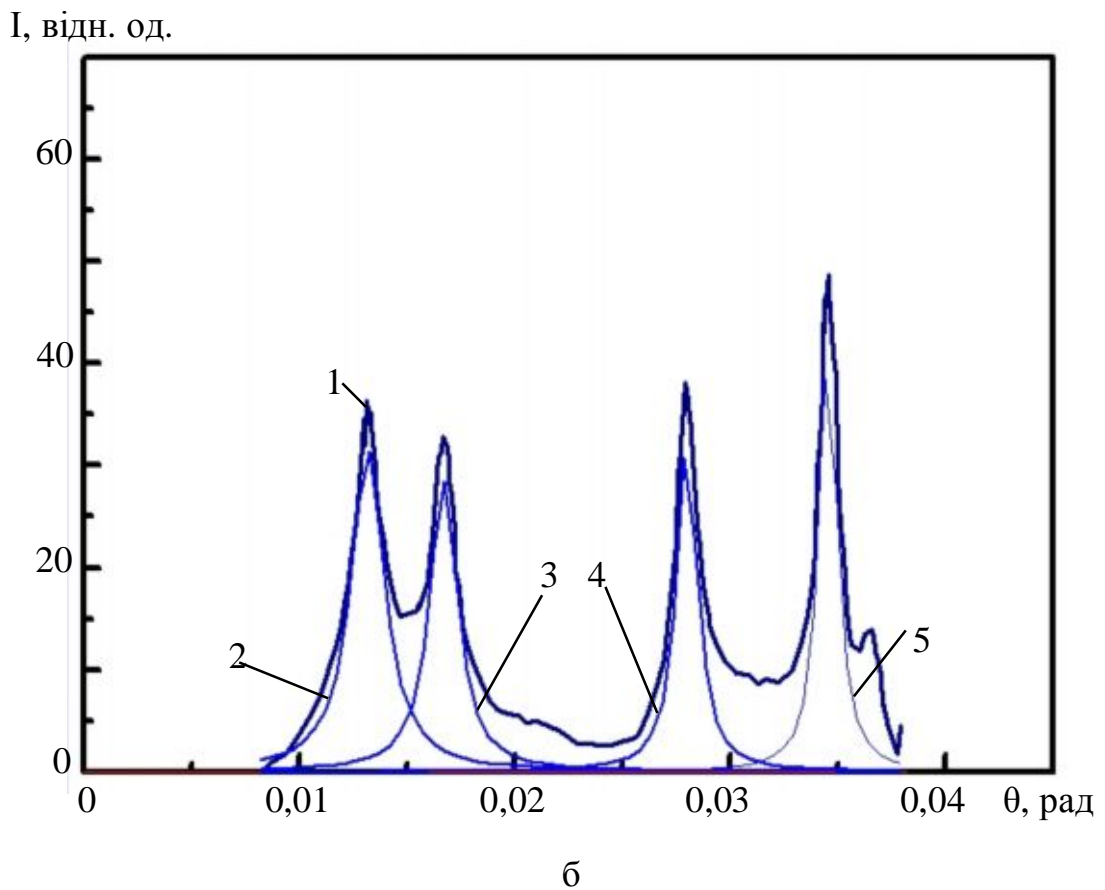
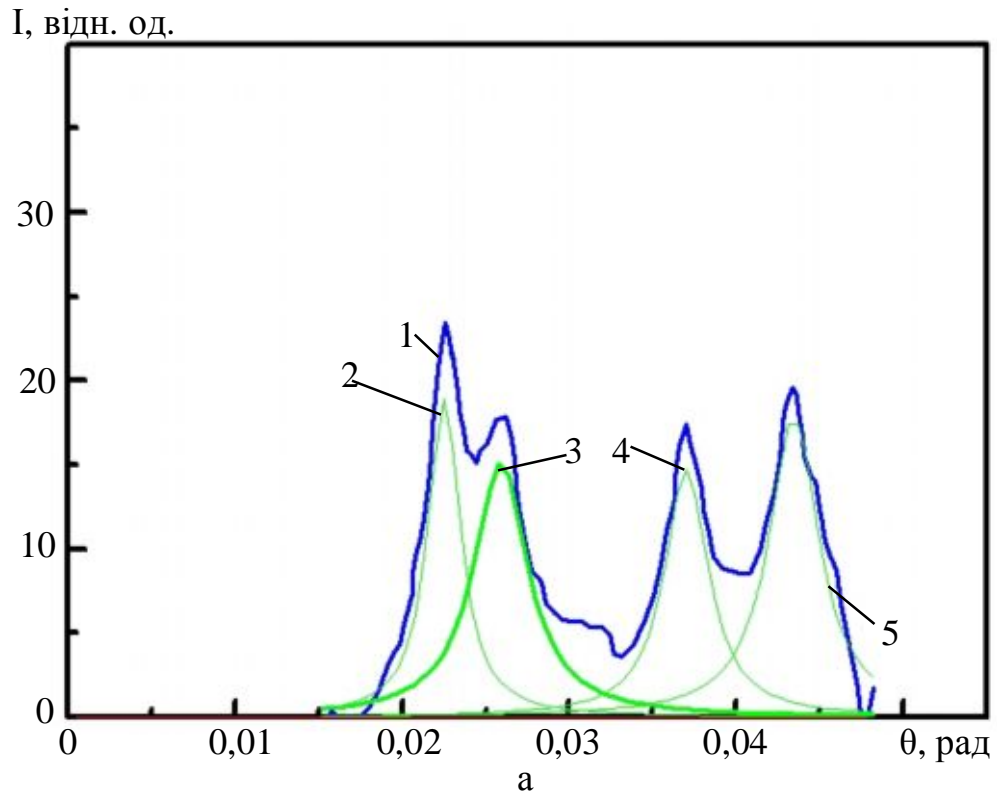


Рис. 3.12. Кутовий розподіл інтенсивності дифракційних максимумів для плівки товщиною $d=70$ нм з $c_{Co}=10$ мас. %: а – невідпалена; б – відпалена плівка. 1 – експериментальний розподіл інтенсивності, 2-5 – апроксимація піків.

невідпалених плівок значення (5-10 нм) за порядком величини співпадають з даними електронномікроскопічних досліджень, що вказує на приблизно рівноосну форму кристалітів. Крім того, ці дані вказують на те, що плівки знаходяться в нанокристалічному, а не аморфному стані.

В результаті термообробки спостерігається збільшення розмірів кристалітів як у площині плівки, так і розмірів ОКР в напрямку нормалі до зразка. Визначені за уширенням ліній значення розмірів ОКР мають величину порядку 20-25 нм. Згідно даних електронномікроскопічних досліджень, у відпалених плівках сплаву CoNi розмір кристалітів у площині підкладки становлять 100-200 нм. Подібна закономірність (розміри зерен приблизно в 6-9 разів більші за розміри ОКР) спостерігається і для плівок чистого нікелю [123].

На закінчення цього підрозділу необхідно відзначити особливості структурно-фазового стану плівкових сплавів CoNi, одержаних одночасною конденсацією Co і Ni при випаровуванні з незалежних джерел (електронно-променевих випаровувачів). У загальних рисах структура плівок сплавів, одержаних цим способом, тотожна структурі сплавів, одержаних випаровуванням наважок – невідпалені плівки складаються з дрібних кристалітів розміром 5-10 нм, в результаті відпалювання спостерігається збільшення розмірів кристалітів до 50-100 нм у залежності від температури відпалювання. Стосовно фазового складу таких плівок необхідно відзначити ряд суттєвих відмінностей.

На рис. 3.13 та 3.14, для прикладу представлені мікроструктура плівок CoNi товщиною $d=50$ нм з різко відмінною концентрацією компонент – 14 мас.% Co (рис.3.13) та 73 мас.% Co (рис.3.14) до і після відпалювання при $T=1300$ К. Вихідний стан (а на обох рисунках) обох плівкових зразків практично однаковий – дрібні кристаліти розміром 5-10 нм, що не дозволяє надійно ідентифікувати їх фазовий склад за допомогою картин дифракції електронів (значна ширина дифракційних максимумів). Після відпалювання зразків (рис 3.13 б, 3.14 б) спостерігається майже однакове збільшення розмірів кристалітів в результаті рекристалізаційних процесів, фазовий же склад

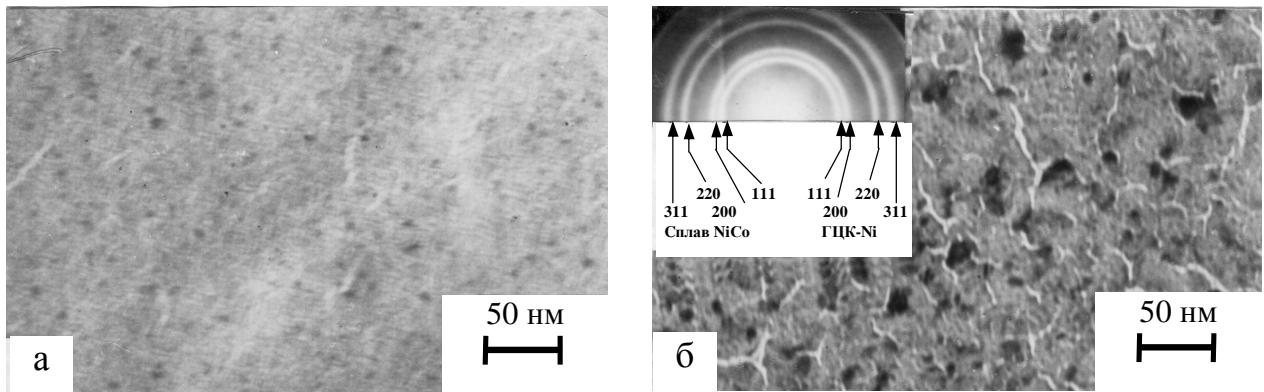


Рис. 3.13. Мікроструктура плівок сплаву CoNi ($c_{Co}=14$ мас.%, $d=50$ нм).

Температура: а – 300 К; б – 1300 К

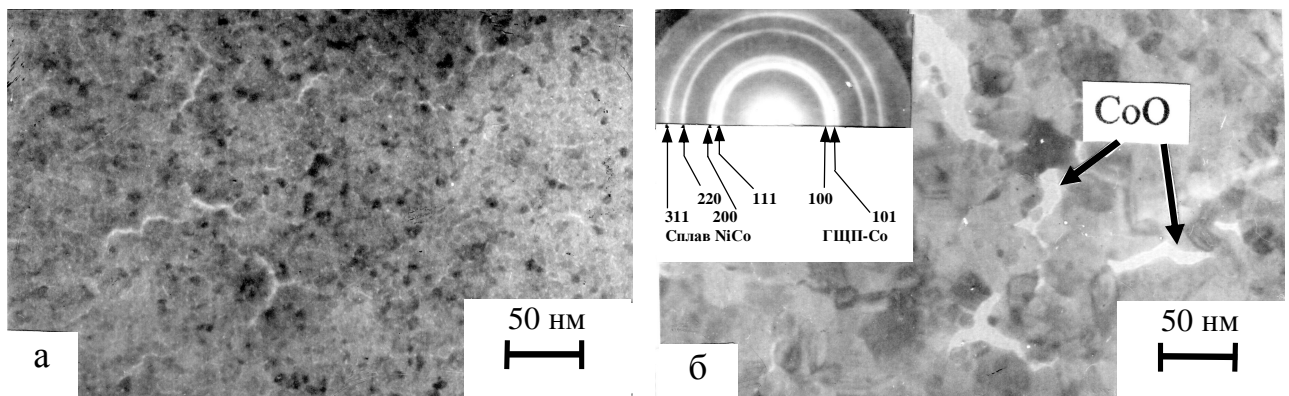


Рис. 3.14. Мікроструктура плівок сплаву CoNi ($c_{Co}=73$ мас.%, $d=50$ нм).

Температура: а – 300 К; б – 1300 К

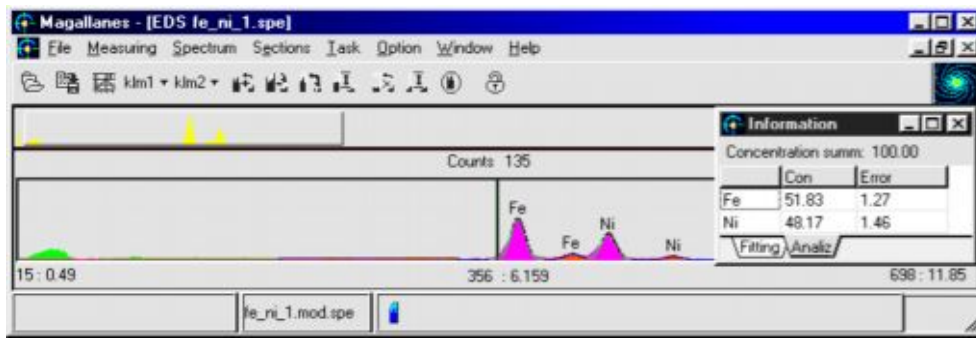
(електронограми на вставках) відрізняється більш суттєво. В обох випадках (як при низьких, так і при високих концентраціях кобальта) в плівках спостерігається двофазний склад: (ГЦК-Ni)+(ГЦК-NiCo) та (ГЦК-CoNi)+(ГЦП-Co), відповідно, хоча, згідно діаграми стану масивного сплаву (рис.3.1 а) при малих концентраціях Co має місце утворення лише ГЦК-сплаву CoNi. Причиною таких відмінностей, скоріше за все, є те, що утворення твердого розчину CoNi при одночасній конденсації Co та Ni на підкладки при $T_{\text{п}}=300$ К не відбувається до кінця (нерівноважний процес), так що навіть високотемпературне ($T=1300$ К) відпалювання не дозволяє повністю зреласувати цю нерівноважність.

Необхідно також зазначити, що на мікрознімках від зразків з $c_{\text{Co}} > 50$ мас.% спостерігаються дефекти пакування (які з'явилися у процесі відпалювання) та характерні контури екстинції (рис.3.14 б). Тут має місце та ж особливість, що спостерігається і в плівках Co [28]: при розмірах кристалітів менш ніж 10 нм в них ускладнене утворення дефектів пакування, що пов'язано з високим енергетичним бар'єром для зсуву дислокацій Шоклі (відомо [124], що ріст дефекта пакування починається на площинах {111} ГЦК-гратки в результаті розщеплення повних дислокацій на дві часткові). Високотемпературні рекристалізаційні процеси, що приводять до збільшення зерен, зумовлюють деяке зниження енергії зародження часткових дислокацій. При відпалюванні плівкових сплавів до 700 К (як уже відзначалося раніше) в них практично не спостерігається утворення оксидів CoO та NiO. У плівках, які пройшли відпалювання до температури $T=1300$ К, паралельно зі збільшенням розмірів кристалітів спостерігається утворення дрібнозернистого оксиду CoO в зразках з $c_{\text{Co}} > 15$ мас.% (рис.3.14 б).

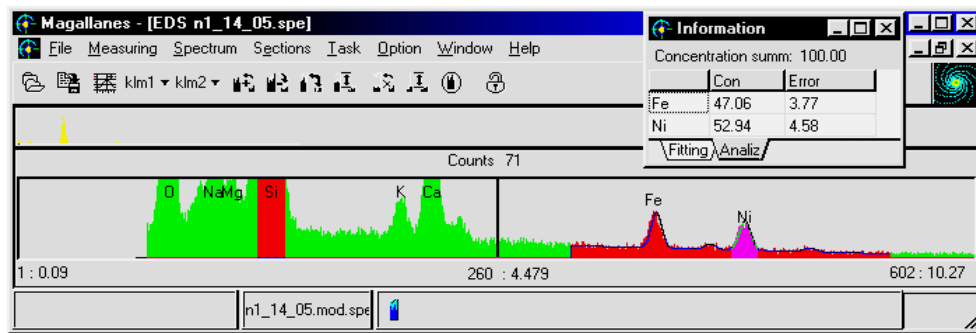
3.3. Елементний, фазовий склад та кристалічна структура плівок пермалою 50Н [94]

Для одержання плівок сплаву FeNi нами було використано сплав, відомий як пермалой 50Н. На рис. 3.15 та в табл. 3.5 приведені результати дослідження складу масивного сплаву FeNi та плівкових сплавів FeNi різної товщини. За даними мікроаналізу, вихідний матеріал містить приблизно 50-52 мас.% Fe та 48-50 мас.% Ni, що в межах похибки аналізу відповідає літературним даним про склад цього сплаву (49,5-50,0 мас.% Ni, домішки (Si, Mn) <1 мас.%, решта Fe [17]).

Характеристичні рентгенівські лінії у лівій частині спектра від плівкових сплавів (рис.3.15 б), як і у випадку плівкових сплавів CoNi, відповідають матеріалу скляної підкладки. Обробка спектрів за допомогою комп'ютерного забезпечення мікроаналізатора показує, що склад одержаних плівок дещо відрізняється від складу вихідного сплаву (приблизно 44-47 ат.% Fe та 53-56 ат.% Ni). Однак слід відзначити, що похибка при визначенні складу плівкових зразків (особливо з малою товщиною) більша, ніж для масивного зразка, як і у випадку плівкових сплавів CoNi (мала кількість речовини в матеріалі плівки і, як наслідок, відхилення реальних спектрів від одержаних математичною обробкою модельних). З іншого боку, оскільки енергія фотонів характеристичного випромінювання Ni більша, ніж Fe, то в масивному матеріалі можливе виникнення вторинної флюоресценції. При цьому інтенсивність лінії Ni зменшується, а інтенсивність лінії Fe, навпаки, збільшується. Комп'ютерна програма математичного забезпечення мікроаналізатора при визначенні концентрації передбачає введення поправки на флюоресценцію. Однак, як вже згадувалося раніше, в плівкових зразках цим ефектом можна знехтувати, внаслідок чого програма дає завищені значення вмісту Ni. В таблиці 3.4 приведено також одержані без врахування поправок значення концентрації Fe, які лежать в межах 50-53 мас.%, що краще відповідає складу вихідного матеріалу. Зі збільшенням товщини плівки вміст заліза трохи



а



б

Рис. 3.15. Характеристичний рентгенівський спектр від масивного сплаву 50Н (а) та плівки (б) з товщиною $d=140$ нм

Таблиця 3.4

Результати дослідження елементного складу масивного та плівкових сплавів FeNi

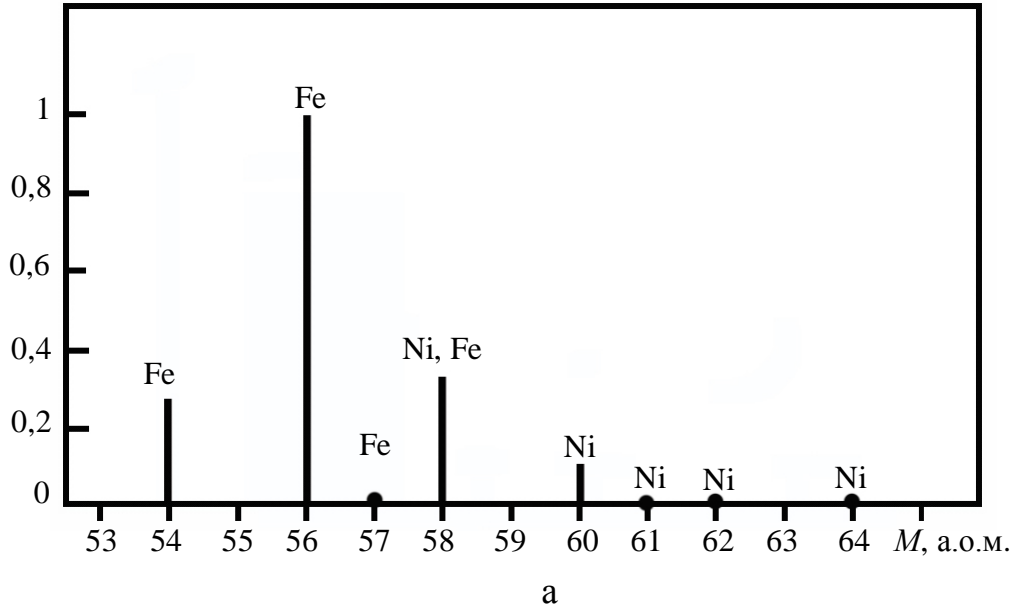
	Розрахунок за допомогою програмного забезпечення з врахуванням поправок				Розрахунок без врахування поправок			
	C_{Fe} , ат. %	C_{Ni} , ат. %	c_{Fe} , мас. %	c_{Ni} , мас. %	C_{Fe} , ат. %	C_{Ni} , ат. %	c_{Fe} , мас. %	c_{Ni} , мас. %
Масивний сплав FeNi (50Н)	51,8-53,4	48,2-46,6	50,6-52,2	49,4-47,8	—	—	—	—
Товщина плівкового зразка, нм								
47	43,9	56,1	42,7	57,3	51,3	48,7	50,1	49,9
100	46,9	53,1	45,7	54,3	50,4	49,6	49,2	50,8
110	47,7	52,3	46,5	53,5	53,7	46,3	52,5	47,5
120	47,1	52,9	45,9	54,1	53,8	46,2	52,7	47,3
140	47,1	52,9	45,9	54,1	53,8	46,2	52,7	47,3

збільшується (за результатами мікроаналізу), що пояснюється збагаченням зконденсованої плівки залізом внаслідок відмінностей і у величинах тиску пари та швидкостей випаровування компонент.

Дослідження елементного складу масивного сплаву (рис. 3.16 а) та плівок (рис.3.16 б) методом ВІМС показує, що на мас-спектрах наявні піки лише найбільш інтенсивних ізотопів (^{54}Fe та ^{56}Fe для заліза; ^{58}Ni та ^{60}Ni для нікелю). Згідно літературних даних [109], Fe має 4 стабільні ізотопи з масовими числами 54, 56, 57 та 58 а.о.м. З них найбільш поширеним є ^{56}Fe (відносна доля 91,75%). Відносна доля інших ізотопів становить 5,81% - ^{54}Fe , 2,15% - ^{57}Fe , 0,29% - ^{58}Fe . Для масивного зразка спостерігаються також менш інтенсивні піки ^{57}Fe , ^{61}Ni , ^{62}Ni та ^{64}Ni . Можливою є наявність також піка ізотопа ^{58}Fe , який перекривається з більш інтенсивним піком ^{58}Ni . Для плівкових сплавів менш інтенсивні піки ізотопів не спостерігаються, що пов'язано з малою кількістю речовини в плівці. На мас-спектрах як масивного сплаву FeNi, так і плівкових сплавів в межах діапазону вимірювань масових чисел 1-200 а.о.м. не виявлені піки оксидів цих металів. У процесі іонного розпилення плівкових сплавів FeNi, як і у випадку плівкових сплавів CoNi, не спостерігалось перерозподілу інтенсивності мас-спектрометричних піків ^{56}Fe та ^{58}Ni , що говорить про гомогенність досліджуваного плівкового сплаву FeNi з товщиною. Таким чином, можна стверджувати ідентичність елементного складу вихідного масивного і плівкового сплавів.

Згідно літературних даних [18, 125], в масивних зразках сплаву FeNi спостерігається сполука з ГЦК-решіткою (таеніт) з параметром, що змінюється від 0,3524 (чистий Ni) до 0,3596 нм ($C_{\text{Ni}}=39\%$). Зокрема, вмісту Ni 49% відповідає значення $a_0=0,3586$ нм. Дослідження фазового складу плівок методом дифракції електронів показало, що у всіх плівках спостерігається ГЦК-фаза з параметром решітки $a=0,359-0,361$ нм (рис. 3.17, вставка; табл. 3.5, 3.6). Таким чином, у плівкових зразках спостерігається деяке збільшення (порівняно з масивними) параметра решітки. Слід відзначити, що на електронограмах відпалених до 700 К плівок сплаву FeNi, крім того, фіксується також ряд ліній

I , відн. од.



I , відн. од.

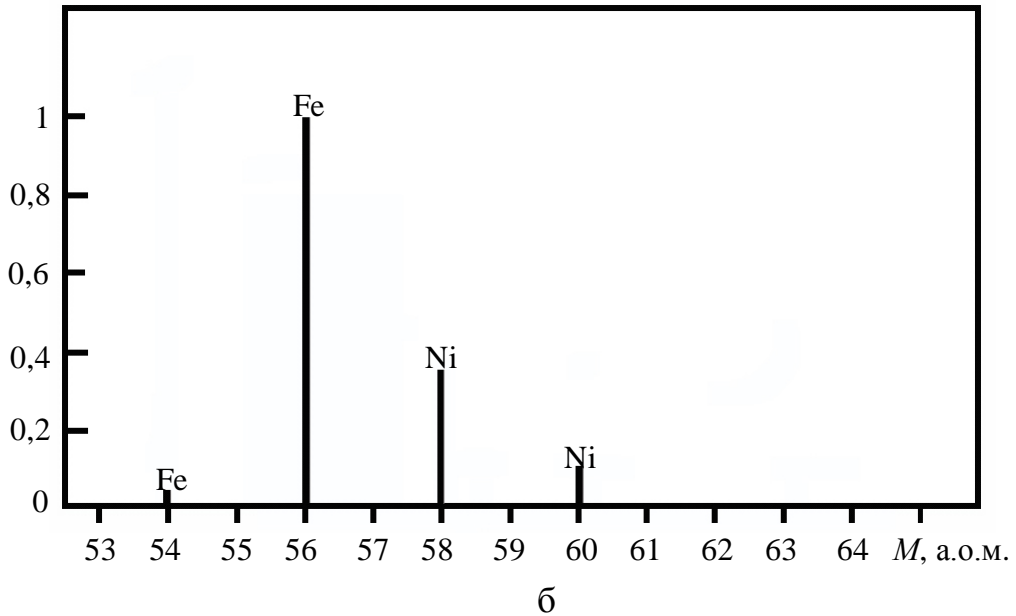


Рис. 3.16. Мас-спектри вторинних іонів масивного (а) та плівкового (б) сплаву FeNi

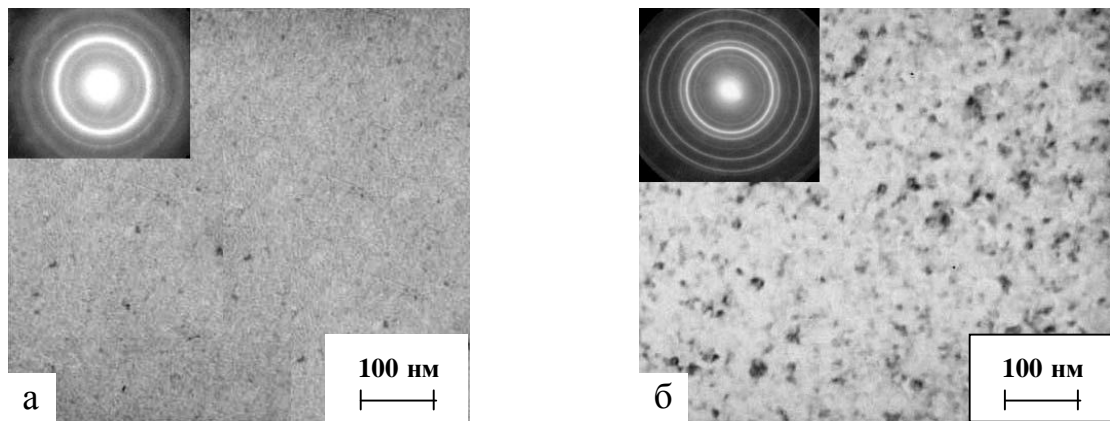


Рис. 3.17. Мікроструктура плівок сплаву FeNi ($d=36$ нм) у невідпаленому (а) та відпаленому (б) стані ($T_B=300$ К)

Таблиця 3.5

Розрахунок параметрів решітки невідпаленої плівки сплаву FeNi

№ лінії	Інтенсивність, в.о.	d , нм	ГЦК-FeNi		Fe ₃ O ₄	
			hkl	a, нм	hkl	a, нм
1	сл.	0,255			311	0,845
2	Д.С.	0,207	111	0,359		
3	С.	0,1805	200	0,361		
4	сл.	0,149			440	0,843
5	С.	0,127	220	0,360		
6	С.	0,109	311	0,361		
Середнє значення параметра				0,360		0,844

Таблиця 3.6

Розрахунок параметрів решітки відпаленої до 700 К плівки сплаву FeNi

№ лінії	Інтенсивність, в.о.	d , нм	ГЦК-FeNi		Fe ₃ O ₄	
			hkl	a, нм	hkl	a, нм
1	д.сл.	0,2975			220	0,841
2	сл.	0,2542			311	0,843
3	Д.С.	0,2081	111	0,360		
4	С.	0,1793	200	0,359		
5	сл.	0,1491			440	0,843
6	С.	0,1263	220	0,357		
7	С.	0,1067	311	0,354		
8	сл.	0,1027	222	0,356		
Середнє значення параметра				0,357		0,843

малої інтенсивності, які відповідають оксиду заліза Fe_3O_4 (табл. 3.6). Для невідпалених плівок фіксується поява лише найбільш інтенсивних з них ((311) та (440), табл. 3.7). Невідпалені плівки мають дрібнозернисту структуру (рис. 3.17 а), внаслідок відпалювання відбувається збільшення розмірів зерен, однак вони не перевищують 50 нм (рис. 3.17 б).

Висновки до розділу 3

1. Дослідження хімічного складу плівкових зразків сплавів CoNi та FeNi показало, що вміст елементів у плівці в цілому відповідає їх вмісту у масивному матеріалі. Одержані плівки сплавів CoNi та FeNi є гомогенними за товщиною, що підтверджується даними ВІМС.

2. Невідпалені плівки сплаву CoNi при вмісті Co менше 70 мас.% мають ГЦК-структуру з розмитими лініями, що вказує на їх дисперсність. При $c_{\text{Co}} \geq 80$ мас.% плівкам властива ГЦП структура.

3. У відпалених плівках CoNi при $c_{\text{Co}} \leq 70$ мас.% зберігається ГЦК решітка, при більшому вмісті Co плівки мають двофазний склад (ГЦК+ГЦП), причиною чого є розмірний фазовий ефект.

4. При товщинах плівок сплаву CoNi менше 20 нм незалежно від складу і товщини спостерігається острівцева структура з розмірами острівців (нанокристалітів) менше 3 нм (невідпалені плівки), які утворюють класичну "лабіринтну" структуру. У результаті відпалювання внаслідок коалесценції розміри острівців збільшуються до 20-25 нм у залежності від товщини плівки.

5. Параметр решітки плівок ГЦК-CoNi збільшується зі збільшенням концентрації Co за практично лінійним законом, тобто для плівкового ГЦК-CoNi сплаву виконується правило Вегарда.

6. Для невідпалених плівок CoNi кристаліти мають приблизно рівноосну форму. Після відпалювання кристаліти мають значну нерівноосність. У напрямку, перпендикулярному до площини плівки, їх розмір складає 20-25 нм.

7. Запропонований метод одержання плівкових сплавів CoNi випаровуванням наважок відомого складу дозволяє одержувати плівки цих сплавів з наперед заданим вмістом компонент.

8. Плівки сплаву Fe₅₀Ni₅₀ мають ГЦК-решітку з параметром $a=0,359-0,361$ нм. Невідпалені плівки мають дрібнозернисту структуру, відпалювання приводить до збільшення розмірів зерен до 50 нм.

РОЗДІЛ 4

РОЗМІРНІ ТА ТЕМПЕРАТУРНІ ЕФЕКТИ В ЕЛЕКТРОПРОВІДНОСТІ ТОНКИХ ПЛІВОК СПЛАВІВ CoNi I FeNi

4.1. Закономірності зміни електропровідності плівкових сплавів CoNi та FeNi в процесі термостабілізації [94, 95, 113-116]

Як відзначалося раніше, для стабілізації властивостей плівкові зразки проходили термообробку нагріванням до температури 700 К. Одночасно з плівками на скляних підкладках аналогічну термообробку проходили також і зразки для електронно-мікроскопічних досліджень, нанесені на сколи NaCl та KBr з аморфною вуглецевою плівкою. Незважаючи на відмінність матеріалів підкладки, порівняння результатів стосовно структури плівок є коректним, оскільки, згідно з даними літератури [126], хід залежностей електрофізичних властивостей в подібних умовах (порівнювалися плівки на склі та сколах NaCl) має однаковий характер.

На залежностях електричного опору від температури (рис.4.1 б-д), одержаних у процесі нагрівання при першому циклі термообробки можна умовно виділити три ділянки. Перша з них характеризується незначною зміною (частіше за все збільшенням) опору та близьким до нуля значенням ТКО. Для плівок з малими товщинами ($d < 25-30$ нм) ця ділянка не спостерігається (рис. 4.1 а). На другій ділянці для всіх зразків, незалежно від їх складу та товщини, відбувалося суттєве зменшення питомого опору. Як показано у роботі [64], подібний хід кривої $\rho(T)$ пов'язаний з перебудовою нерівноважної структури зразків під впливом температури. При досить великій товщині плівок (понад 50 нм) при першому циклі відпалювання спостерігається також третя ділянка, на якій проявляється типова металічна залежність $R(T)$. При переході до плівок з концентрацією понад 60-70 мас.% Co дана ділянка стає менш чітко вираженою, незначне зменшення опору спостерігається аж до максимальної температури (рис. 4.1 г). Зважаючи на дані електронно-

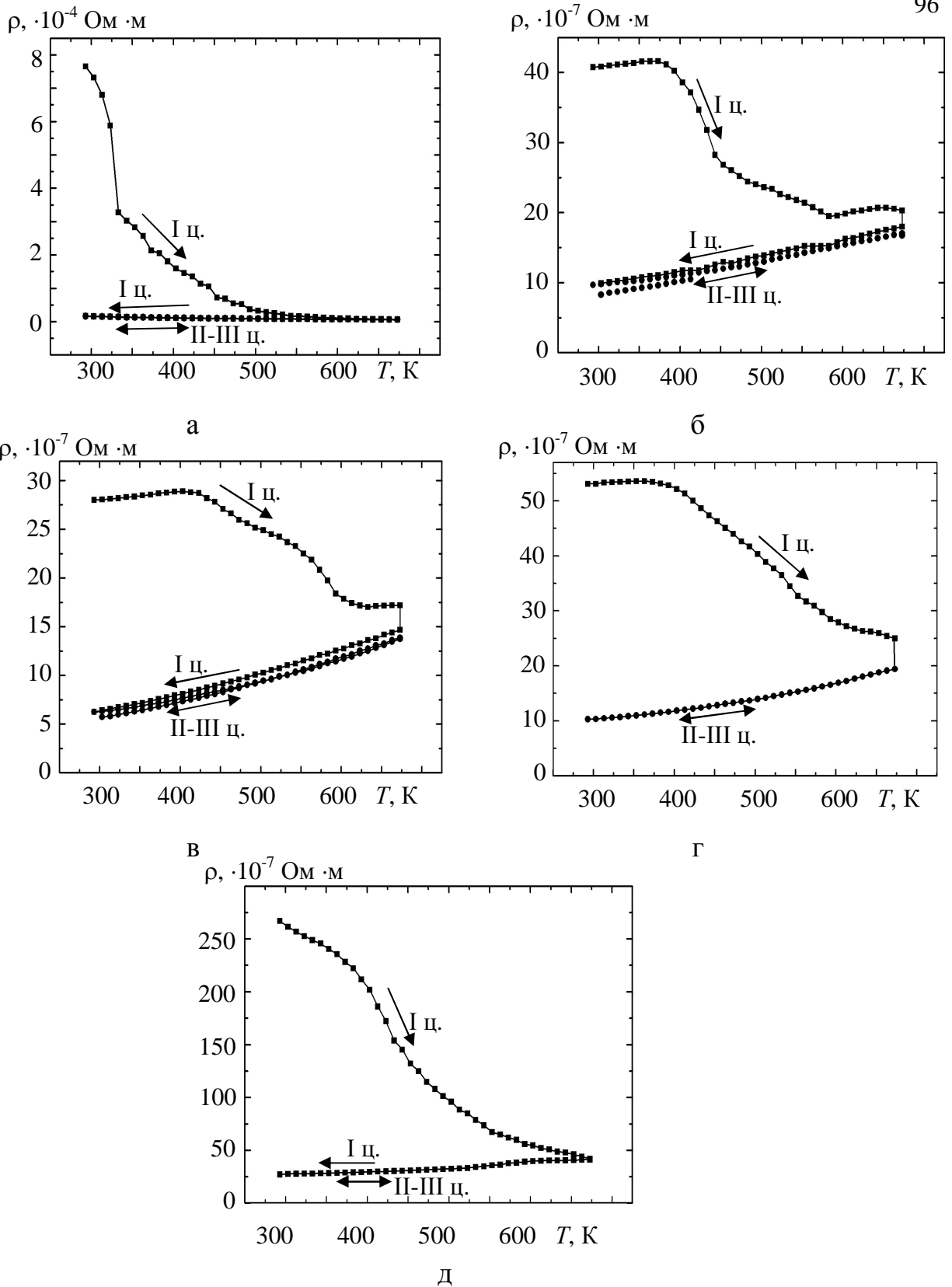


Рис. 4.1. Зміна питомого опору плівкових сплавів CoNi в процесі термостабілізації: а – $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$, $d=18$ нм; б – $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$, $d=80$ нм; в – $\text{Co}_{40}\text{Ni}_{60}$, $d=54$ нм; г – $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$, $d=70$ нм; д – $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$, $d=44$ нм

мікроскопічних досліджень (рис. 3.10), такий хід залежності питомого опору можна пов'язати з заліковуванням дефектів кристалічної будови та проходженням рекристалізаційних процесів. Збільшення розмірів кристалітів та вдосконалення структури зменшує вплив розсіювання електронів провідності на дефектах, що проявляється у зменшенні електричного опору.

Зменшення електричного опору на другій ділянці (рис 4.1 б-г) для досить товстих плівок складало 3-5 разів, тоді як у випадку малих товщин питомий опір зменшувався у 10-50 разів, а в окремих випадках (для ультратонких зразків з $d < 20$ нм) мало місце його зменшення на 2-3 порядки. Відносно невелике зменшення опору у випадку товстих плівок ($d > 50$ нм), швидше за все, пов'язане з тим, що вже в процесі конденсації товстої плівки відбувається часткове автозаліковування дефектів. Для плівок товщиною понад 50 нм температура, при якій починалося зменшення опору, складала 380-400 К, для більш тонких плівок вона зменшується (зокрема, при товщинах $d \leq 25$ нм зменшення опору починалося відразу після початку відпалювання, перша ділянка відсутня). Таку її зміну можна пояснити більшою дефектністю структури тонких плівок порівняно з більш товстими, внаслідок чого процеси заліковування можуть починатися при нижчих температурах та мати меншу енергію активації E_m .

Експериментальні криві зміни питомого опору в процесі першого та другого циклів термостабілізації (рис. 4.1) були використані нами для розрахунку спектру дефектів у тонких плівках сплаву CoNi. Типові залежності $F_0(E)$ для плівок приблизно однакової товщини ($d=60$ нм) та різним вмістом Co приведені на рис. 4.2, 4.3. Для плівкових сплавів CoNi можна відзначити наявність структурних дефектів трьох типів з енергіями активації $E_{m1}=0,55-0,64$ еВ, $E_{m2}=0,73-0,75$ еВ та $E_{m3}=0,80-0,84$ еВ. Для плівок з вмістом Co понад 80 мас.% (рис.4.2 б) спостерігається поява ще одного максимуму, який відповідає енергії активації 0,95-1,0 еВ. Одержані результати узгоджуються з даними [127] для плівок чистих металів Co та Ni.

Перш ніж обговорити одержані результати, необхідно відзначити, що нам не відомі роботи, де методика Венда була б застосована для розрахунку спектра

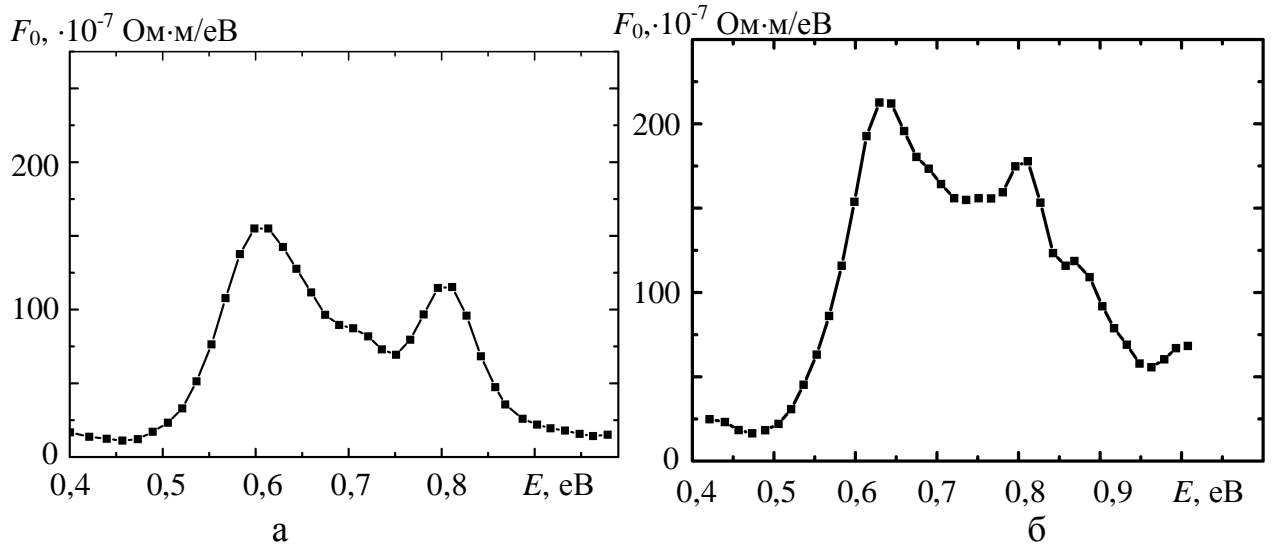


Рис. 4.2. Типові залежності функції розподілу дефектів $F_0(E)$ для плівок CoNi з товщиною $d=60$ нм: а – $c_{Co}=20$ мас.%, б – $c_{Co}=90$ мас.%

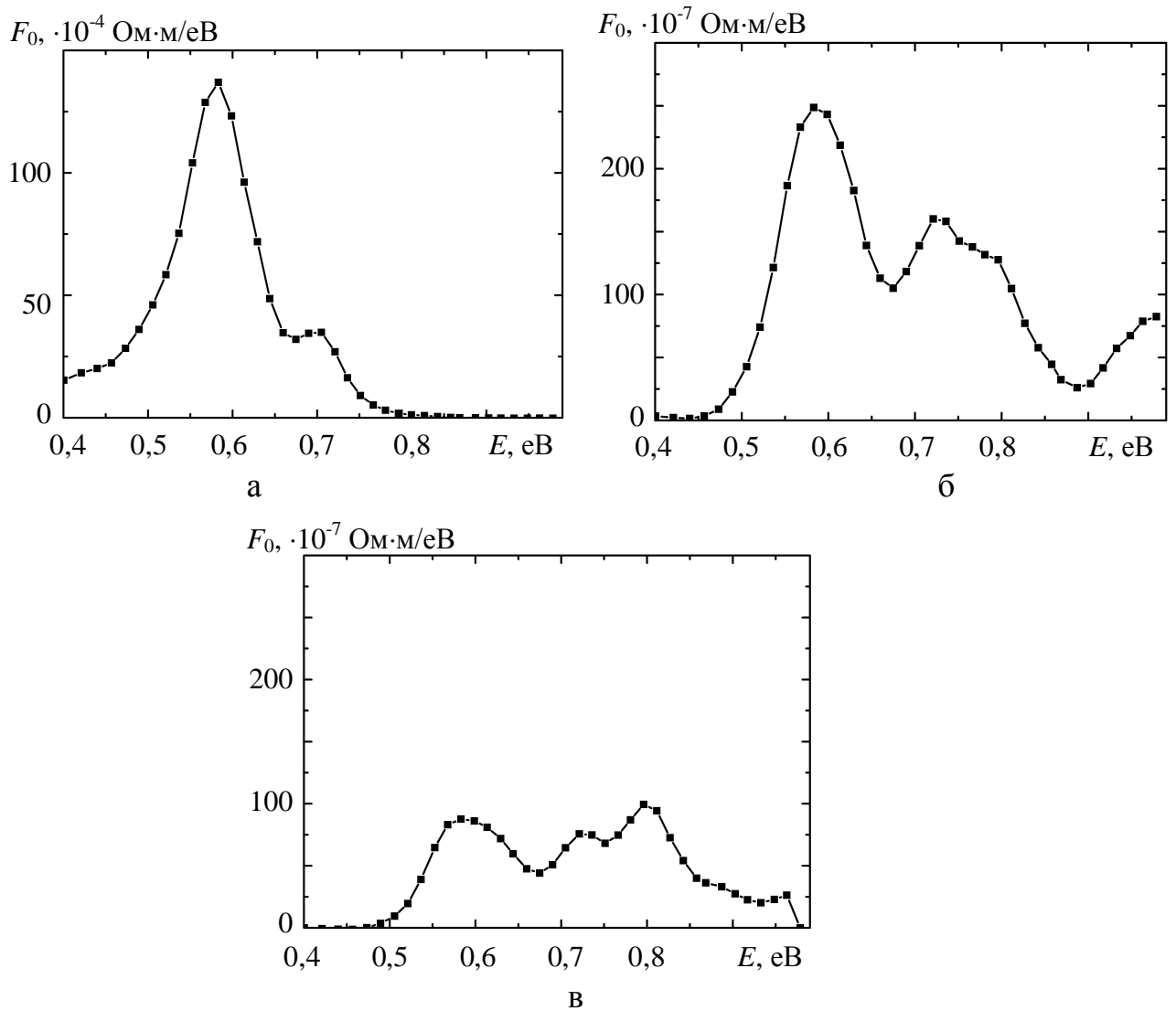


Рис. 4.3. Залежності функції розподілу дефектів $F_0(E)$ для плівок CoNi з вмістом Co $c_{Co}=80$ мас.%. Товщина плівок: а – $d=20$ нм, б – $d=60$ нм, в – $d=110$ нм

дефектів у плівкових сплавах CoNi. Для плівкових сплавів NiCu [35] було встановлено, що в спектрах дефектів кристалічної будови цих сплавів спостерігаються два максимуми з енергіями заліковування $E_{m1}=(0,46-0,51)$ eV та $E_{m2}=(0,58-0,64)$ eV для плівок приблизно таких же товщин, що трохи менше, ніж для плівок наших сплавів. Скоріше за все, це пов'язано з меншими розмірами кристалітів у плівках сплаву CoNi у порівнянні з плівками сплаву CuNi та більшими значеннями енергії самодифузії E_s атомів Co та Ni ($E_s=2,9-2,95$ eV) у порівнянні з енергією самодифузії атомів Cu ($E_s=2,05$ eV) [127].

При збільшенні товщини плівок значного зміщення максимумів не спостерігалось, однак спектр дефектів зазнає змін (рис. 4.3). Зразки з малою товщиною мають набагато більш дефектну структуру (рис. 4.3 а), причому найбільший внесок дефектів з малою енергією активації заліковування. При збільшенні товщини плівки співвідношення внесків дефектів з різними енергіями стає співвимірним (рис. 4.3 б, в) при одночасному зменшенні загального числа дефектів. Цей результат пояснює причину відсутності для тонких плівок першої ділянки на залежності $\rho(T)$ для першого циклу та стрімке падіння опору на початку відпалювання. Поява декількох ділянок з різною швидкістю зменшення опору (рис. 4.1 б-г) під час першого циклу нагрівання відповідає збільшенню долі дефектів з більшою енергією активації заліковування. У [34] обґрунтовується думка про те, що одним з можливих типів дефектів у плівках є комбінація "вакансія-домішковий атом газу із залишкової атмосфери". Швидше за все, максимум з енергією E_{m1} відповідає саме цьому типу дефектів, причому їх внесок в загальний опір для дуже тонких плівок є визначальним через відносно великий внесок атомів приповерхневих шарів у загальне число атомів у плівці і, можливо, малі швидкості конденсації. У більш товстих плівках приповерхневий шар, збагачений домішковими атомами газу залишкової атмосфери, менше впливає на опір плівок, а внесок інших типів дефектів, які локалізуються в об'ємі самої плівки, збільшується.

Характерною особливістю плівок CoNi з товщиною $d < 20-25$ нм є різке (рис. 4.1 а) (порівняно з товщими плівками (рис. 4.1 б-д)) падіння опору при

першому відпалюванні. Згідно з [21], це вважається ознакою початкової аморфної структури плівок. Однак електроннографічні дослідження (рис. 3.9) невідпалених зразків все ж підтверджують факт нанокристалічності таких плівок. Крім того, дані електронної мікроскопії вказують на дещо інший характер зміни структури таких плівок. На початкових стадіях утворення плівки є електрично і структурно несучільними (острівцевими), а в результаті термостабілізації відбувається лише збільшення розмірів острівців без утворення ділянок безпосереднього контакту ("містків") між острівцями. Наслідком цього є суттєво інший хід температурної залежності.

Третя ділянка, яка спостерігається при першому нагріванні і на якій відбувається збільшення опору з температурою, очевидно, пов'язана з закінченням процесів рекристалізації і переходом вже у першому циклі термообробки до звичайного для металів характеру зміни опору з температурою.

У процесі охолодження першого циклу та у подальших циклах термостабілізації не відбувається суттєвих змін питомого опору, а хід залежності відтворюється з високою точністю (рис 4.1 а-д). Для розрахунків параметрів електропереносу в рамках теоретичних моделей електропровідності нами використовувалися дані, одержані під час III циклу нагрівання.

Для плівок сплаву FeNi у спектрі дефектів спостерігається два максимуми з енергіями 0,77-0,80 eV та 0,90-0,95 eV (рис. 4.4). Для цих плівок спостерігаються менші значення функції розподілу дефектів $F_0(E)$ навіть для плівок з товщиною 40-60 нм. Відсутність максимумів з малими значеннями енергії активації може бути пов'язана з більшою хімічною активністю заліза. В процесі конденсації, згідно з даними електроннографічних досліджень спостерігається утворення оксиду заліза Fe_3O_4 (п.3.3). В процесі термостабілізації спостерігається збільшення ліній фази оксиду заліза Fe_3O_4 . Можливо, що при цьому атоми домішкової атмосфери (зокрема, O) не приймають участі в заліковуванні дефектів, а переходять у зв'язаний стан.

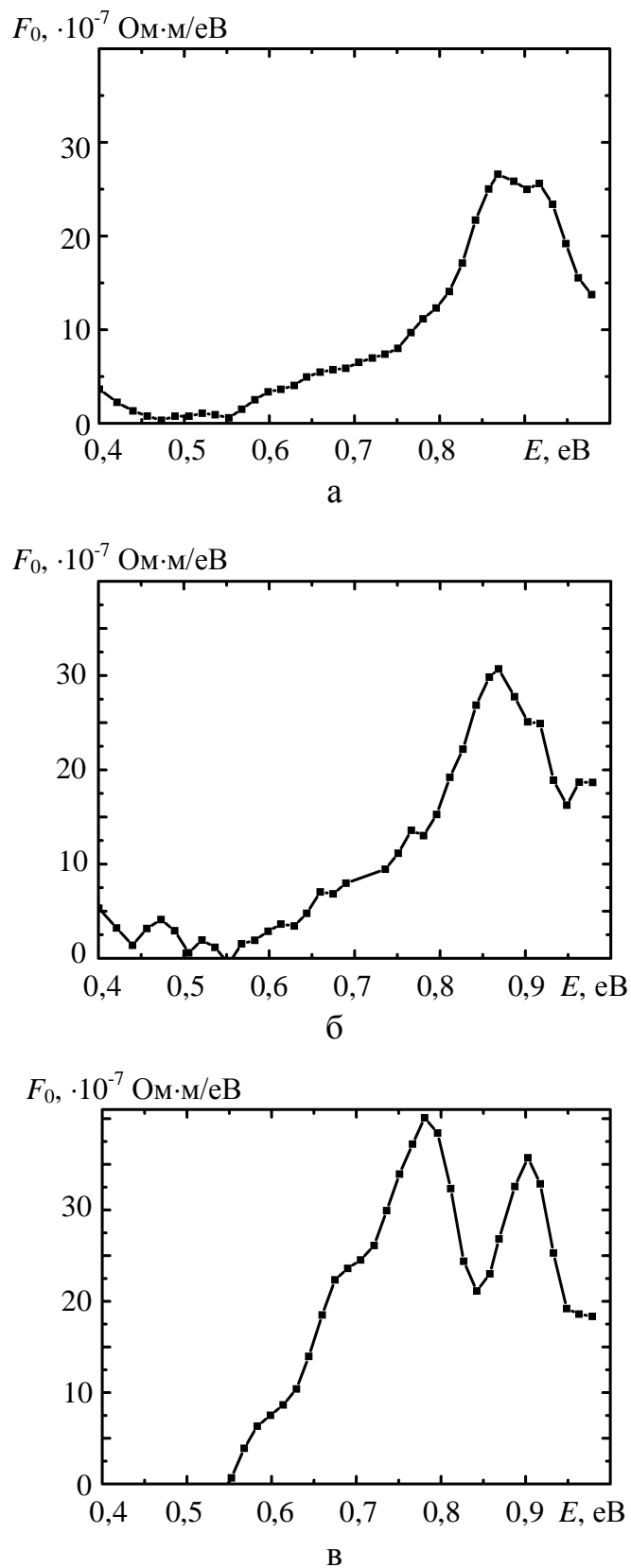


Рис. 4.4. Спектр дефектів плівок сплаву FeNi. Товщина плівок: а – $d=45$ нм, б – $d=75$ нм, в – $d=120$ нм

4.2. Електропровідність надтонких плівок сплаву CoNi [112, 128]

В силу описаних у розділі 3.2.2 структурних особливостей надтонких металічних плівок ($d < 20$ нм), при II-III циклах відпалювання їм властивий особливий хід температурної залежності питомого опору, близький до напівпровідникової. При цьому електропровідність плівок визначається в першу чергу не складом, а розміром острівців і проміжків між ними.

Зараз існує декілька теоретичних моделей, що описують механізм провідності острівцевих металевих плівок [57, 126, 99, 119]. Перші спроби пояснити температурну залежність опору острівцевих плівок дозволили встановити емпіричну залежність опору плівок великої кількості чистих металів (W, Ta, Mo, Ru, Pt, Fe, Ni, Cu, Au, Ag, Al) від температури [119]

$$R(T) = A_0 T^{-\lambda} \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) = C(T) \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right) \quad (4.1)$$

де A_0 – деяка константа;

T – абсолютна температура,

k – стала Больцмана;

λ - параметр, що змінюється в межах від 0,5 до 2 у залежності від ефективної товщини плівки;

E_a – ефективна енергія активації процесу провідності.

Енергія активації провідності E_a змінюється в межах від 0,001 еВ до 0,3 еВ і суттєво залежить від розмірів острівців. Чим менша ефективна товщина плівки (і, відповідно, менші розміри острівців), тим більшою є величина енергії активації.

В основі більшість моделей електропровідності острівцевих плівок лежать ідеї Я.Френкеля, який запропонував два основних механізми подолання електронами потенціального бар'єру між острівцями: класичний – коли електрон долає бар'єр за рахунок енергії, що перевищує висоту бар'єра, і

квантовий – коли електрон проходить через бар'єр за рахунок квантово-механічного ефекту тунелювання.

Не вдаючись глибоко в теоретичний аналіз обох цих механізмів (див., наприклад, [119]) необхідно зауважити, що, на жаль, жоден з них не дозволяє описати в повній мірі експериментальні залежності електричного опору від ефективної товщини плівки (розміру острівців). Зараз переважними є уявлення про термічно активоване тунелювання електронів від одного острівця до іншого. При цьому енергія активації тунелювання визначається в основному розмірами острівців та проміжків між ними і не залежить від роботи виходу електронів з металу. Тоді питомий опір плівки може бути представлений у вигляді [57]:

$$\rho = \rho_0(1 + \beta T) + C \exp\left(\frac{E_a}{kT}\right), \quad (4.2)$$

де перший доданок описує звичайну металеву залежність опору, а другий пов'язаний з деяким термічно активованим процесом (формула (4.1)).

Для плівок сплавів CoNi з ефективною товщиною 5-10 нм під час другого та подальших циклів спостерігається повторюваність експоненціальної залежності опору від температури з від'ємними значеннями ТКО β (рис. 4.5 а). При збільшенні ефективної товщини плівки до 15-20 нм величина β (залишаючись від'ємною) зменшується по абсолютній величині, наближаючись до нуля (рис. 4.5 б). Очевидно, це відповідає приблизно однаковому внеску доданків у виразі (4.2). При ефективній товщині плівки понад 25-30 нм спостерігається лише характерний для металів хід кривої $\rho(T)$ з додатними значеннями ТКО (рис. 4.5 в-г), що відповідає домінуючій ролі першого доданка.

За даними, одержаними для плівок з експоненціальною залежністю опору від температури, можна визначити величину енергії активації провідності. Нехтуючи (внаслідок малості) внеском першого доданку у виразі (4.2) для таких плівок, після його логарифмування маємо:

$$\ln \rho = \ln C + \frac{E_a}{kT}, \quad (4.3)$$

тобто в координатах $\ln \rho(1/T)$ або $\ln R(1/T)$ графік даної залежності є прямою, кутовий коефіцієнт якої дає можливість визначити E_a . На рис. 4.6 показано хід даної залежності у спрямляючих координатах для ряду плівок різної ефективної товщини $d_{\text{еф}}$. Як бачимо, в певному температурному інтервалі залежність дійсно може апроксимуватися лінійною функцією. З рис. 4.6 також слідує, що зі зменшенням ефективної товщини плівки величина E_a збільшується. Відхилення від прямої в області високих температур, швидше за все, пов'язане з тим, що при збільшенні температури внесок першого доданку у виразі (4.2) зростає, а другого – зменшується, так що нехтувати першим доданком вже не можна. Розрахунок енергії активації методом найменших квадратів дає значення 10^{-2} - 10^{-3} еВ, типові для чистих металів [99].

На рисунку 4.7 представлена одержана нами розмірна залежність енергії активації $E_a(d_{\text{еф}})$ для острівцевих плівок сплавів CoNi. Зі зростанням ефективної товщини плівки величина енергії активації провідності E_a зменшується (зменшуються відстані між острівцями). Максимальне значення величини енергії активації провідності дорівнює 0,1 еВ. Одержана залежність $E_a(d_{\text{еф}})$ аналогічна залежностям для острівцевих плівок чистих металів [119] та острівцевих плівок сплавів NiCu [129]. Таким чином, енергія активації визначається розміром острівців і відстанями між ними, а не складом плівок (чистий метал чи сплав).

4.3. Вплив температури на питомий опір та ТКО плівкових сплавів CoNi та FeNi товщиною понад 30 нм [94, 95, 110, 114-116]

Для плівок з товщиною понад 30 нм (рис. 4.8 а) зі збільшенням температури опір зразків також зростає ($\beta > 0$), що є типовим для масивних металів та сплавів. Зміна знаку ТКО при переході до плівок цих товщин пов'язана з утворенням спочатку електрично, а потім структурно суцільних

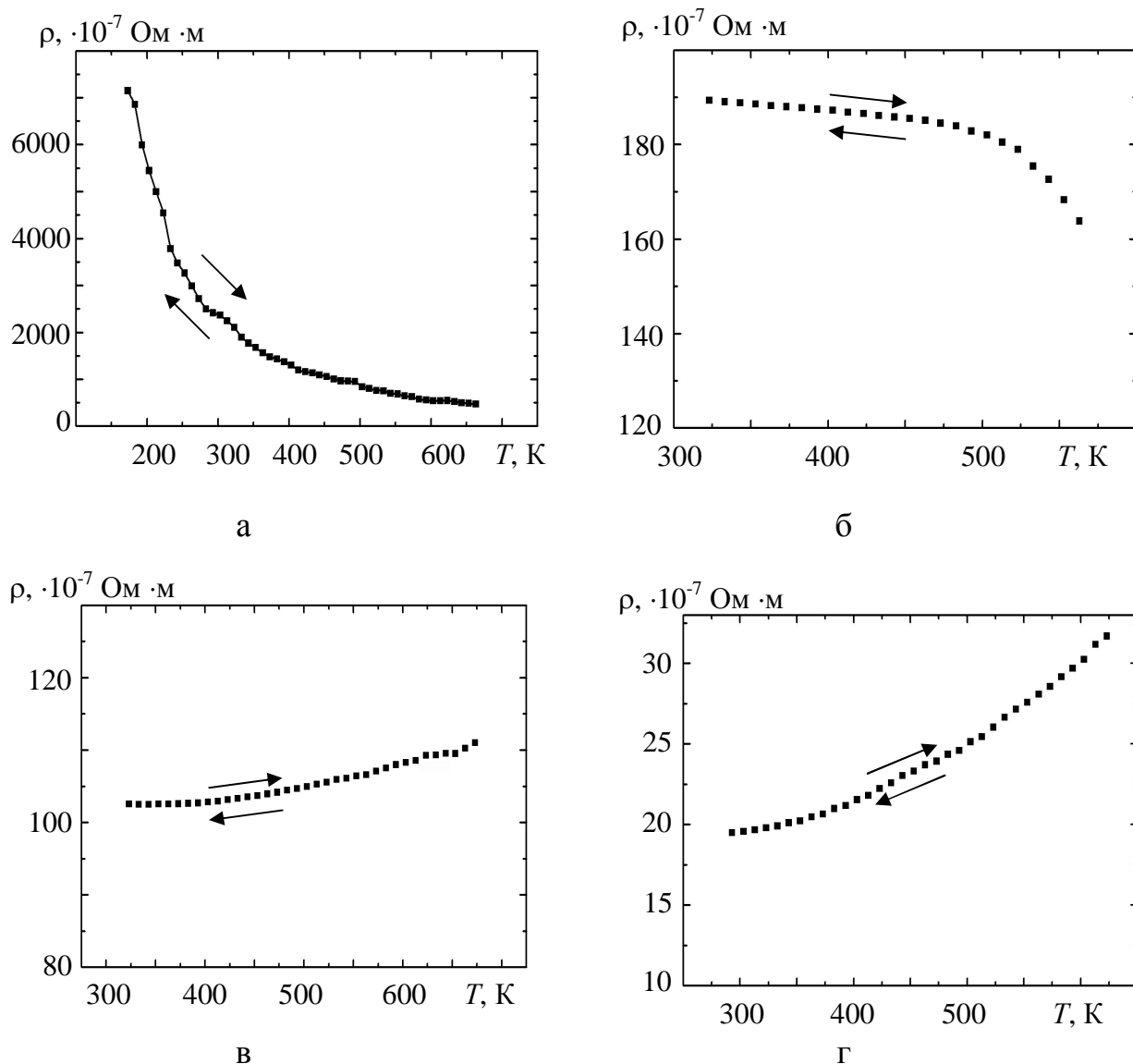


Рис.4.5. Температурна залежність питомого опору плівок сплаву $\text{Co}_{10}\text{Ni}_{90}$:

а – $d=10$ нм; б – $d=16$ нм; в – $d=20$ нм; г – $d=30$ нм

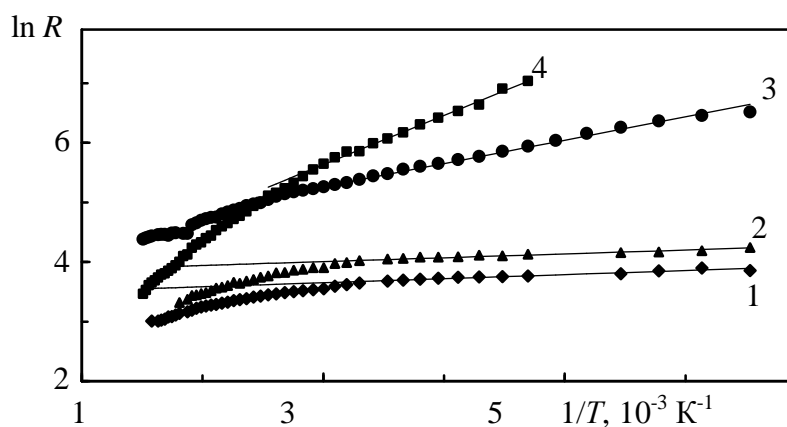


Рис.4.6 Залежності опору від температури для плівок сплаву $\text{Co}_{40}\text{Ni}_{60}$ різної ефективної товщини в спрямляючих координатах :

1 – $d=15$ нм; 2 – $d=14$ нм; 3 – $d=12$ нм; 4 – $d=10$ нм

плівок, що підтверджується даними електронно-мікроскопічних досліджень. При збільшенні товщини плівок щільність заповнення поверхні плівки острівцями збільшується, а проміжки між ними зменшуються. Так, при товщинах близько 25-30 нм (рис. 3.9 е) між острівцями виникають містки, внаслідок чого провідність набуває типового для металів характеру. Обробка цих експериментальних даних показує, що залежність $\rho(T)$ для суцільних плівок сплавів CoNi є квадратичною, що властиво масивним феромагнітним металам [71] та їх плівкам [130] при температурах, нижчих температури Кюрі Θ_C і пояснюється впливом електрон-магنونної взаємодії. На рис. 4.8 приведено типові залежності питомого опору від температури в звичайних (рис.4.8 а) та в спрямляючих координатах $\rho(T^2)$ (рис. 4.8 б) для плівок сплаву CoNi з вмістом кобальту 60 мас.%. Згідно [58], квадратична залежність опору від температури властива плівкам Co в інтервалі температур 300- Θ_1 , де величина Θ_1 лежить в межах 530-630 К в залежності від товщини плівки. При вищих температурах залежність $\rho(T)$ є лінійною. Для плівок Ni, як і для масивного матеріалу, залежність $\rho \sim T^2$ спостерігається до температури Кюрі Θ_C . У випадку масивного нікелю величина $\Theta_C=631$ К, для плівкових зразків спостерігається зменшення Θ_C до 570-580 К за рахунок розмірної залежності. Для сплавів CoNi в масивному стані температура магнітного перетворення Θ_C монотонно зростає зі збільшенням концентрації кобальту від 631 К (чистий Ni) до 1404 К для Co [14]. При вмісті Co більше за 10 мас.% температура переходу є вищою за 740 К, тобто знаходиться за межами дослідженого нами температурного інтервалу. Для плівок ця температура може знижуватися за рахунок впливу фазового розмірного ефекту, однак це зменшення не перевищує 10-15% від значення температури Кюрі масивного матеріалу [131], тобто зменшення цієї температури до 670-700 К навряд чи можливе для плівок наших товщин. Як наслідок, для досліджених плівкових сплавів CoNi спостерігається одна прямолінійна ділянка на залежності $\rho(T^2)$, аналогічно плівкам чистого Ni.

Аналогічні закономірності спостерігаються і для плівок сплаву FeNi (пермалой 50Н) (рис. 4.9). Для них також характерним є значне зменшення

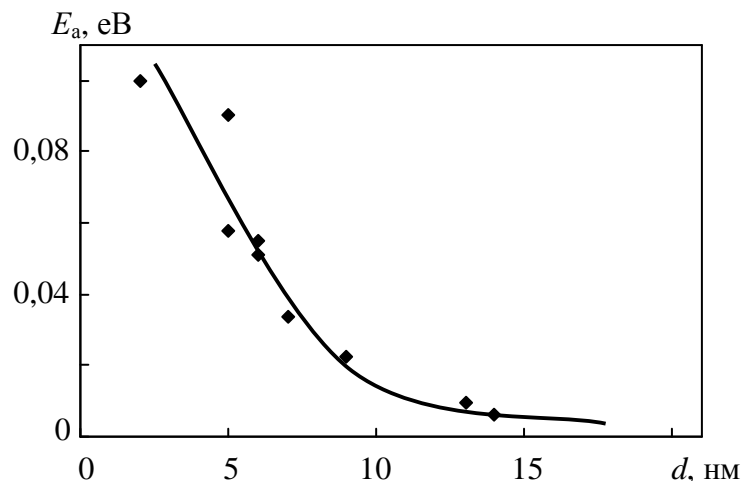


Рис.4.7. Залежність енергії активації провідності E_a від ефективної товщини для острівцевих плівок сплаву CoNi ($c_{Co}=10-90$ мас.%)

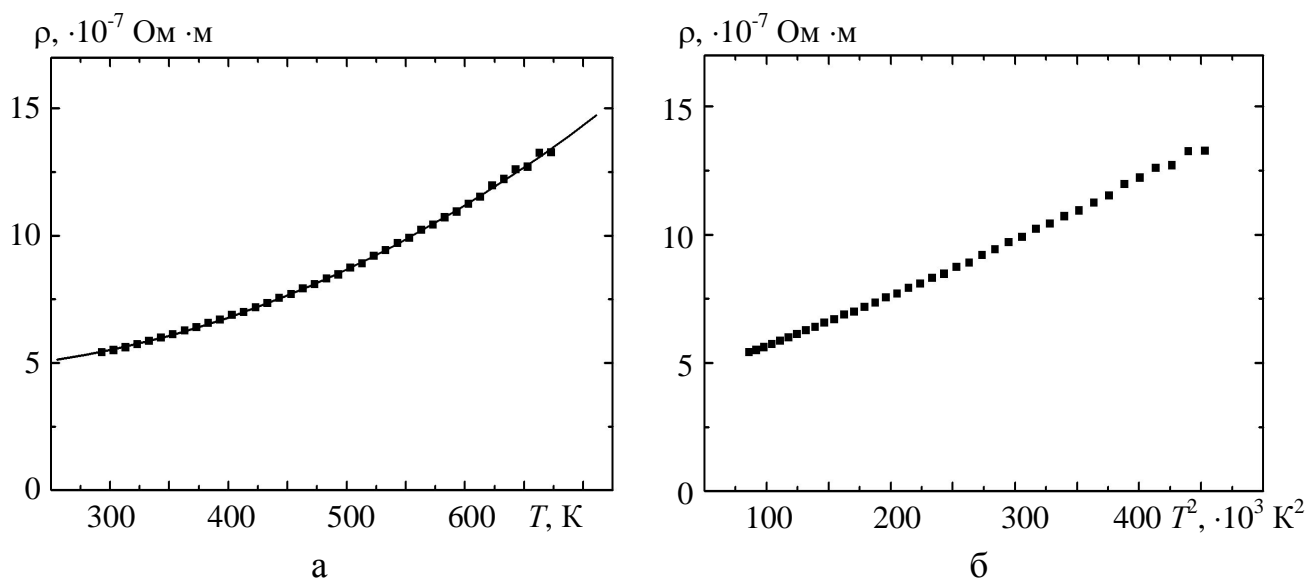


Рис.4.8. Типова залежність питомого опору від температури (а) та залежність в спрямляючих координатах (б) для плівки CoNi ($c_{Co}=60$ мас.%, $d=80$ нм)

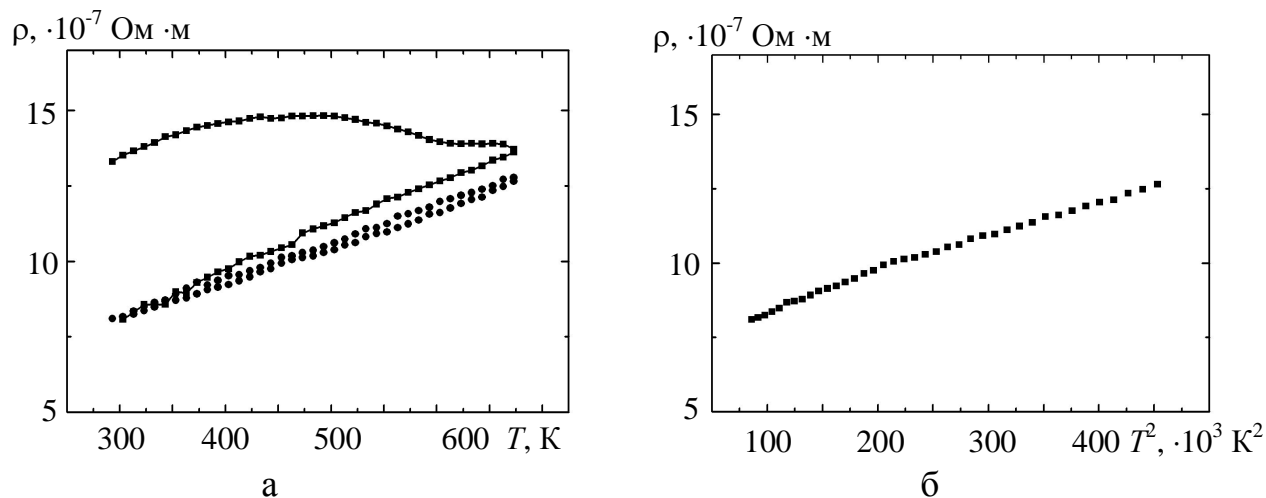


Рис.4.9. Типова залежність питомого опору від температури (а) та залежність в спрямляючих координатах $\rho=\rho(T^2)$ (б) для плівкового сплаву FeNi ($d=150$ нм)

питомого опору в процесі першого циклу термостабілізації, причиною якого виступають процеси росту кристалітів та вдосконалення їх структури. Для досить товстих плівок ($d > 60$ нм) на графіку залежності $\rho = \rho(T)$ для першого циклу термостабілізації спостерігається ділянка збільшення опору з ростом температури (температура закінчення рекристалізації 600-650 К, причому збільшення товщини супроводжується зниженням цієї температури). В результаті відпалювання під час першого циклу питомий опір зразків зменшується у 1,5-2 рази (для плівок з товщиною 20-30 нм – у 3 і більше разів). Зменшення опору для сплавів FeNi є меншим, ніж для сплавів CoNi, що, швидше за все, пов'язане з особливостями кристалічної структури плівок цих сплавів. Згідно з даними електронно-мікроскопічних досліджень, після термостабілізації середній розміри кристалітів у плівках FeNi є меншим, ніж у плівках CoNi (рис. 3.10 та 3.17) після аналогічної обробки.

Подальші цикли відпалювання плівок FeNi практично не змінюють опір зразків (рис. 4.9 а). Аналогічно плівкам сплаву CoNi, графік залежності питомого опору від температури спрямляється в координатах $\rho(T^2)$ (рис. 4.9 б), на якій можна виділити дві ділянки з різними кутовими коефіцієнтами. Зміна коефіцієнтів залежності приблизно відповідає температурі Дебая сплаву FeNi.

Хід температурної залежності ТКО для плівкових сплавів CoNi (рис.4.10) та FeNi (рис. 4.11) в цілому аналогічний відповідним залежностям для чистих металів. Як відзначалося раніше, у вибраних умовах термообробки нами не спостерігалися особливості на залежності $\beta(T)$, які можна було б пов'язати з точкою Кюрі сплавів CoNi. Поряд з цим на залежностях $\beta(T)$ для цих сплавів спостерігаються слабо виражені особливості при температурі 400-450 К, яка близька до температури Дебая сплавів при лінійній інтерполяції її залежності від концентрації (для чистих металів $\Theta_D^{Co} = 385$ К, $\Theta_D^{Ni} = 465$ К [12]). На рис. 4.10 та 4.11 стрілками показано розрахункове значення температури Дебая відповідних сплавів, одержане лінійною апроксимацією залежності $\Theta_D(c_{Co})$. При вмісті Co 40-90 мас.% на залежності з'являється особливість, яка,

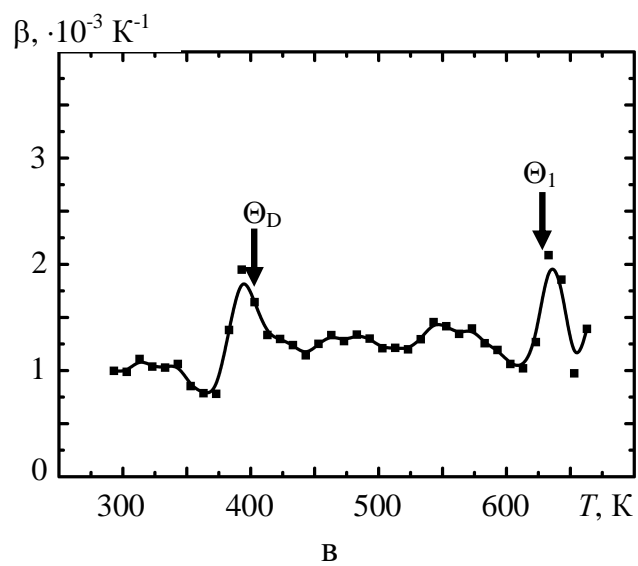
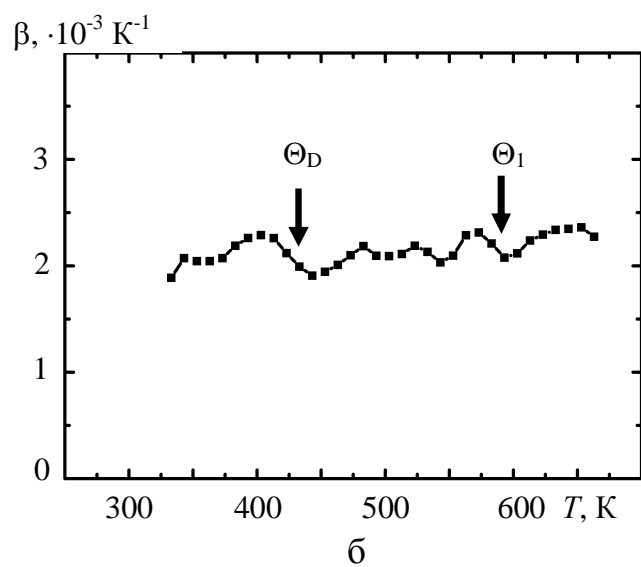
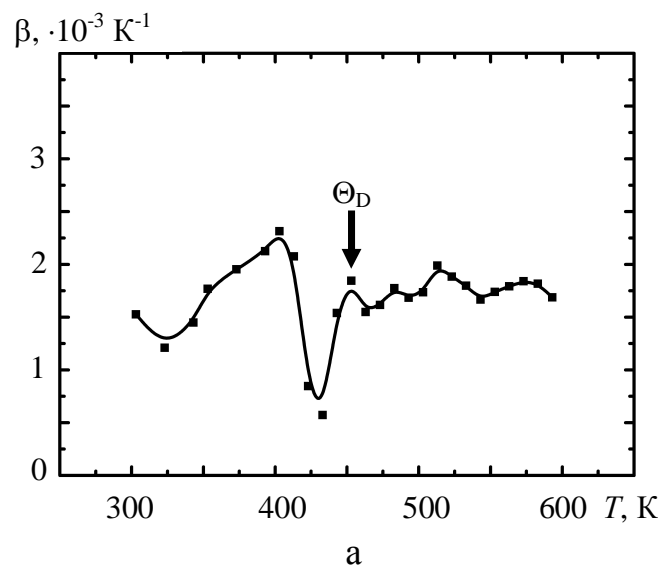


Рис.4.10. Температурна залежність питомого опору плівкових сплавів CoNi (товщина плівок $d \approx 50$ нм). Вміст Co, мас. %: а – 10; б – 40; в – 80

можливо, пов'язана з проявом температури Θ_1 переходу до лінійної залежності $\rho(T)$ (аналогічно чистому Со).

Для сплаву FeNi (пермалой 50Н) в масивному стані температура Кюрі складає $\Theta_C^{\text{FeNi}}=773$ К [17], що також виключає появу відповідних зламів на залежності ТКО від температури (рис. 4.11) при відпалі до 700 К. Разом з тим на залежностях $\beta(T)$ для цього сплаву також можна відзначити особливість при температурі приблизно 420-450 К. Вона пов'язана, швидше за все, з температурою Дебая сплаву. Оскільки для чистих металів в масивному стані значення цих величин майже співпадають ($\Theta_D^{\text{Ni}}=465$ К, $\Theta_D^{\text{Fe}}=467$ К [12]), можна очікувати, що сплав матиме таке ж значення температури Дебая.

В роботі [132] для оцінки величини ТКО сплавів CuNi запропоноване співвідношення:

$$\beta(T) = \frac{\beta_1(T)}{1 + \frac{C_2 \rho_2}{C_1 \rho_1}} + \frac{\beta_2(T)}{1 + \frac{C_1 \rho_1}{C_2 \rho_2}}, \quad (4.4)$$

де β - ТКО сплаву;

β_1, β_2 – ТКО чистих компонент;

ρ_1, ρ_2 – їх питомий опір;

C_1, C_2 – вміст компонент у сплаві.

Автори відзначають якісне співпадання розрахункових (за формулою (4.4)) та експериментальних результатів (з точністю до 25%). Аналогічне співвідношення було використане в для оцінки значень ТКО плівкових систем на основі Ni та V [133, 134] та Co, Cr Ni [135], у яких в процесі термостабілізації відбувається утворення твердого розчину. Для цих систем відзначається лише якісне співпадання результатів.

У таблиці 4.1 представлені результати проведеної нами оцінки величини ТКО сплавів CoNi різного складу товщиною 50 нм та порівняння розрахункових та експериментальних даних. Як видно з таблиці, при вмісті Co

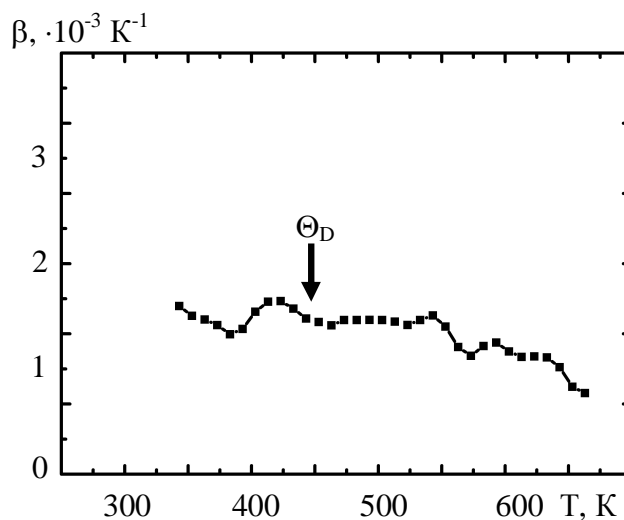


Рис.4.11. Температурна залежність питомого опору плівкового сплаву FeNi ($d=50 \text{ nm}$)

Таблиця 4.1

Експериментальні та розраховані за (4.4) значення ТКО плівкових сплавів CoNi з товщинами 50 нм

C_{Co} , ат. %	β , $\cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$		$\frac{ \beta_{\text{експ.}} - \beta_{\text{розрах.}} }{\beta_{\text{експ.}}}$, %
	експеримент.	розрах. за (4.4)	
10	2,50	2,24	10,5
20	2,10	2,07	1,5
30	1,90	1,93	1,4
40	1,60	1,80	12,6
50	1,60	1,69	5,8
60	1,70	1,60	6,1
70	1,70	1,51	11,2
80	1,0	1,43	43,3
90	0,70	1,36	94,7

менш ніж 70 % результати теоретичного розрахунку та експерименту співпадають із задовільною точністю (похибка не перевищує 15 %). Разом з тим для плівок з більшим вмістом Co ($c_{Co} \geq 80$ мас.%) спостерігається значне відхилення теоретичних результатів від даних експерименту, що, на нашу думку, пов'язане з структурно-фазовими особливостями плівок (зокрема, утворенням в цій області двофазного твердого розчину).

4.4. Розмірні ефекти в електропровідності плівкових сплавів CoNi та FeNi [94, 95, 110]

За результатами експериментальних досліджень електропровідності тонких одношарових плівок сплавів CoNi та FeNi і її залежності від температури в процесі III циклу термообробки нами були визначені питомий опір та ТКО зразків. Аналіз цих даних, який можна здійснити на основі ряду модельних уявлень, розглянутих у розділі 1, свідчить про існування розмірних залежностей цих величин. Вважається, що основними факторами, які обумовлюють існування розмірних залежностей ρ та β , є внесок додаткового розсіяння носіїв заряду на зовнішніх поверхнях плівки та міжзеренних границях. Дані електронно-мікроскопічних та електронографічних досліджень вказують на те, що плівкові зразки сплавів CoNi та FeNi (рис. 3.10, 3.13) є полікристалічними і практично однорідними, а їх кристалічна решітка аналогічна решітці масивних сплавів. Це обумовлює можливість застосування до цих зразків співвідношень, одержаних для одношарових плівок чистих металів.

При обробці експериментальних даних нами використовувалися результати, одержані в рамках моделей Фукса-Зондгеймера (ФЗ) та різних варіантів моделі Тельє, Тоссе, Пішара (ТПП). Як вже відзначалося, модель ФЗ не враховує реальну внутрішню будову плівки, однак за певних припущень вона дозволяє оцінити відносний внесок поверхневого розсіяння в питомий опір плівки. Крім того, вона дає змогу досить просто визначити асимптотичні

значення величин для нескінченно товстої плівки $\rho_\infty, \beta_\infty$.

Представлені для прикладу на рис. 4.12 типові розмірні залежності питомого опору та ТКО для плівкових сплавів CoNi показують, що їх хід повністю аналогічний залежностям для одношарових плівок металів. Величина ρ зі збільшенням товщини монотонно спадає, наближаючись до асимптотичного значення, яке відповідає ρ_∞ . Величина ТКО, навпаки, монотонно зростає, при великих товщинах виходячи на насичення. Зі зменшенням товщини величина ТКО наближається до нуля ($d \approx 20$ нм), а у подальшому – стає від'ємною. Як вже відзначалося, від'ємні значення ТКО відповідають структурно та електрично несучільним (острівцевим) плівкам, опір яких зі збільшенням температури експоненціально спадає.

Для оцінки асимптотичних значень $\rho_\infty, \beta_\infty$ використовувалися співвідношення, які виконуються для випадку $\lambda \ll d$ [47, 126]:

$$\rho = \rho_\infty + \frac{3(1-p)\lambda_0}{8d}, \quad (4.9)$$

$$\beta = \beta_\infty - \frac{3(1-p)\lambda_0}{8d}. \quad (4.10)$$

Експериментальні залежності $\rho(d)$ та $\beta(d)$ перебудовувалися у спрямляючих координатах $\rho(d^{-1}), \beta(d^{-1})$ (рис.4.12 в,г). При цьому відрізок, який відтинає на осі ординат пряма, дає асимптотичне значення (ρ_∞ або β_∞). Відповідні результати представлені в перших стовпчиках таблиці 4.2.

Для обробки експериментальних даних в рамках моделі ефективної довжини вільного пробігу ТПП використовувалися співвідношення (1.4). Оскільки для відпалених плівок сплаву CoNi, як було показано в п. 3.2.2, середній розмір кристалітів складає 40-60 нм, для обробки розмірних залежностей ТКО не можуть бути застосовані співвідношення лінеаризованої моделі ТПП, які є справедливими за умови $L > d$. Оцінка коефіцієнтів електроперенесення проводилася також за співвідношеннями моделі ізотропного розсіювання ТПП (співвідношення (1.8)). При розрахунках для

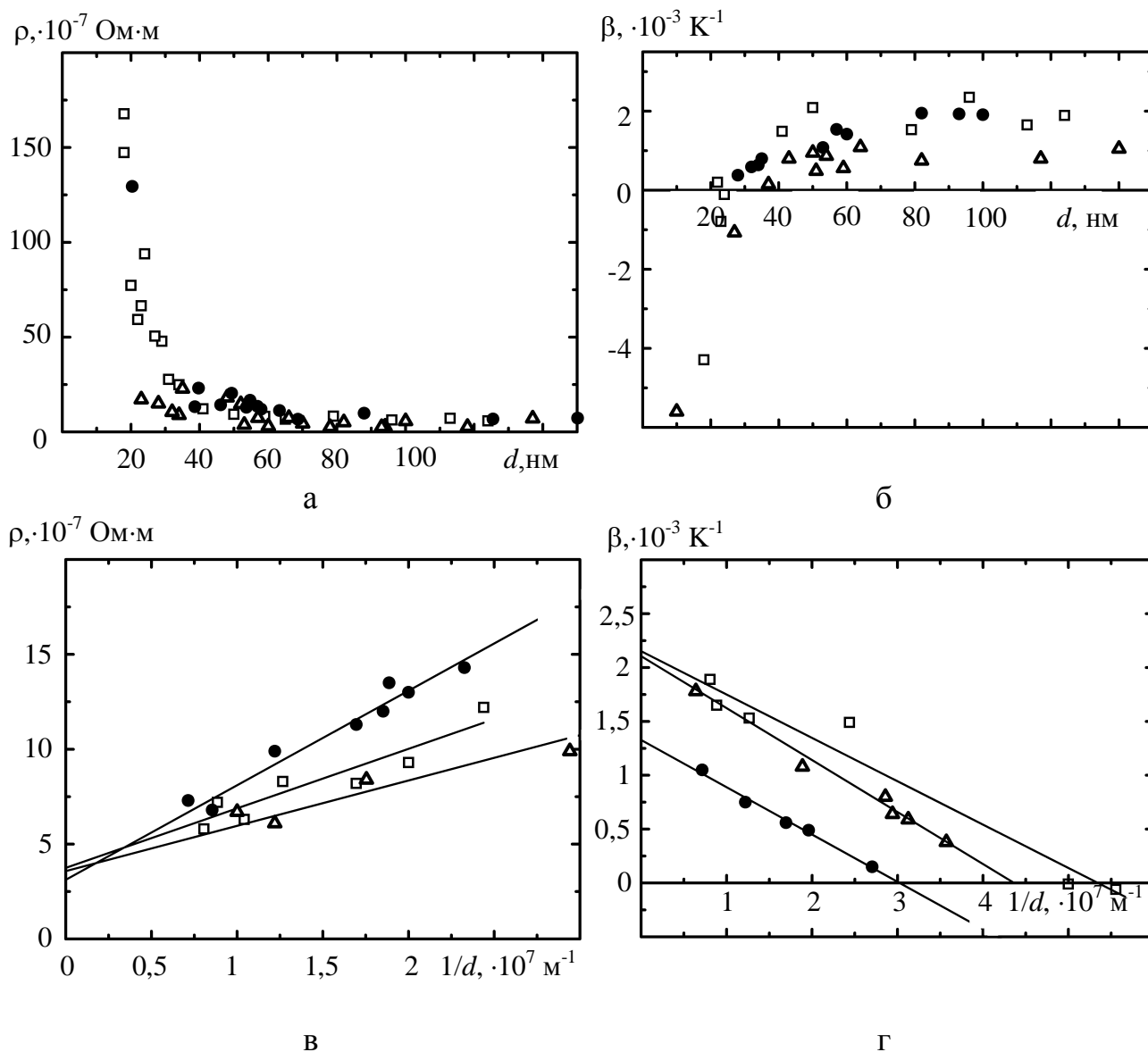


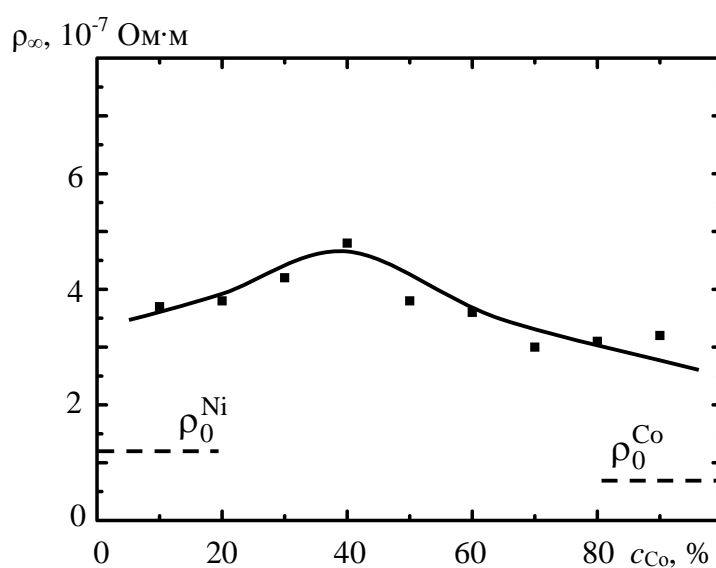
Рис. 4.12. Розмірні залежності питомого опору ρ (а) та ТКО β (б) для плівок сплаву CoNi; в, г – ті ж залежності в спрямляючих координатах. Вміст Co: \square – 20 мас.%, Δ – 60 мас.%, \bullet – 80 мас.%.

оцінки параметра дзеркальності ρ використовувалися значення СДВП, одержані із застосуванням моделі ефективної довжини вільного пробігу в припущенні дифузного розсіювання носіїв струму на поверхнях плівки. Розрахункові значення параметра дзеркальності не перевищують 0,1, що підтверджує можливість використання дифузного наближення. В табл. 4.1 представлені результати оцінки параметрів електроперенесення плівок за вказаними моделями розмірних ефектів електропровідності плівок. Коефіцієнт розсіювання носіїв електричного заряду на межі зерна для плівкових сплавів в діапазоні концентрацій $c_{Co}=20-80$ мас.% має практично однакову величину $R \approx 0,2-0,3$, значення коефіцієнта проходження межі зерна для тих же концентрацій $r \approx 0,7-0,8$. При невеликомі вмісті Co чи Ni в сплаві спостерігається зменшення коефіцієнта проходження межі зерна та збільшення коефіцієнта розсіювання на межі.

На основі визначеної величини ρ_{∞} нами було побудовано концентраційну залежність $\rho_{\infty}(c_{Co})$. Як видно з рис. 4.13, зі зміною складу плівок величина ρ_{∞} змінюється, проходячи через максимум. Схожа залежність одержана в роботі [54] для масивних сплавів CoNi. Слід відзначити, що величина ρ_{∞} для плівок суттєво перевищує величину питомого опору масивних Ni, Co та їх сплавів ($\rho_0=(6-10) \cdot 10^{-8}$ Ом·м). Скоріше за все, це пов'язано з незакінченням процесу повної рекристалізації плівок при їх відпалюванні до температур 700 К.

Розрахунок параметрів електроперенесення для плівкових сплавів CoNi

Сплав	Модель								
	ФЗ		ефективної довжини вільного пробігу				ізотропного розсіювання		
	$\rho_{\infty}, \cdot 10^{-7}$ Ом·м	$\beta_{\infty},$ $\cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$	$\beta_g,$ $\cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$	$\lambda_0,$ нм	R	r	$\beta_{\infty},$ $\cdot 10^{-3}$ K^{-1}	$\lambda_0,$ нм	p
Co ₁₀ Ni ₉₀	3,7	2,2	2,7	13	0,36	0,55	2,3	13	0,02
Co ₂₀ Ni ₈₀	3,8	2,2	2,2	17	0,24	0,72	2,3	17	0,05
Co ₃₀ Ni ₇₀	4,2	3,2	2,4	15	0,29	0,66	2,5	15	0,05
Co ₄₀ Ni ₆₀	4,8	3,3	2,7	19	0,23	0,74	2,8	19	0,10
Co ₅₀ Ni ₅₀	3,8	1,9	2,2	25	0,28	0,67	2,0	25	0,09
Co ₆₀ Ni ₄₀	3,6	2,1	2,4	25	0,22	0,75	2,7	25	0,02
Co ₇₀ Ni ₃₀	3,0	2,0	2,0	26	0,21	0,76	2,3	26	0,04
Co ₈₀ Ni ₂₀	3,1	1,3	1,4	40	0,15	0,84	1,2	40	0,09
Co ₉₀ Ni ₁₀	3,2	1,3	1,4	13	0,34	0,58	1,1	13	0,04

Рис. 4.13. Концентраційна залежність питомого опору ρ_{∞} для плівок сплаву CoNi

Висновки до розділу 4

1. На основі методики Венда розраховані спектри дефектів кристалічної структури невідпалених плівкових сплавів CoNi та FeNi; максимумами, що відповідають енергіям менше 1 еВ, належать, у більшості випадків, комплексам "вакансія - домішковий атом з залишкової атмосфери".

2. Аналіз результатів досліджень температурних залежностей провідності плівкових сплавів дозволив встановити наступні закономірності:

- для острівцевих плівок сплаву CoNi з ефективною товщиною до 15-20 нм характерна термічно активована провідність з від'ємним значенням ТКО та енергією активації провідності $E_a=0,01-0,1$ еВ. Величина енергії активації провідності визначається розмірами острівців та відстанями між ними і не залежить від складу плівок;

- для структурно-суцільних плівок з товщиною $d>30$ нм в ході термостабілізаційного відпалювання до $T=700$ К спостерігається залежність $\rho(T)\sim T^2$, що властиво феромагнітним масивним металам та плівкам при температурах, нижчих температури Кюрі;

- оскільки температури відпалювання плівок сплавів CoNi та FeNi не перевищували 700 К, що менше температури Кюрі цих сплавів, то ніяких особливостей на залежності $\rho(T)$ і $\beta(T)$ не спостерігалось.

3. На основі обробки експериментальних результатів питомого опору та ТКО з використанням моделі ефективної довжини вільного пробігу та моделі ізотропного розсіювання ТТП проведено оцінювання параметрів електроперенесення. Показано, що для плівкових сплавів CoNi коефіцієнти розсіювання носіїв на межах зерен та проходження меж зерен дорівнюють $R=0,15-0,35$ та $r=0,55-0,85$ відповідно.

РОЗДІЛ 5

МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ТОНКИХ ОДНОШАРОВИХ ТА БАГАТОШАРОВИХ ПЛІВОК СПЛАВІВ CoNi та FeNi

5.1. Магнітоопір тонких одношарових плівок сплавів CoNi та FeNi [94, 95, 136-138]

Як уже відзначалося, в силу обмеженості розміру в одному з напрямів тонкі плівки характеризуються рядом особливостей порівняно з масивними матеріалами. Однією з них є те, що вектор намагніченості плівки здебільшого лежить у площині плівки. Як наслідок, при дослідженні магнітоопору для плівок слід розглядати не дві комбінації взаємного розташування поля та струму, як для масивних феромагнетиків, а три (рис. 1.7).

В феромагнітних плівках, крім цього, наявність областей спонтанної намагніченості (доменів) обумовлює (як і в масивному матеріалі) аномальний характер електричних, гальваномагнітних та інших явищ у порівнянні з плівками немагнітних металів. Зокрема, існування доменної структури призводить до того, що на електрони провідності діє не зовнішнє магнітне поле, а магнітне поле, яке виникло в результаті переорієнтування доменів під впливом зовнішнього магнітного поля. Внаслідок цього у феромагнетиках гальваномагнітні та електричні явища визначаються в першу чергу власною намагніченістю зразка.

Магнітоопір феромагнітних матеріалів, на відміну від діа- і парамагнітних, має анізотропний характер (рис. 1.6), тобто MO_{\parallel} і MO_{\perp} різні за величиною і знаком. У випадку відносно слабких полів для повністю розмагніченого зразка спостерігається збільшення опору при паралельній орієнтації векторів струму та індукції (або напруженості) зовнішнього магнітного поля і зменшення – для взаємно перпендикулярного їх розташування. Після досягнення насичення в області парапроцесу електричний опір феромагнетика повинен зменшуватися для обох конфігурацій струму і напруженості магнітного поля [71]. Наявність спонтанної намагніченості зразка

та гістерезису перемагнічення ускладнює характер залежності електричного опору від величини напруженості зовнішнього магнітного поля.

Характерною особливістю для повздовжнього і поперечного ефекту магнітоопору досліджених нами одношарових плівкових сплавів CoNi та FeNi був немонотонний характер зміни опору в залежності від напруженості зовнішнього поля. На польових залежностях величини магнітоопору $\Delta R/R(0)$ від H (рис. 5.1) спостерігаються екстремуми (мінімум - для повздовжнього (\parallel) МО, максимум – для поперечного (\perp) МО), які пов'язані з процесами перемагнічування плівки. Про це свідчить той факт, що при повторному намагнічуванні плівки в тому ж напрямку екстремум не спостерігається, а опір монотонно збільшується або зменшується, виходячи на насичення. Прийнято вважати [72], що величина напруженості зовнішнього поля, при якій спостерігається екстремум, рівна коерцитивній силі H_c зразка. Починаючи з цієї точки зміна електричного опору в залежності від напруженості магнітного поля аналогічна приведеній для масивного нікелю (рис.1.6). При зменшенні величини напруженості магнітного поля до нуля плівка має деяку залишкову намагніченість і, як наслідок, для одержання мінімального електричного опору потрібно прикласти магнітне поле зворотної полярності для того, щоб розмагнітити зразок.

Для встановлення зв'язку зміни електричного опору плівок зі зміною їх доменної структури нами було проведено дослідження доменної структури плівок сплаву FeNi (пермалой 50Н) та її зміни в процесі намагнічування зразка з одночасним виимірюванням магнітоопору плівок (рис. 5.2). Для спостереження доменної структури плівок застосовувався магнітооптичний ефект Керра, який полягає в повороті на деякий кут ϕ площини поляризації плоскополяризованого світла, відбитого від поверхні намагніченого феромагнетика. За рахунок відмінностей в кутах повороту площини поляризації світла сусідніми доменами (в залежності від орієнтації їх магнітних полів) після проходження відбитого світла через аналізатор спостерігається світловий контраст між областями з різною намагніченістю [101]. На жаль, цей світловий

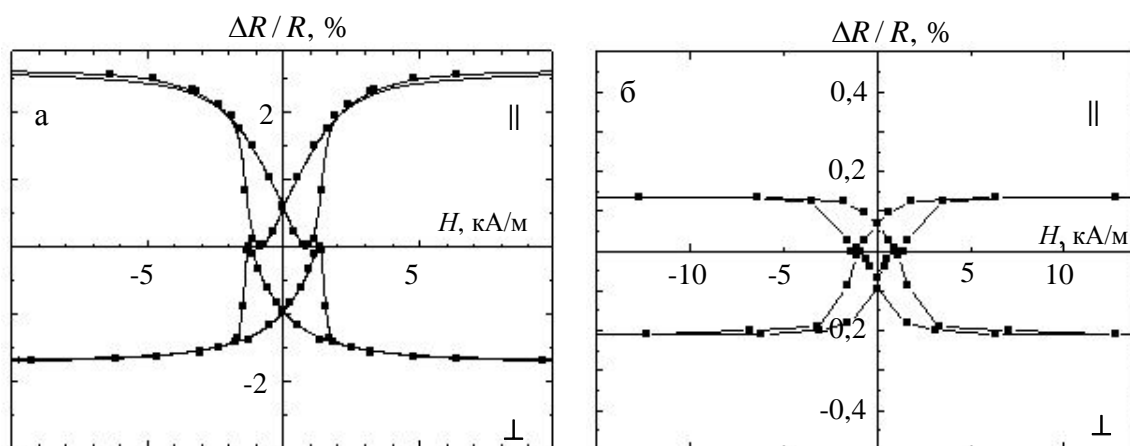


Рис. 5.1. Типові залежності магнітоопору плівкових сплавів $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}$ (а) та $\text{Fe}_{50}\text{Ni}_{50}$ (б) від напруженості зовнішнього магнітного поля: товщина зразка а – $d=100$ нм; б – $d=60$ нм

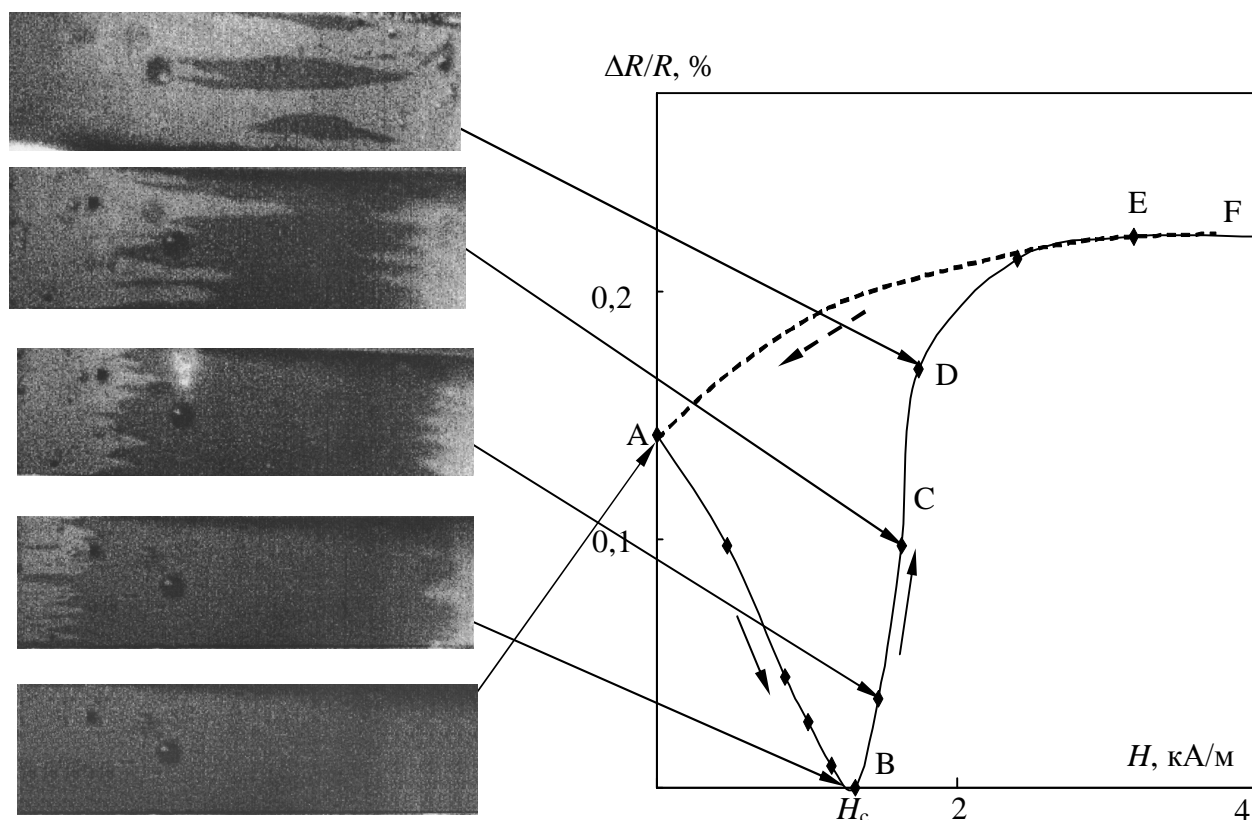


Рис. 5.2 Зв'язок повздовжнього магнітоопору та доменної структури відпаленої плівки пермалою 50н

контраст невеликий, бо світло, відбите від поверхні плівки, не плоскополяризоване, а поляризоване еліптично .

При збільшенні напруженості магнітного поля до величини H_c (рис. 5.2, ділянка А-В) доменна структура плівки не зазнає видимих змін (точка А), але електричний опір зразка зменшується та досягає найменшого свого значення в точці В. В цій точці по краях плівки спостерігається поява дрібних клиновидних доменів з протилежною (порівняно з наявними в плівці) орієнтацією магнітного моменту. При подальшому збільшенні величини напруженості зовнішнього магнітного поля (ділянка В-С) починається ріст цих "нових" доменів, які поступово заповнюють площу плівки, проростаючи від її країв до центру (точка С). На цій ділянці електричний опір плівкового зразка збільшується (точки С, D). Збільшення напруженості зовнішнього магнітного поля приводить до того, що "нові" домени зникають, а в плівці залишаються лише невеликі доменні острівці "старої" магнітної структури (точка D). Подальше збільшення напруженості зовнішнього магнітного поля приводить до повного зникнення доменів "старої" доменної структури (точка E) і переходу плівки в однодомений стан з намагніченістю, протилежною початковій (в точці А). Починаючи з цього моменту (точка E) електричний опір плівки практично перестає змінюватися (ділянка E-F) і виходить на насичення або навіть починає трохи зменшуватися (аналогічно залежності електричного опору масивного металу в області парапроцесу).

При зворотному зменшенні напруженості магнітного поля до нуля перебудови доменної структури не спостерігається, а опір плівки зменшується, не повторюючи при цьому "прямий" (при зростанні напруженості магнітного поля) хід залежності $R(H)$ (рис.5.1; рис.5.2 – пунктирна лінія). Таким чином, гістерезис магнітоопору пов'язаний зі зміною доменної структури плівки.

Разом з тим такий взаємозв'язок зміни електричного опору зі доменної структури показує, що визначене за екстремумом на залежності $\Delta R/R(0)$ значення H_c є дещо заниженим, оскільки повністю розмагнічений стан плівки відповідає тій точці на середній частині ділянки В-Е, де площі протилежно

намагнічених доменів однакові. Враховуючи різкий характер збільшення електричного опору на цій ділянці та малий діапазон зміни напруженості магнітного поля, у якому відбувається перемагнічування плівки, можна прийняти це значення напруженості магнітного поля за H_c . Однак, як відзначалося в роботі [73], точне співпадання величини H_c , одержаної з магніторезистивних вимірювань, та значення величини H_c , одержане прямими магнітними вимірюваннями можливе лише для плівок з прямокутною петлею гістерезису.

Якщо зменшити напруженість зовнішнього магнітного поля, не доводячи плівку до стану магнітного насичення, то її доменна структура зберігається в тому стані, який відповідав досягнутому максимальному значенню напруженості зовнішнього магнітного поля (тобто в плівці існують домени обох орієнтацій), і цей стан може зберігатись тривалий час. Для переведення такої плівки в однодомений стан її потрібно намагнітити до насичення в одному чи іншому напрямку.

Дослідження перпендикулярного магнітоопору (коли поле перпендикулярне площині плівки) плівок CoNi, FeNi не виявило наявності екстремумів на польових залежностях (рис. 5.3). При такій орієнтації поля

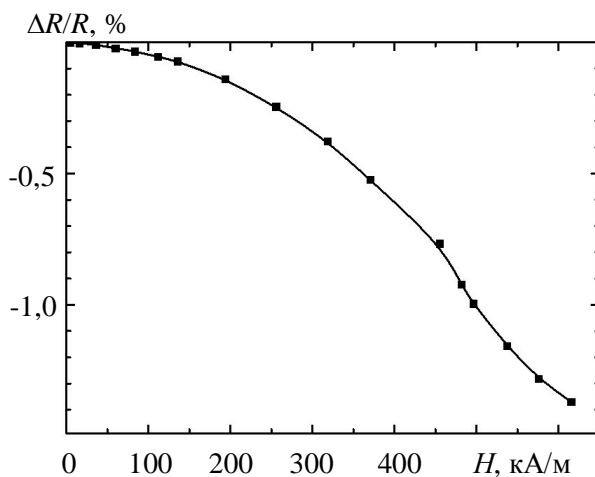


Рис. 5.3 Залежність величини перпендикулярного МО $\Delta R/R_0(H)$ для плівки сплаву CoNi ($c_{Co}=40$ мас.%, $d=60$ нм)

електричний опір зразка лише зменшується, не виходячи на насичення навіть у досить сильних полях $H=600$ кА/м (0,8 Тл) (така поведінка аналогічна залежності $(\Delta R/R(0))_{\perp}$ для масивного Ni, рис. 1.6). Очевидно, внаслідок малої товщини плівки напрям вектора намагніченості плівки на може встановитися перпендикулярно її площині, а тому область

парапроцесу починається вже при слабких полях.

В результаті термообробки плівок сплавів CoNi спостерігалось збільшення величини їх магнітоопору у 3-10 разів, порівняно з невідпаленими плівками. Таку зміну можна пов'язати передусім зі структурними змінами, які приводять до необоротної зміни питомого опору в ході першого циклу термостабілізації (рис. 4.1). На це вказує також незначна зміна МО після проходження плівками другого та третього циклу термовідпалювання. Як відзначалося раніше (п. 4.1), в результаті другого та третього циклів термообробки опір зразків практично не змінюється, тоді як при першому циклі спостерігається приблизно таке ж (в 3-5 разів) зменшення опору плівок.

Збільшення величини МО плівок сплавів в результаті їх відпалювання можна пояснити, користуючись напівемпіричним правилом Колера [71], згідно з яким відносна зміна магнітоопору є функцією відношення $\frac{H}{R_0}$:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = f\left(\frac{H}{R_0}\right), \quad (5.1)$$

де R_0 – електричний опір розмагніченого зразка, а функція $f\left(\frac{H}{R_0}\right)$ визначається фізичними властивостями металу та геометричними розмірами зразка. Згідно з правилом Колера, зразки з великим електричним опором будуть мати малі величини МО, а тому невеликі значення МО невідпалених плівок є наслідком того, що вони мають дуже великий електричний опір. Для плівок сплаву FeNi також спостерігалось збільшення величини МО внаслідок відпалювання, яке, однак, не перевищувало 1,5-2 рази. Разом з тим слід відзначити, що і зменшення електричного опору в процесі першого циклу нагрівання у плівках FeNi (рис. 4.8) також було меншим, ніж для плівкових сплавів CoNi. Максимальна величина МО для сплавів CoNi складала 3,5% для повздовжньої конфігурації та 2,5% для поперечної, що набагато більше за величину МО для

чистих металів. Для сплаву FeNi для обох ефектів МО не перевищував 0,3-0,5%.

Використовуючи правило Колера, можна пояснити і температурні залежності магнітоопору плівок (рис. 5.4). Збільшення опору з ростом температури приводить до зменшення величини МРЕ, а охолодження до азотної температури – до суттєвого зростання МО (в 1,5-2 рази у випадку плівкових сплавів FeNi).

Розмірні залежності величини МРЕ (рис. 5.5) сплавів CoNi вказують на наявність локального максимуму для величини повздовжнього МО і локального мінімуму для поперечного МО в області товщин 55-65 нм. Подібна закономірність відзначалася в роботі [35] для плівок Ni. Згідно з [139], у цій області товщин відбувається перехід від неелівської форми доменних стінок, яка властиві плівкам з малими товщинами, до блохівської форми, яка спостерігається у плівках великих товщин. Очевидно, у вказаному діапазоні товщин можуть спостерігатися складні перехідні доменні стінки, що приводить до порівняно більшої за абсолютною величиною зміни повздовжнього опору в процесі переманічування. Відзначимо, що на сьогодні питання про внесок меж доменів в МО та особливості МО, обумовлені різними типами стінок, не вивчені в достатній мірі. Це пов'язано як з експериментальними труднощами при вимірюванні розсіювання електронів провідності доменними стінками, так і з малим числом теоретичних робіт щодо цієї проблеми. Останнім часом почато створення теоретичних моделей, які описують вплив доменних стінок на електропровідність. Вони виходять з припущення про залежність ймовірності проходження доменної стінки електроном від напрямку його спіна. На основі розгляду процесів розсіяння в рамках подібної моделі в роботі [141] одержано вираз для додаткового МО за рахунок розсіювання електронів на доменних стінках:

$$\frac{\Delta R_w}{R} = \frac{2p_s}{(1-p_s)^2} (1 - \langle \cos \theta \rangle) \frac{\delta_w}{D},$$

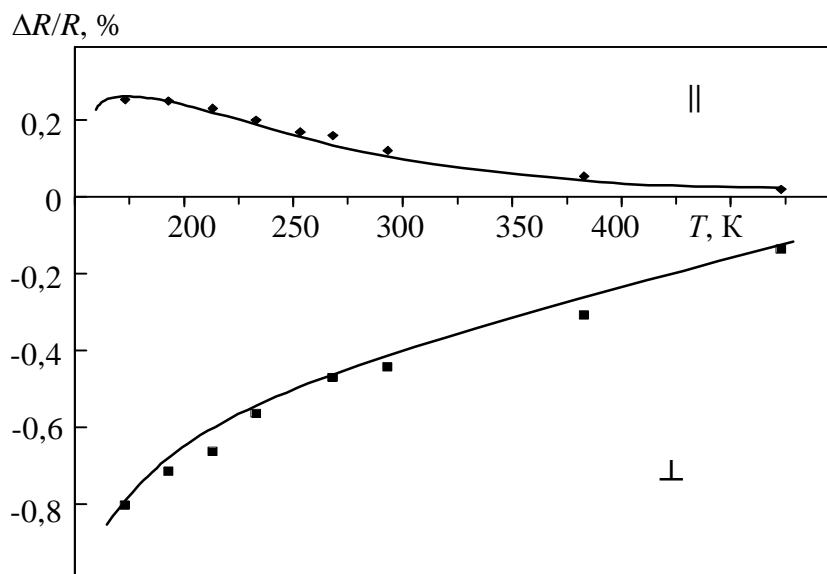


Рис. 5.4. Залежність повздовжнього (||) та поперечного (⊥) магнітоопору плівкового сплаву FeNi від температури вимірювань

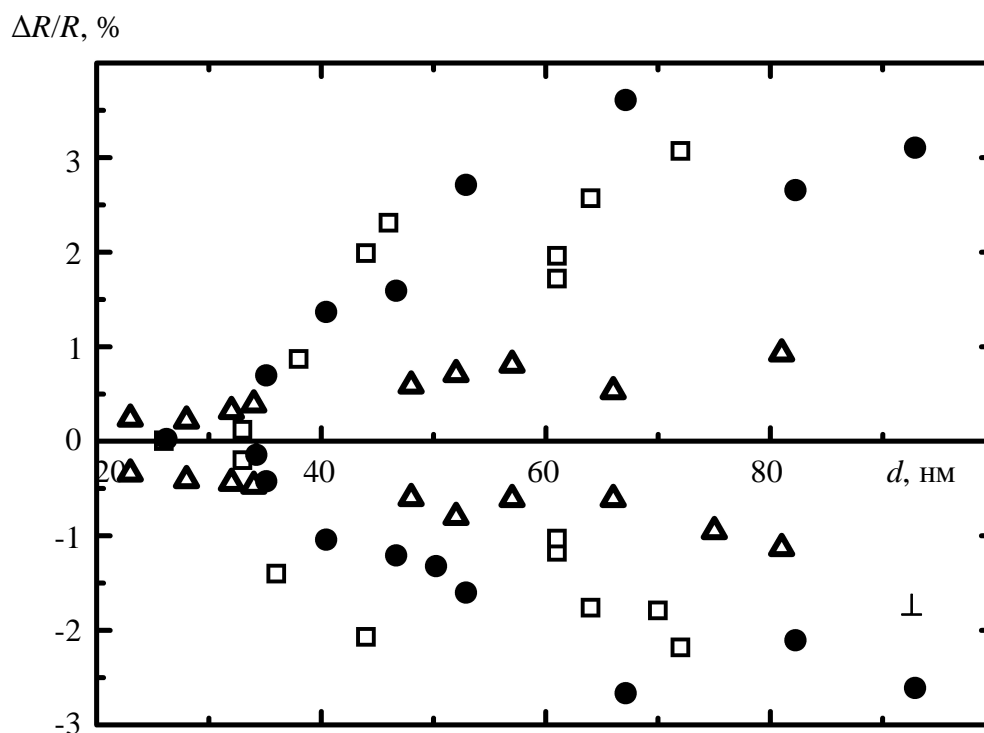


Рис. 5.5. Розмірна залежність повздовжнього (||) та поперечного (⊥) магнітоопору тонких плівок сплаву CoNi (\square – $c_{Co}=30$ мас.%; Δ – $c_{Co}=60$ мас.%; \bullet – $c_{Co}=80$ мас.%)

де ΔR_w – додатковий опір зумовлений доменними стінками;

p_s – спін-залежний коефіцієнт розсіювання електрона доменною стінкою;

θ - кут між спіном електрона провідності і локальною намагніченністю домена;

δ_w – ширина доменної стінки;

D – середній розмір домена.

Зміна типу стінок повинна супроводжуватися зміною як ширини стінки δ_w , так і коефіцієнта розсіювання p_s , внаслідок чого додатковий МО для різних доменних стінок буде різним, а на залежності величини МО від товщини можуть виникати екстремуми.

Для тонких (товщина $d < 20$ нм) плівок величина магнітопору стає меншою за 0,01 %, що може бути пояснене також на основі правила Колера (5.1). Як було показано раніше, в цій області товщин відбувається перехід до острівцевих плівок, що супроводжується, зокрема, різким збільшенням електричного опору і повинно приводити до зменшення величини МО.

Для плівкових сплавів CoNi нами були також одержані концентраційні залежності величини магнітоопору (рис. 5.6) у випадку плівок однакової товщини ($d=70$ нм). Характерною їх особливістю є збільшення величини МРЕ до концентрації 40-50 мас.% Co, після чого спостерігається різке її зменшення при вмісті Co понад 60 мас. %. Ми пов'язуємо це з структурно-фазовими особливостями плівок, оскільки в цій області концентрацій плівки мають двофазний склад (п. 3.2.1), і, як наслідок, така зміна може бути викликана відмінністю магнітних властивостей різних фаз.

На основі польових залежностей опору нами було проведено оцінку величини коерцитивної сили відпалених плівкових зразків і досліджено її розмірну (рис. 5.7) та концентраційну (рис. 5.8) залежності. В області товщин плівок 30-40 нм на залежності $H_c(d)$ як для повздовжнього, так і для поперечного напрямку перемагнічування плівки спостерігається максимум. Подібне збільшення коерцитивної сили, яке спостерігалось для плівок чистого Ni, автори роботи [141] пов'язують з переходом кристалітів із суперпарамагніт-

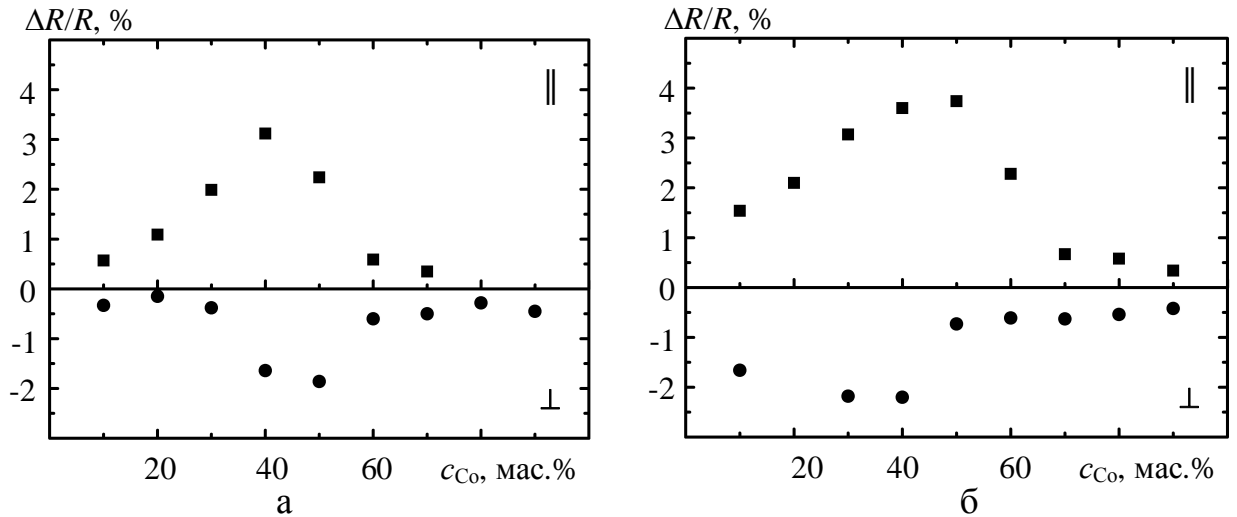


Рис. 5.6. Концентраційна залежність повздовжнього (||) та поперечного (⊥) магнітоопору тонких плівок сплаву CoNi з товщинами 40 нм (а) та 70 нм (б)

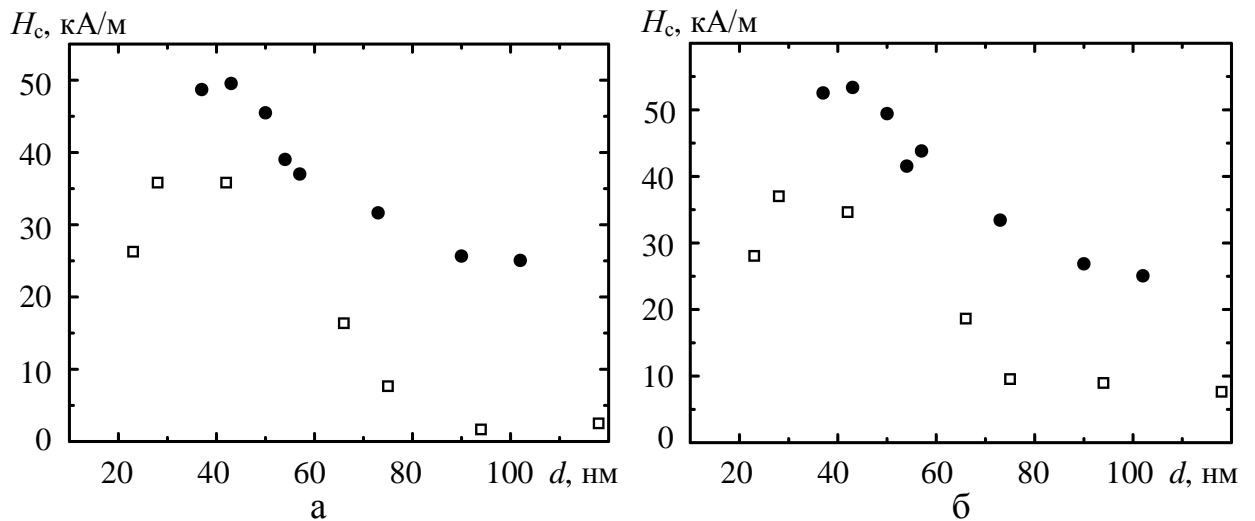


Рис. 5.7. Розмірна залежність коерцитивної сили для плівкових сплавів CoNi за результатами вимірювання повздовжнього (а) та поперечного (б) МО. Вміст Co: ○ – 40 мас. %, ● – 80 мас. %

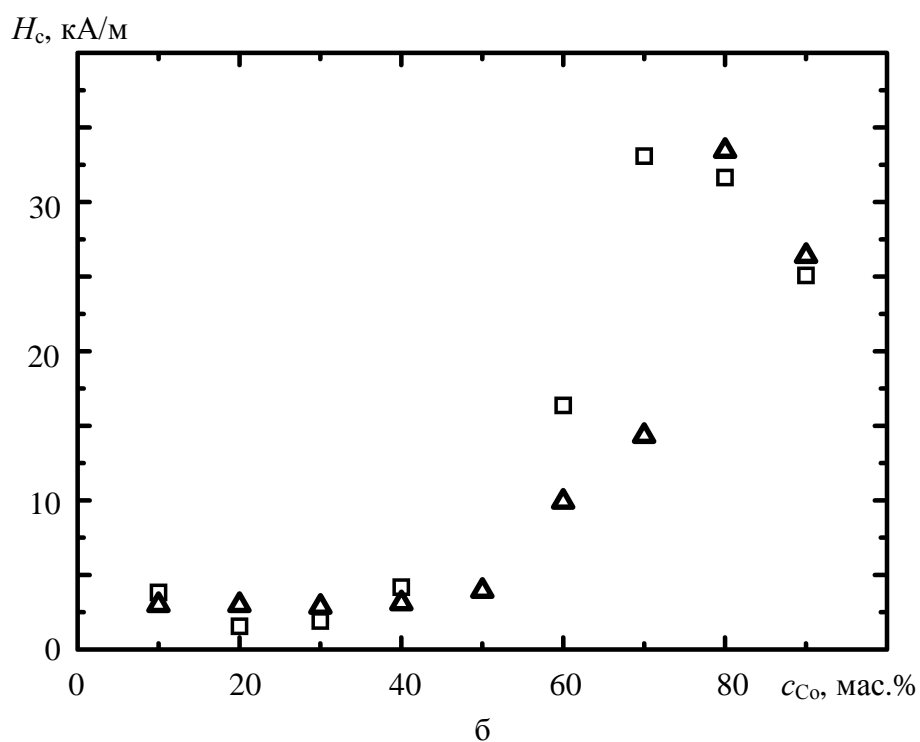
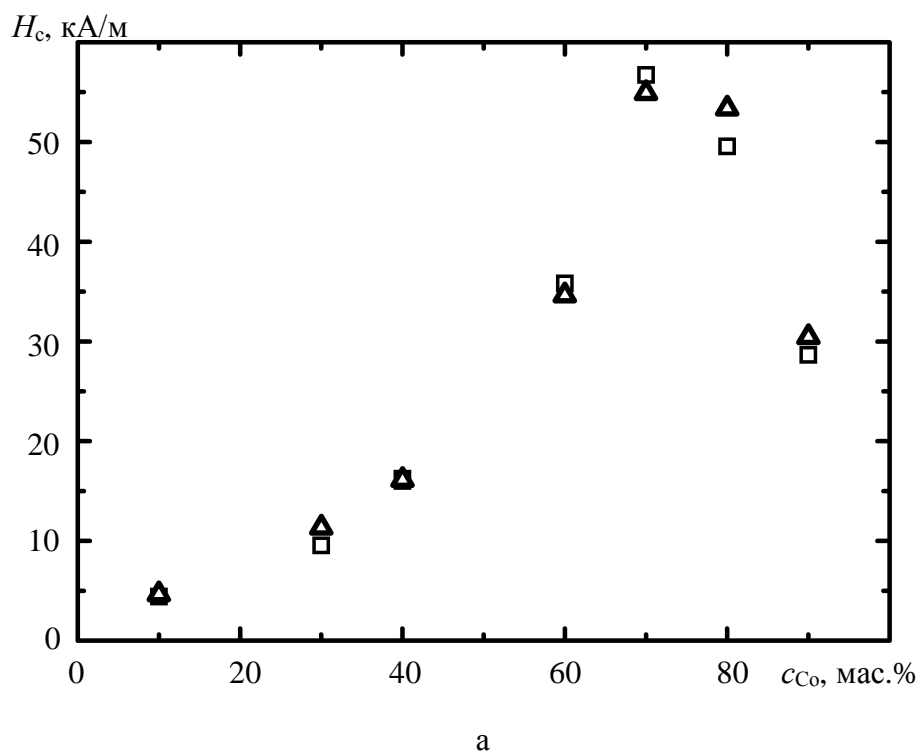


Рис. 5.8. Концентраційна залежність коерцитивної сили для плівкових сплавів CoNi з товщиною $d \approx 40$ нм (а) та $d \approx 70$ нм (б) за результатами вимірювання повздовжнього (□) та поперечного (Δ) МО

ного стану в феромагнітний. При збільшенні товщини плівки коерцитивна сила зменшується, що можна пояснити більш досконалою структурою товстих плівок, внаслідок чого зміщення доменних стінок починається в менших полях (відомо, що структурні дефекти затруднюють рух доменних стінок [81]). Особливістю концентраційної залежності $H_c(d)$ є різке збільшення величини коерцитивної сили в області концентрацій C_o понад 50 %, що викликане появою гексагональної фази (ГЦП-т.р. на основі Co), оскільки Co є магнітожорстким матеріалом.

5.2. Ефект гігантського магнітоопору у спін-вентильних системах [142]

Ефект гігантського магнітоопору, виявлений у магнітних багат шарових структурах, відрізняється за своєю величиною та природою від класичного магніторезистивного ефекту і може бути пояснений на основі квантових уявлень про рух електронів провідності з різною поляризацією їх спінів через мультишари. Величина магнітоопору в магнітних мультишарах більш ніж на порядок перевищує величину магнітоопору у масивних феромагнітних матеріалах. Крім того, ефект гігантського магнітоопору не залежить від відносної орієнтації магнітного поля і струму, а залежить від відносної орієнтації намагніченостей у сусідніх феромагнітних шарах. У випадку антипаралельної намагніченості сусідніх магнітних шарів електричний опір зразка більший, ніж у випадку їх паралельної намагніченості [143]. На рис. 5.9 схематично зображено результат проходження електронів з протилежною поляризацією їх спінів через симетричний тришаровий сандвіч, що складається з двох магнітних шарів однакової товщини (30-50 нм) і тонкого ($d \sim 10$ нм) немагнітного шару з Cu (Ag).

Нехай електричний опір магнітного шару у випадку струму електронів, спіні яких паралельний намагніченості шару, становить R_p , а у випадку струму електронів, спіні яких антипаралельний намагніченості шару, $-R_A$ ($R_p < R_A$). Тоді електричний опір R_1 тришарової структури, зображеної на рис. 5.9 а, можна представити еквівалентною схемою, приведеною під рис. 5.9 а, і при цьому

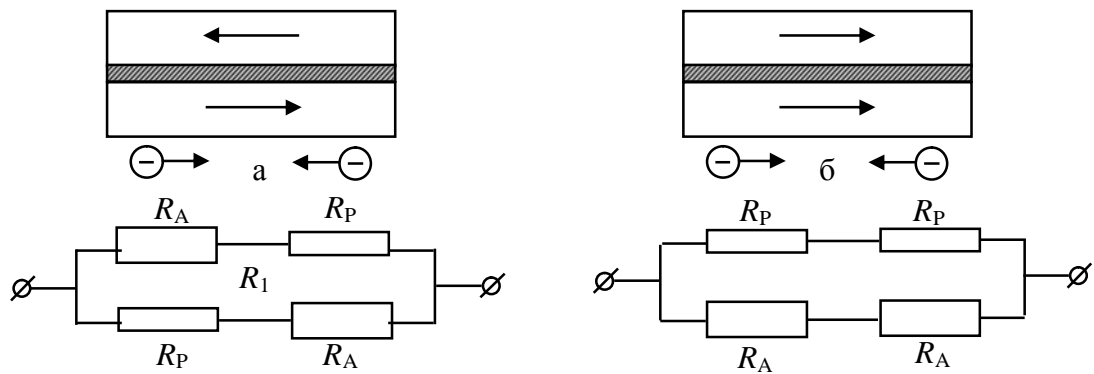


Рис. 5.9 Схематичне зображення тришарової структури з ГМО:

а – антипаралельна конфігурація магнітних шарів; б – паралельна конфігурація магнітних шарів

$$R_1 = \frac{R_P + R_A}{2}.$$

Електричний опір тришарової структури, зображеної на рис. 5.9 б, можна представити у вигляді еквівалентної схеми, приведеної під рис. 5.9 б,

$$R_2 = \frac{2R_P R_A}{R_P + R_A}.$$

Електричним опором прошарку можна знехтувати внаслідок високої (порівняно з феромагнітними шарами) його провідності та малості його товщини. За умови, що $R_{\Pi} < R_A$, одержимо, що $R_2 < R_1$, тобто електричний опір зразка з паралельною намагніченістю сусідніх феромагнітних шарів буде меншим, ніж у випадку їх антипаралельної намагніченості. Отримання магнітних тришарових структур, у яких спостерігається антиферомагнітна взаємодія (антипаралельна конфігурація (AP)) з переходом під дією зовнішнього магнітного поля до паралельної конфігурації (P) між феромагнітними шарами завдяки немагнітному прошарку стало першим кроком до відкриття ГМО [5]. Антипаралельна конфігурація намагніченостей сусідніх феромагнітних шарів може досягатися і тоді, коли в якості феромагнітних шарів використовуються два феромагнетики з різною величиною коерцитивної сили (спінові вентиля), в яких можуть бути використані плівкові сплави CoNi

та FeNi [144]. Сам термін “спін – вентиль” означає, що магнітне поле керує переходом електронів з певною орієнтацією спінів стосовно вектора локальної намагніченості магнітного шару через межу поділу шарів, тобто тим самим створюється магнітний затор для електронів провідності. Цей термін був уведений Слончевським та Дієні [143, 145, 146]. Такі магнітні провідники складаються з феромагнітних шарів металу з різними коерцитивними силами, наприклад, FeNi/Cu/Co. Для їх отримання необхідно кожний металевий шар багат шарового зразка осаджувати при своїх технологічних умовах (при різному тиску газу в камері, у якій напиляється кожний шар металу; впровадженням у той чи інший шар додаткових домішок; прикладанням зовнішнього магнітного поля тощо) так, щоб шари металу перемагнічувалися у різних магнітних полях, тобто мали б різну коерцитивну силу. У таких системах під дією зовнішнього магнітного поля, величину напруженості якого підбирають проміжною між двома значеннями коерцитивної сили шарів, відбувається перехід зразка з $AP \rightarrow P$ конфігурацію [147, 148]. Перевагою таких систем є відносно малі значення напруженості поля насичення H_s , при яких спостерігається ефект ГМО ($H_s \sim 4-40$ кА/м), що дуже важливо для практичного використання ефекту в магніторезистивних зчитуючих головках та магнітних сенсорах. У нашому випадку така ситуація реалізується в асиметричній тришаровій структурі CoNi/Ag(Cu)/FeNi.

У цьому розділі представлені експериментальні результати дослідження ефекту ГМО у спін-вентильних системах на основі феромагнітних шарів сплавів CoNi, FeNi розділених немагнітними прошарками ($d_N = 2-15$ нм) благородних металів Ag та Cu.

Система CoNi/Ag(Cu)/FeNi. Оскільки однією з характерних особливостей магнітовпорядкованих речовин зі спонтанною намагніченістю є наявність для них кривої намагнічування та петлі гістерезису, то у всіх досліджуваних зразках на основі феромагнітних сплавів ($d_F = 10-50$ нм) спостерігається гістерезис МО при циклічній зміні магнітного поля $H_{max} \rightarrow 0 \rightarrow (-H_{max}) \rightarrow 0 \rightarrow H_{max}$. Основними причинами магнітного і магніторезистивного гістерезису є необоротний зсув доменних стінок,

необоротне обертання спонтанної намагніченості та затримка утворення і росту зародків перемагнічування. Для всіх досліджуваних зразків CoNi/Ag(Cu)/FeNi з товщиною немагнітного шару до 2 нм спостерігається позитивний повздовжній магніторезистивний ефект (опір збільшується при прикладенні зовнішнього магнітного поля), що є ознакою звичайного анізотропного магнітоопору, властивого однорідним феромагнітним матеріалам. Причиною анізотропного магнітоопору (АМО) є взаємодія електронів провідності із зовнішніми електронами атома, спінові моменти яких спричиняють спонтанну намагніченість [71]. Слід зазначити, що величина МО для невідпалених плівок CoNi, FeNi та CoNi/Ag(Cu)/FeNi з АМО становить дуже малу величину і при кімнатній температурі не перевищує 0,15%. У роботі [149] показано, що при малій товщині немагнітного прошарку у тришарових плівках існує пряма обмінна взаємодія між магнітними шарами через феромагнітні містки в несучільному немагнітному прошарку. Таку плівку можна розглядати як двошарову плівку товщиною $2d_F$ із включенням острівців срібла чи міді між феромагнітними шарами. Гігантський магнітоопір у таких плівках нами не був виявлений.

Для невідпалених тришарових плівок з товщиною прошарку $d_{Ag} = 3-15$ нм (рис.5.10) спостерігається тільки зменшення електричного опору незалежно від напрямку прикладеного магнітного поля, струму й орієнтації зразка (відсутність анізотропії МО). Знак “-” показує, що електроопір падає при внесенні розмагніченого зразка у магнітне поле. Цей факт є характерною ознакою ГМО, наявність якого говорить про магнітну гетерогенність об'єкта і зміну відносної орієнтації магнітних моментів його частин. На рис. 5.10 представлені залежності повздовжнього (\parallel) та поперечного (\perp) магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для тришарової системи CoNi/Ag/FeNi з $d_F = 30$ нм і $d_{Ag} = 5$ нм, отримані при різних температурах вимірювань (а – при 300 К; б – при 150 К). Як видно з рисунка, характерною ознакою для всіх залежностей $(\Delta R/R_0)(H)$ є різка зміна МО в інтервалі полів $-20 - +20$ кА/м і явна тенденція до насичення в більш сильних полях.

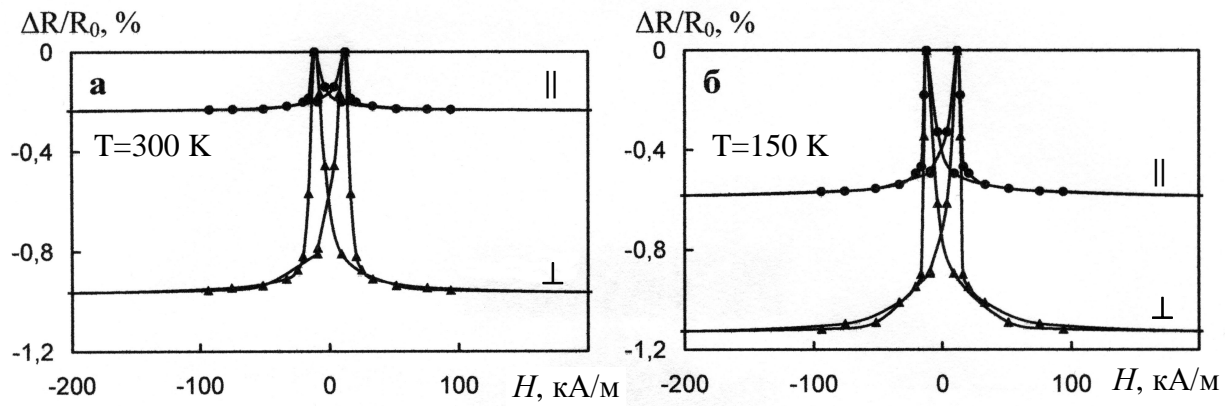


Рис. 5.10. Залежність магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпалених плівок CoNi/Ag/FeNi ($d_{\text{CoNi}}=d_{\text{FeNi}}=30$ нм, $d_{\text{Ag}}=5$ нм)

Отже, як бачимо, відносно слабке магнітне поле переводить систему від антиферромагнітного впорядкування до ферромагнітного, що й приводить до зменшення опору зразка, тобто реалізується ефект ГМО. Джерелом гігантського магнітоопору є механізм неоднакового розсіювання двох груп електронів зі спінами, що відрізняються орієнтацією, по відношенню до напрямку намагніченості розсіюючої електрони магнітної структури. Для реалізації цього механізму необхідно, щоб середні довжини вільного пробігу електронів провідності λ істотно розрізнялися для електронів з умовними напрямками спінів "вгору" і "вниз". Така ситуація спостерігається в 3d-ферромагнітних металах, де внаслідок обмінного розщеплювання (зміщення) $3d^+$ - і $3d^-$ -зон при $E > E_F$ (E_F – енергія Фермі) виникають відмінності в густині незайнятих станів, в які розсіюються електрони із спінами "вгору" і "вниз", що і приводить до залежності величини розсіяння від напрямку спіну електронів. У результаті електрони із спіном "вгору" слабо розсіюються. Навпаки, електрони зі спіном "вниз" розсіюються сильніше. Розсіюючими центрами для цих електронів є магнітні неоднорідності, дефекти кристалічної будови, межі зерен, теплові коливання решітки (фонони). Відношення довжин вільного пробігу [150] цих двох груп електронів у мультишарових структурах становить $\lambda_{\uparrow}/\lambda_{\downarrow} \sim 5-10$.

Таке пояснення механізму виникнення ефекту ГМО було запропоноване в роботі [151], де й була висунута гіпотеза, згідно з якою зазначений ефект обумовлений спін-залежним розсіянням носіїв заряду на інтерфейсах багатошарової плівки [151] та в об'ємі шарів металу [152, 153].

В роботі [154] показано, що для багатошарових плівок, які складаються з магнітних шарів металу одного сорту, амплітуда МО не залежить від розміщення розсіюючих центрів, що є наслідком того, що формули, які описують МО, були отримані для граничних значень параметрів дзеркальності. Однак у випадку асиметричних систем величина МО буде залежати від розміщення центрів розсіювання електронів. Так, зокрема, якщо домінуючим механізмом СЗР електронів є їх розсіювання на інтерфейсах з проходженням у сусідній шар металу, то зі збільшенням дзеркальності інтерфейсного розсіювання носіїв заряду, внаслідок виконання нерівності

$$P_{jn}^{(n-j)s} + Q_{nj}^{(j-n)s} \leq 1, \quad (5.2)$$

де $P_{jn}^{(n-j)s}$ - ймовірність дзеркального розсіювання електронів на інтерфейсах зразка;

$Q_{nj}^{(j-n)s}$ - ймовірність проходження носія заряду у сусідній шар металу без розсіювання;

збільшення P_{jn}^s зменшує асиметрію спін – залежного розсіювання електрона з проходженням у сусідній шар металу, і, відповідно, амплітуда ефекту ГМО буде зменшуватися. В той же час, якщо ефект обумовлений, наприклад, асиметрією СЗР електронів на зовнішніх поверхнях, то збільшення P_{jn}^s призводить до збільшення величини магнітоопору, оскільки у цьому разі носій заряду не втрачає інформації про свій спін. Таким чином, протиріччя, які спостерігаються експериментально під час дослідження амплітуди ефекту ГМО залежно від ступеня дзеркальності меж, очевидно обумовлені тим, що, оскільки різні багатошарові плівки отримують різними методами і при різних

технологічних умовах, то це призводить до різного розміщення центрів, що асиметрично розсіюють електрони та, відповідно, до різних результатів стосовно величини амплітуди ефекту ГМО. Залежність величини ефекту від технологічних умов приготування багатошарових зразків - це добре відомий факт [143], однак у даному випадку відзначається, що лише у разі розміщення центрів розсіяння електронів в інтерфейсах збільшення величини P_{jn}^s завжди зменшує амплітуду ефекту. При іншому розміщенні центрів збільшення параметрів дзеркальності призводить до збільшення ефекту.

Крім того, саме існування ГМО несе деяку інформацію про параметри гетерогенної системи. Зокрема, характерний розмір магнітних елементів, відповідальних за ГМО, і середня відстань між ними не повинні значно перевищувати довжину вільного пробігу електронів провідності [155-157]. У нашому випадку такими елементами є магнітні шари CoNi та FeNi, розділені досить товстими немагнітними прошарками (Cu або Ag) внаслідок чого суттєво послаблюється обмінний зв'язок між магнітними шарами. При товщині шару срібла $d_{Ag} > 3$ нм цей проміжний шар стає структурно-суцільним і феромагнітні шари вже не зв'язуються прямою взаємодією. Величина ГМО, за яку приймається відносна різниця між максимальним і мінімальним значеннями опору за цикл перемагнічування у полі з максимальною напруженістю 120 кА/м, при цьому досягає значення 1% при кімнатній температурі.

При подальшому збільшенні товщини срібного прошарку ($d_{Ag} = 5-15$ нм) зберігається ізотропність польових залежностей, але величина ГМО зменшується ($(\Delta R/R_0)_{max} < 0,5\%$).

При охолодженні зразків до 150 К (рис. 5.10 б) вид петель гістерезису магніторезистивного ефекту практично не змінюється (незалежно від товщини шарів). Спостерігається тільки незначний зсув піків на залежності $(\Delta R/R_0)(H)$ в область більш сильних полів та деяке зростання (до 1,2 %) амплітуди ГМО. Зменшення амплітуди ГМО при підвищенні температури пов'язане з розсіянням електронів на фонах (особливо в немагнітному прошарку), що

приводить до зменшення ролі процесів спін-залежного розсіювання, які і формують амплітуду ефекту, а також перешкоджає проходженню електронів з одного феромагнітного шару в інший [143].

Особливістю МО невідпалених зразків з мідним прошарком (рис. 5.11) є наявність лише поперечного магніторезистивного ефекту, при повній відсутності повздовжнього. Відсутність повздовжнього ефекту, на нашу думку, пов'язана з появою незначного спін-залежного розсіювання носіїв заряду. Але про реалізацію ефекту гігантського магнітоопору в даних тришарових плівках говорити важко, бо характерною ознакою ГМО є ізотропність польових залежностей.

У роботі [154] показано, що в несиметричних системах можлива зміна знаку гігантського магніторезистивного ефекту лише для несиметричних зразків з асиметричним СЗР носіїв заряду в об'ємі шарів металу та на їх інтерфейсах з проходженням у сусідні шари металу. Зміна знака ефекту гігантського магнітоопору неможлива, якщо домінуючим механізмом асиметричного розсіювання електронів є їх розсіювання на інтерфейсах без проходження у сусідні шари металу. Можливо, в даній системі реалізується цей випадок, який хоча й не приводить до зміни знаку ГМО, але приводить до відсутності магніторезистивного ефекту в повздовжній геометрії.

Відомо, що ефективним засобом впливу на мікроструктуру та властивості мультишарових структур є їх термічна обробка. У наших експериментах поетапному вакуумному відпалюванню при різних температурах $T_{\text{відп}}$ були піддані всі отримані плівки. Тривалість термообробки при кожній температурі становила 30 хв. При відпалюванні плівок при температурі 550К спостерігається поява повздовжнього (до 0,08-0,1%) та поперечного (до 0,3-0,4%) МО. Піки польових залежностей зміщуються в область більш сильних полів.

Відпалювання плівкових зразків при $T=700$ К приводить до подальшого зростання анізотропного магнітоопору (рис. 5.12 а) На нашу думку, причиною збільшення величини магнітоопору при високотемпературному відпалюванні

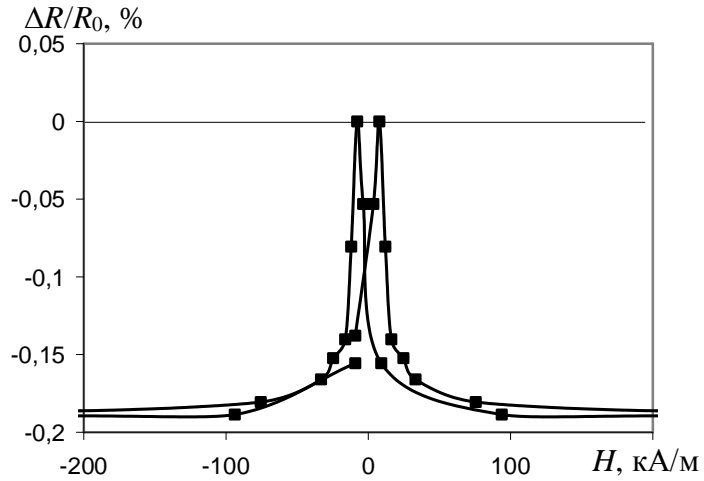


Рис. 5.11. Залежність поперечного магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпаленої тришарової структури CoNi/Cu/FeNi

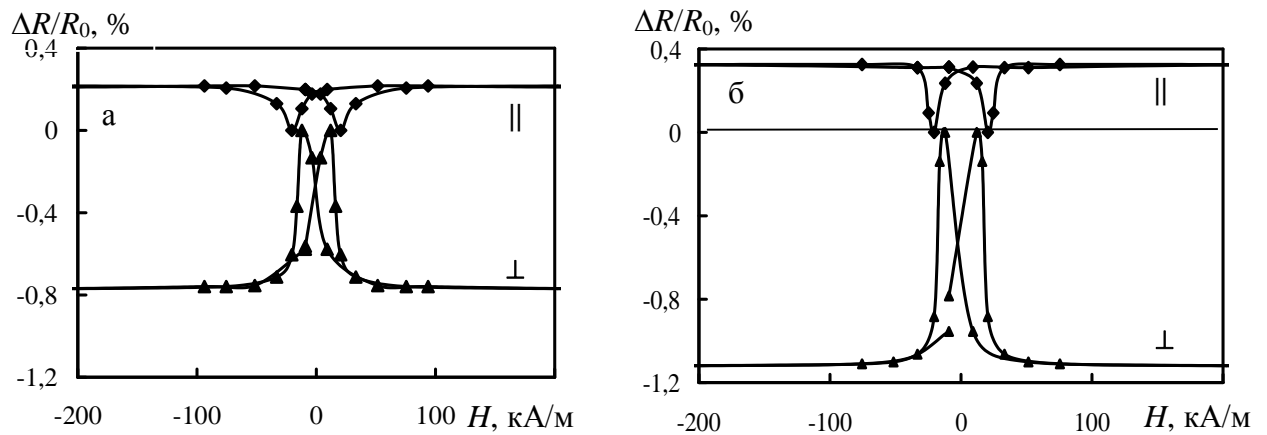


Рис 5.12. Залежність повздовжнього (||) та поперечного (⊥) магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для відпаленої при температурі 700 К тришарової структури CoNi/Cu/FeNi: а – температура вимірювання 300 К; б – температура вимірювання 150 К

($T_{\text{відп}} = 550 \text{ K}$, $T_{\text{відп}} = 700 \text{ K}$) є збільшення розмірів кристалітів та взаємна дифузія атомів в сусідні шари. Зі зниженням температури вимірювань до $T=150 \text{ K}$ величина анізотропного магнітоопору також зростає в 1,2 – 1,3 рази, а піки польових залежностей магнітоопору зміщуються в область більш сильних полів (рис. 5.12 б).

Система CoNi/Ag(Cu)/Co. Оскільки в досліджувані тришарові плівки входять шари плівок сплаву CoNi та чистого кобальту, нами були попередньо проведені дослідження магніторезистивного ефекту в двошарових плівках CoNi/Co. Для всіх досліджуваних двошарових плівок спостерігається додатній повздовжній магніторезистивний ефект. На рис. 5.13 в якості ілюстрації представлені типові залежності повздовжнього і поперечного магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпаленої (а) та відпаленої (б-е) при різних температурах двошарової плівки CoNi/Co ($d_{\text{NiCo}} = 40 \text{ нм}$, $d_{\text{Co}} = 40 \text{ нм}$). Величина магнітоопору невідпалених плівок складає 0,2 – 0,3% для повздовжнього та 0,3 – 0,4% для поперечного магнітоопору.

Після відпалювання цих зразків при температурі $T=400 \text{ K}$ (рис. 5.13 в) відбувається зменшення як повздовжнього, так і поперечного магнітоопору. Слід відмітити, що зменшення повздовжнього магнітоопору більш значне (в 2 – 3 рази), ніж поперечного (в 1,2 – 1,5 рази). Причиною зменшення магнітоопору для даних зразків може бути зменшення макронапружень в результаті термообробки. На думку авторів [158], термообробка плівок знижує рівень макронапружень структурного походження.

Після відпалювання при температурі 550 K (рис. 5.13 г) спостерігається зростання як повздовжнього (до 0,4 – 0,5%), так і поперечного (до 1%). Піки польових залежностей зміщуються в область більших полів. Відпалювання при 700 K (рис. 5.13 д) приводить до подальшого зростання величини магнітоопору та зсуву піків в область більших полів. На нашу думку причиною збільшення величини магнітоопору при високотемпературному відпалюванні ($T_{\text{відп}} = 550 \text{ K}$, $T_{\text{відп}} = 700 \text{ K}$) є збільшення розмірів кристалітів та взаємна дифузія.

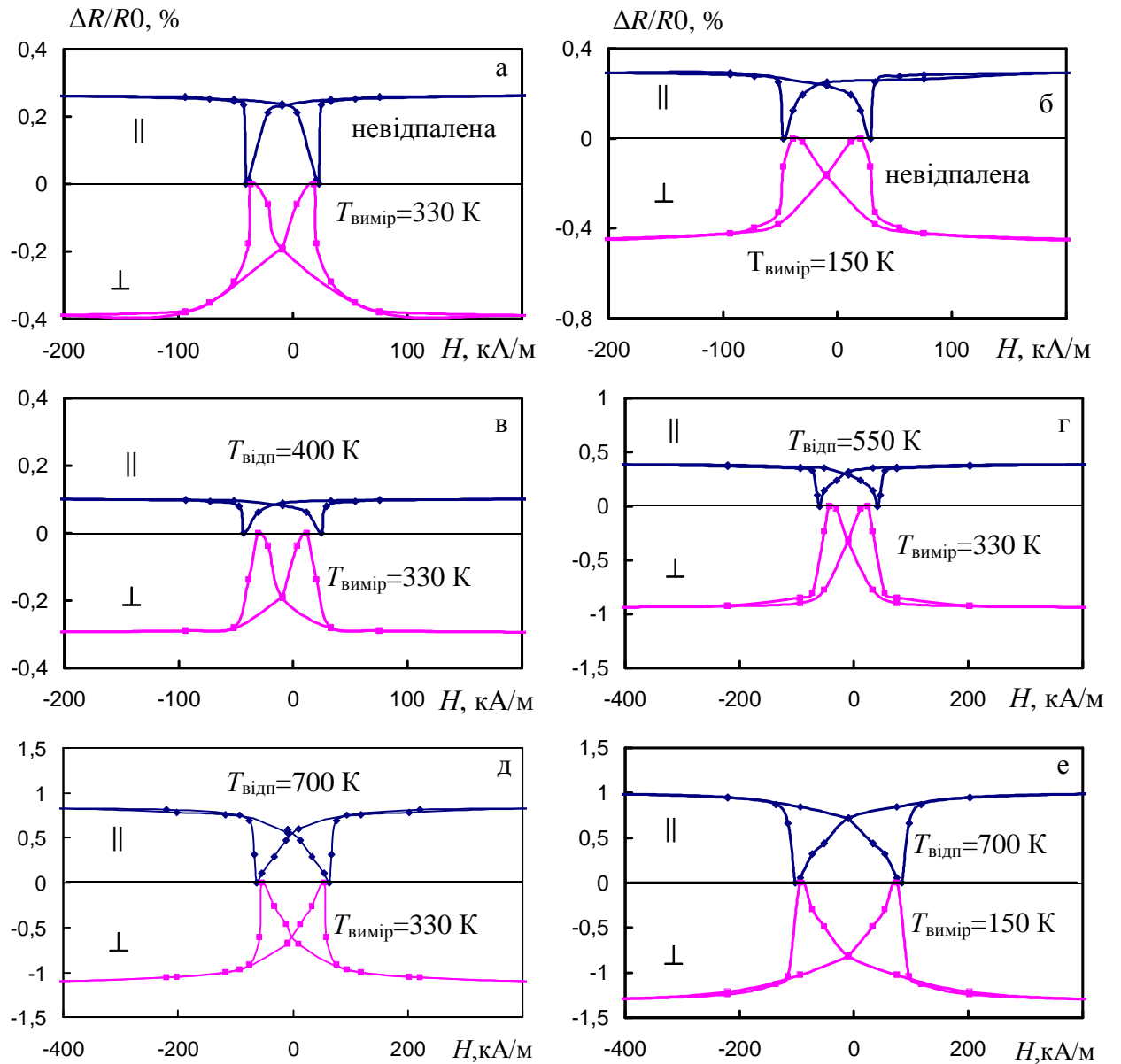


Рис 5.13 Залежність повздовжнього (\parallel) та поперечного (\perp) МО від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпалених та відпалених при різних температурах двошарових плівок $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}/\text{Co}$. $d_{\text{CoNi}}=40$ нм, $d_{\text{Co}}=40$ нм

Нами також були проведені магніторезистивні вимірювання зразків при низьких температурах $T=150$ К (рис.5.13 е). Як показали результати досліджень, зі зниженням температури до $T=150$ К величина магнітоопору зростає (у 1,2 – 1,3 рази), а піки польових залежностей зміщуються в область більш сильних полів.

Дослідження МО тришарових плівок показали наступне.

На рисунках 5.14 і 5.15 приведені залежності величини магнітоопору від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпалених та відпалених при різних температурах тришарових плівок CoNi/Cu/Co та CoNi/Ag/Co. Особливістю невідпалених тришарових плівок (рис.5.14 а, 5.15 а) є відсутність повздовжнього магніторезистивного ефекту. Величина поперечного магнітоопору складає при цьому 0,3-0,5%. Відсутність повздовжнього ефекту, на нашу думку, пов'язана з появою спін-залежного розсіяння на межах шарів. Однак про реалізацію ефекту гігантського магнітоопору в даних тришарових плівках говорити досить важко, оскільки характерною ознакою ГМО є ізотропність МО.

Після відпалювання цих зразків при температурі $T=450-500$ К (рис. 5.14 в, 5.15 б) з'являється повздовжній магніторезистивний ефект, а величина поперечного магнітоопору зменшується. Це можна пояснити порушенням суцільності немагнітного прошарку під час відпалювання. При подальшому збільшенні температури відпалювання (рис. 5.14 г, д, 5.15 в, г) поведінка магнітоопору тришарових плівок CoNi/Cu/Co та CoNi/Ag/Co подібна поведінці магнітоопору для двошарових плівок CoNi/Co (рис.5.12).

Результати досліджень впливу температури відпалювання на МО двошарових плівок CoNi/Co та тришарових плівок CoNi/Cu/Co узагальнені на рис. 5.16. Як видно з цих результатів, тільки після відпалювання при $T= 400$ К для тришарової плівки з'являється додатній повздовжній МО. Подальший хід залежностей $(\Delta R/R)_{\max}(T_{\text{відп}})$ для двошарових і тришарових плівок подібний.

Були проведені також дослідження величини повздовжнього та поперечного МО від температури вимірювання як для невідпалених, так і для

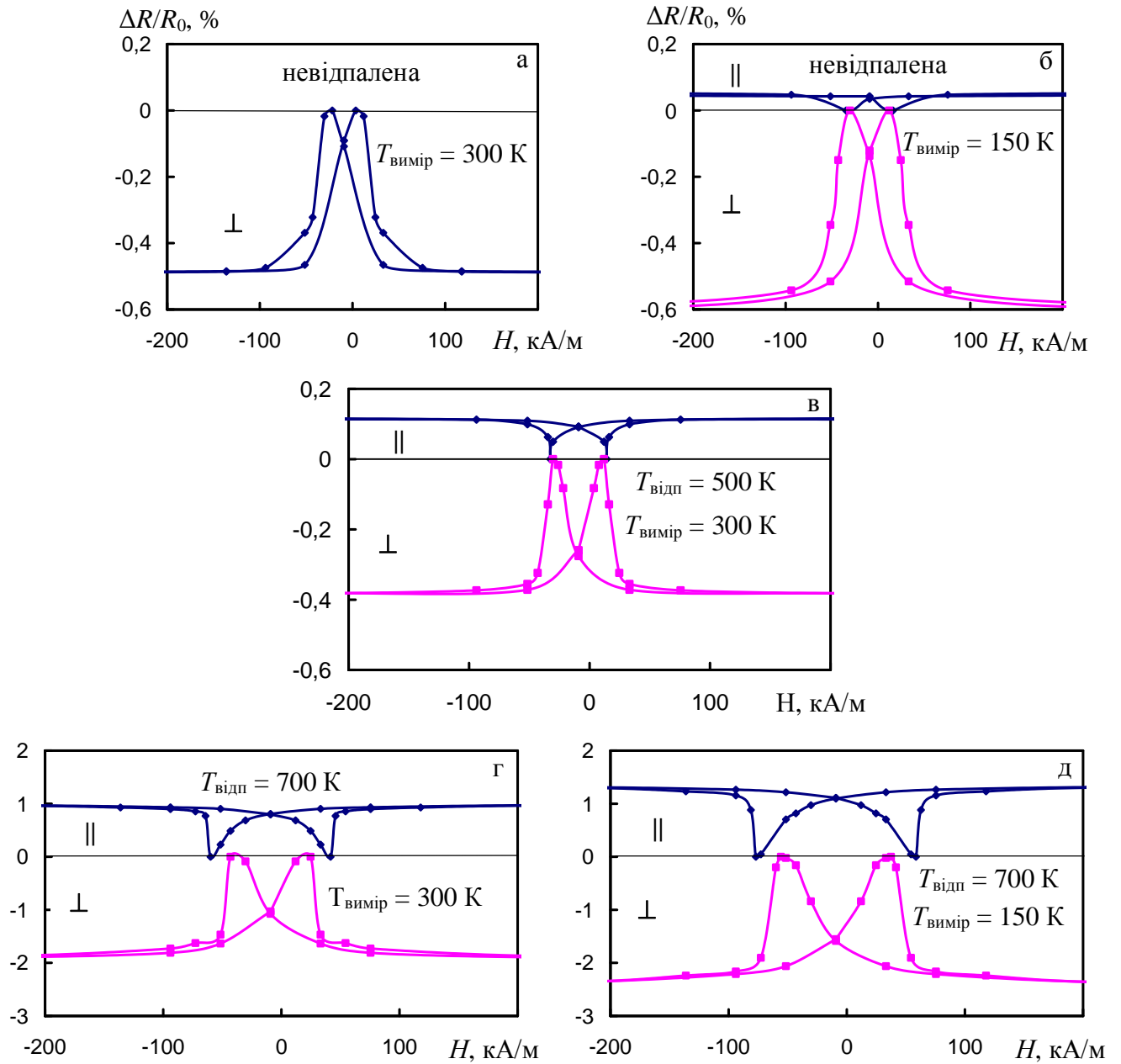


Рис 5.14. Залежність повздовжнього (||) та поперечного (⊥) МО від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпалених та відпалених при різних температурах тришарових плівок $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}/\text{Cu}/\text{Co}$. $d_{\text{CoNi}}=40$ нм, $d_{\text{Co}}=40$ нм $d_{\text{Cu}}=8$ нм.

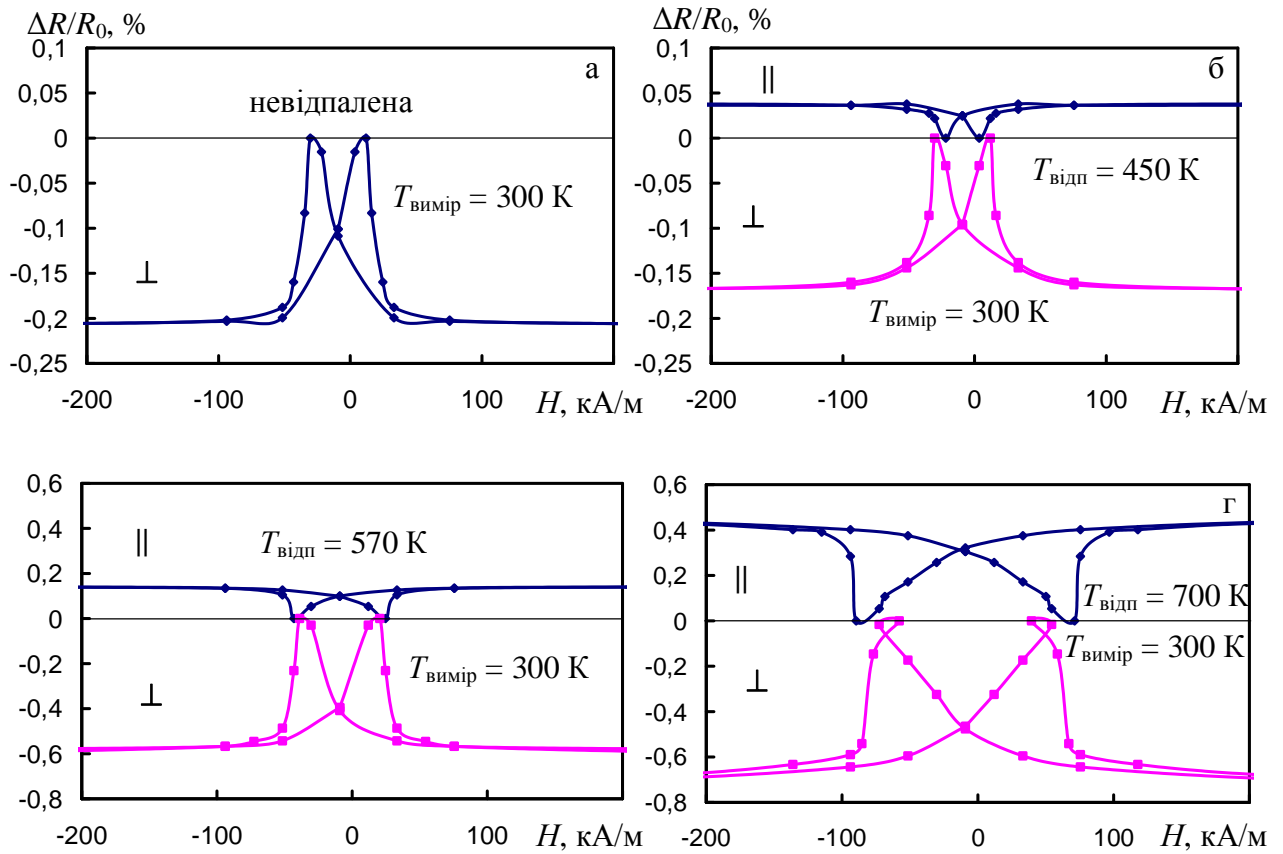


Рис 5.15. Залежність повздовжнього (\parallel) та поперечного (\perp) МО від напруженості зовнішнього магнітного поля для невідпалених та відпалених при різних температурах тришарових плівок $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}/\text{Ag}/\text{Co}$. $d_{\text{CoNi}}=40$ нм, $d_{\text{Co}}=40$ нм $d_{\text{Ag}}=10$ нм.

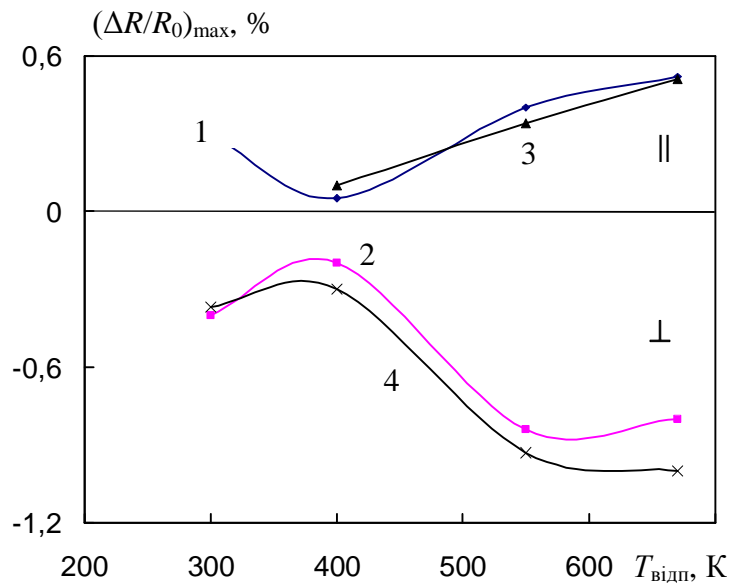


Рис. 5.16. Залежність $(\Delta R/R_0)_{\text{max}}$ від $T_{\text{відп}}$ для двошарової структури $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}(40 \text{ нм})/\text{Co}(40 \text{ нм})/\text{П}$ (1, 2) та тришарової $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}(40 \text{ нм})/\text{Cu}(8 \text{ нм})/\text{Co}(40 \text{ нм})/\text{П}$ (3, 4)

відпалених двошарових плівок CoNi/Co та тришарових плівок CoNi/Cu/Co і CoNi/Ag/Co. Для всіх досліджуваних як невідпалених так і відпалених при різних температурах зразків, спостерігається збільшення величини МО при зниженні температури вимірювань у всьому температурному інтервалі в 1,3-1,5 рази. Отримані залежності пояснюються збільшенням магнітної анізотропії зі зниженням температури. Аномальні температурні залежності (наявність максимуму кривої $(\Delta R/R_0)_{\max}(T)$ при температурі нижчій за кімнатну), які спостерігалися для плівок Co/Cu(Ag)/Co та ряду інших систем [159-161], для розглянутих нами систем не були виявлені.

Закінчуючи опис властивостей тришарових зразків CoNi/Cu/Co та CoNi/Ag/Co, необхідно зазначити, що нами було виявлено зменшення величини як повздовжнього, так і поперечного МО цих зразків при зростанні товщини немагнітного прошарку (як Cu, так і Ag) від 3 до 20 нм.

Система FeNi/Cu/Co. Для невідпалених зразків з $d_{\text{Cu}} = 2-10$ нм спостерігаються характерні ознаки гігантського магнітоопору (ізотропність польових залежностей МО). Величина МО для цих плівок становить 0,2-0,4%, що значно більше ніж для невідпалених одношарових плівок Co і сплаву FeNi.

Слід зазначити, що для невідпалених систем FeNi/Cu/Co з $d_{\text{Cu}} = 4-6$ нм спостерігається горизонтальна ділянка на магніторезистивній петлі. На рис. 5.17 представлені типові магніторезистивні петлі гістерезису для невідпаленої та відпаленої при різних температурах тришарової структури FeNi(30 нм)/Cu(5 нм)/Co(30 нм)/П. Особливістю польових залежностей МО для невідпалених плівок (рис. 5.17 а) є наявність горизонтальної ділянки на петлі, що свідчить [147] про роздільне перемагнічування магнітних шарів FeNi та Co. Відпалювання зразків з $d_{\text{Cu}} = 4-6$ нм при $T = 400$ К призводить до зміни форми магніторезистивної петлі й незначного зменшення $(\Delta R/R_0)_{\max}$. Для зразків, відпалених при $T = 400$ К (рис. 5.17 б), на магніторезистивній петлі горизонтальна ділянка не спостерігається, залишається тільки злам залежності поблизу піків. Очевидно, це пов'язано з посиленням у процесі відпалювання прямого зв'язку магнітних шарів через немагнітний прошарок внаслідок

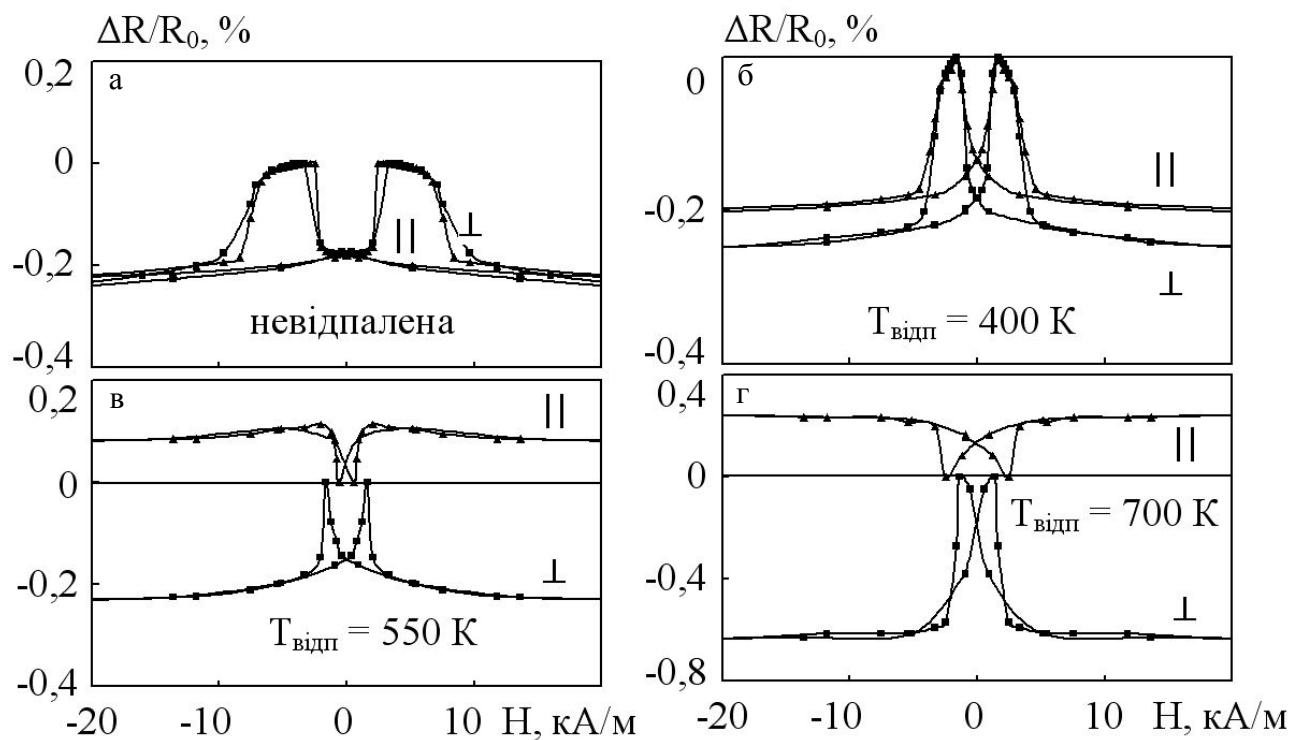


Рис. 5.17. Залежність повздовжнього (||) та поперечного (\perp) МО від напруженості магнітного поля для невідпалених (а) та відпалених при різних температурах (б-г) тришарових плівок FeNi(30 нм)/Cu(5 нм)/Co(30 нм)/ Π

руйнації суцільного прошарку Cu. Відпалювання таких зразків до більш високих температур $T = 550-700$ К (рис. 5.17 в-г) супроводжується подальшою руйнацією (внаслідок зростання розмірів кристалітів у магнітних шарах та дифузії атомів мідного прошарку) суцільності немагнітного прошарку і як наслідок - появою АМО (характерного для одношарових магнітних плівок).

Підтвердженням такого механізму появи АМО є також результати дослідження елементного складу таких зразків методом ВІМС. При пошаровому аналізі невідпалених плівкових зразків мас-спектрометрично завжди фіксується наявність мідного прошарку в той момент часу, коли зондуючі іони його досягають. Для зразків, що пройшли відпалювання (зокрема, при $T=700$ К) поява вторинних іонів Cu в процесі розпилення плівки іонами аргону не фіксується.

Дещо інша картина спостерігається для плівок з $d_{Cu} = 7-15$ нм. Для невідпалених плівок спостерігаються петлі гістерезису, типові для симетричних багатошарових структур (наявність гострого піка). Відпалювання при $T=400$ К не зумовлює зміни виду магніторезистивних петель і величини МО. Для плівок, відпалених при $T=550$ К, не спостерігається поява анізотропії МО, а величина поперечного МО зростає в 3-4 рази при незмінній величині повздовжнього. Тільки після відпалювання при $T=700$ К спостерігається поява АМО. Очевидно, в даному випадку знову працює той же механізм руйнування немагнітного прошарку.

Узагальнені залежності $(\Delta R/R_0)_{max} = f(T_{відп})$ для повздовжнього (||) і поперечного (\perp) МО тришарових плівок FeNi/Cu(Ag)/Co з різними товщинами магнітних і немагнітних шарів наведені на рис. 5.18, 5.19. Як видно з представлених результатів, максимальне значення ГМО було отримано для плівок з мідним прошарком ($d_{Cu} = 7$ нм), відпалених при $T=550$ К. Як відзначають автори [162], у даній ситуації не виключено, що на поведінку величини ГМО плівок також впливає механізм розсіювання електронів у магнітних шарах, пов'язаний із шорсткостями міжзеренних границь. Так, із збільшенням температури відпалювання збільшується глибина дифузії

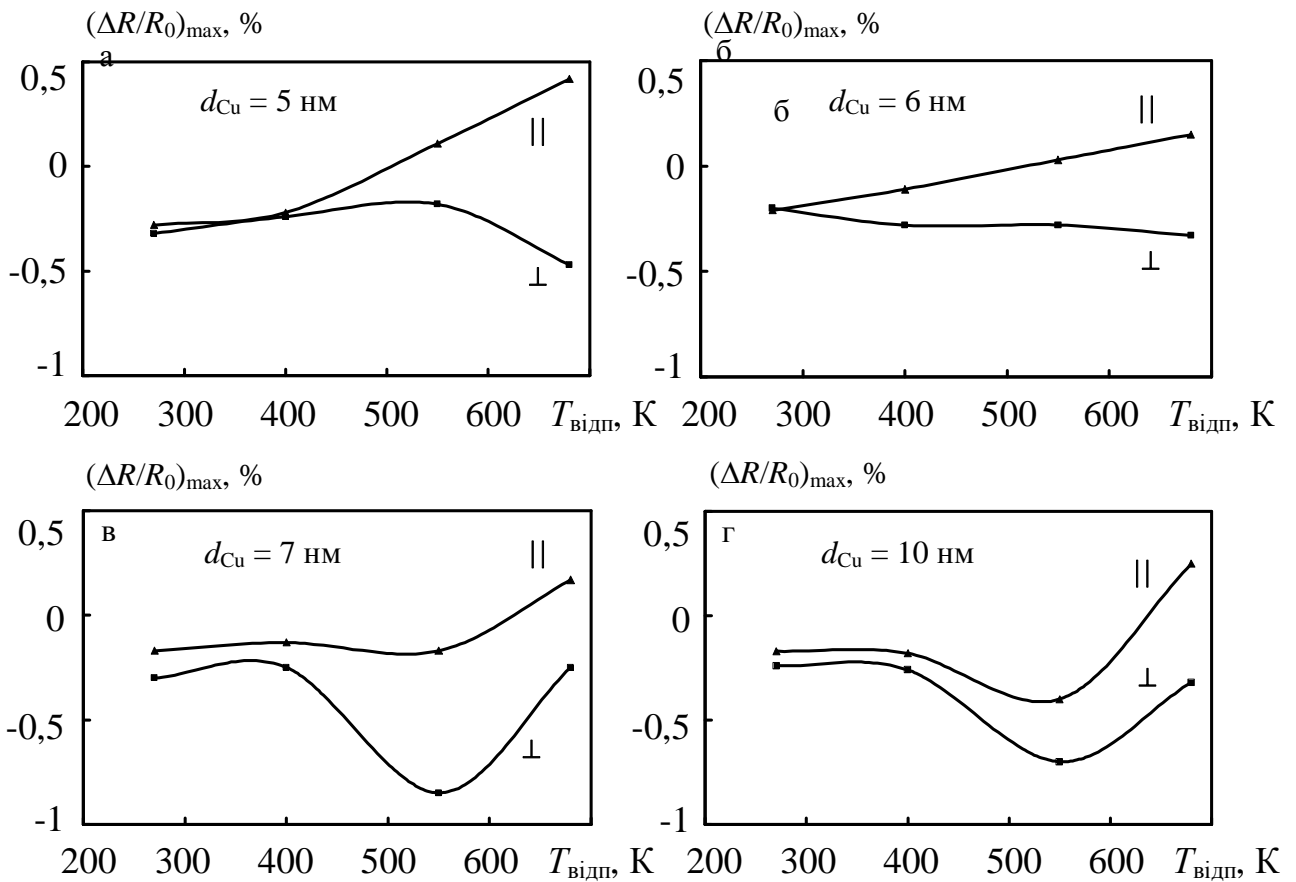


Рис. 5.18. Залежність величини повздовжнього та поперечного МО $(\Delta R/R_0)_{\max}$ від $T_{\text{відп}}$ для структури FeNi/Cu/Co з різними товщинами немагнітного прошарку

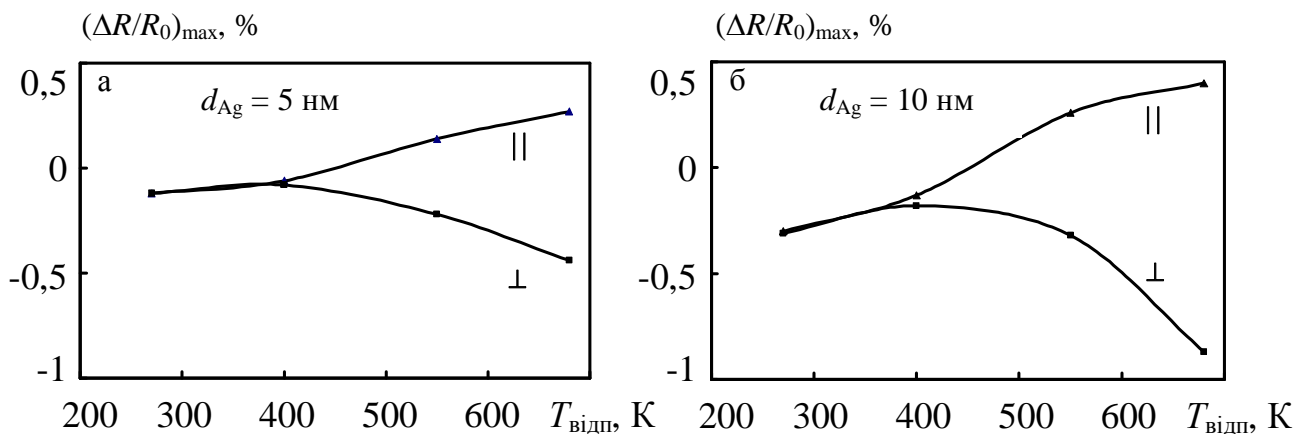


Рис. 5.19. Залежність величини повздовжнього та поперечного МО $(\Delta R/R_0)_{\max}$ від $T_{\text{відп}}$ для структури FeNi/Ag/Co з різними товщинами немагнітного прошарку

проміжного шару міді в об'ємі шарів кобальту, що зумовлює зростання ролі спін-залежного розсіювання на границях зерен в ефекті ГМО плівок. Відпалювання, що стимулює процеси дифузії, приводить до появи надлишкових вакансій в об'ємі шарів кобальту, що також є причиною невеликого росту ГМО, оскільки збільшується потік спін-поляризованих електронів, що рухаються до границі розділу між шарами. Для плівок зі срібним прошарком при відпалюванні спостерігається тільки зменшення МО із переходом в АМО (рис. 5.19). Подальше відпалювання цих зразків призводить до відносно великого росту величини АМО (до 1% при кімнатній температурі). Причини зміни величини магнітоопору, на нашу думку, ті ж, що і у випадку систем, описаних вище.

У результаті вивчення впливу температури відпалювання на магніторезистивний ефект встановлено, що для всіх тришарових плівок з АМО величина магнітоопору збільшується в процесі відпалювання незалежно від виду прошарку. Величина ГМО у досліджуваних зразках по-різному поводить себе при відпалюванні, у залежності від виду і товщини як немагнітних, так і магнітних шарів. Для всіх досліджуваних тришарових плівок з вихідним ГМО спостерігається незворотний перехід від ГМО до АМО у процесі відпалювання до $T=700$ К. Як бачимо, максимальна амплітуда ГМО для системи FeNi/Cu/Co спостерігається для плівок відпалених при температурі $T=550$ К.

Зростання величини ефекту, можливо, пов'язане з оптимізацією шорсткостей меж шарів, оскільки вплив шорсткостей меж шарів на амплітуду ефекту визначається конфігурацією центрів, які асиметрично розсіюють електрони з різною поляризацією спіну, а теоретично встановлено [162], що: коли домінуючим механізмом, який обумовлює ефект ГМО, є асиметричне СЗР носіїв заряду на межі поділу шарів металу сандвіча (або на його зовнішніх межах), то наявність меж зерен в об'ємі шарів металу призводить до зменшення амплітуди ефекту внаслідок розсіяння електронів на міжкристалітних межах. Крім того, якщо ефект ГМО обумовлений СЗР носіїв заряду в об'ємі шарів металу, то у випадку, коли шар має крупнозернисту структуру, то рівень ефекту

знову зменшується через втрату електроном “пам’яті” про свій спін унаслідок свого розсіяння на МЗ. Коли ж шар має дрібнозернисту структуру, то амплітуда ефекту збільшується, оскільки центри, що розсіюють електрони, розміщуються на межах зерен, і домінуючим механізмом релаксації спін-поляризованого електронного потоку є їх розсіяння на міжкристалічних межах.

На закінчення даного підрозділу зауважимо, що на величину ефекту ГМО з використанням моделі магнітної багатошарової плівки з ультратонкими прошарками можна застосовувати для аналізу гігантського магніторезистивного ефекту у магнітних мультишарах, в яких домінуючим механізмом асиметричного СЗР електронів є їх розсіяння на інтерфейсах зразка. Застосування зазначеної моделі до інших багатошарових систем, з одного боку, може призвести до завищення амплітуди ефекту [152, 153], з іншого боку - її не можна застосовувати до магнітних зразків з відносно товстими прошарками, і для аналізу ефекту ГМО потрібно користуватися точною теорією [162]. Так, зокрема, моделлю магнітного провідника з ультратонкими прошарками не можна користуватися для аналізу ефекту ГМО у спін - вентильному сандвічі з фіксованим підкладкою базовим магнітним шаром металу. У цьому випадку обмінний зв’язок між магнітними шарами сандвіча для вільного обертання вектора намагнічення верхнього шару послаблюється за рахунок відносно товстого прошарку з високою провідністю (для прошарку, як правило, беруть *Ag, Au, Cu*), і, відповідно, провідність зразка в основному буде визначатися провідністю прошарку. При виготовленні таких магнітних сандвічів за базовий магнітний шар металу, як правило, обирають шар сплаву FeNi, і, відповідно, у цьому разі ефект ГМО вже буде анізотропним.

Таким чином, виходячи з отриманих результатів, можна говорити, що основною перевагою несиметричних систем (FeNi/Cu/Co, CoNi/Cu/Co та CoNi/Cu/FeNi) є досить малі поля насичення ($H_s \sim 4$ кА/м), при яких в даних сандвічах реалізується ефект ГМО. Це важливо для практичного використання магніторезистивних елементів з цими шарами.

Висновки до розділу 5

1. Аналіз результатів дослідження МО одношарових плівок сплавів CoNi і FeNi показав:

- для плівок сплавів всіх досліджених концентрацій компонент спостерігається гістерезис МО, що дозволяє говорити про наявність в них доменної структури;

- на прикладі плівки сплаву FeNi встановлено зв'язок зміни електричного опору плівок зі зміною їх доменної структури;

- термостабілізуюче відпалювання приводить до збільшення МО, у порівнянні з невідпаленими у 3-10 разів у залежності від їх товщини;

- встановлені температурні, розмірні та концентраційні залежності повздовжнього і поперечного МО плівок сплавів, а також розмірні і концентраційні залежності коерцитивної сили. Максимальна величина МО для плівкових сплавів CoNi складає 3,5% для повздовжнього МО та 2,5 % для поперечного МО при $c_{Co}=40$ мас. %.

2. Для тришарових плівкових систем на основі одношарових плівкових сплавів CoNi і FeNi експериментально показано, що при товщині немагнітного прошарку (Cu, Ag) 4-20 нм у всіх невідпалених системах реалізується ефект ГМО. Максимальне значення амплітуди ефекту (1,1 % при кімнатній температурі) спостерігається для системи CoNi/Ag/FeNi з товщиною прошарку Ag 4-7 нм. Для систем Co₅₀Ni₅₀/Cu/FeNi та Co₅₀Ni₅₀/Cu/Co спостерігається лише поперечний МО при повній відсутності повздовжнього МО.

3. Вивчення впливу термомагнітної обробки на МО тришарових плівок дозволило встановити наступні закономірності:

- при термомагнітному відпалюванні для всіх систем незалежно від товщини і складу шарів спостерігається перехід від ГМО до АМО;

- для систем Co₅₀Ni₅₀/Cu/FeNi, CoNi/Cu/Co термомагнітне відпалювання приводить до появи повздовжнього МРЕ.

4. Зниження температури вимірювань від кімнатної до азотної приводить до збільшення величини як анізотропного, так і гігантського магнітоопору у 1,3-1,8 разів в залежності від товщини та складу шарів.

ВИСНОВКИ

У результаті проведеного в дисертаційній роботі комплексного дослідження структурно-фазового стану, електро- та магніторезистивних властивостей плівкових сплавів CoNi в інтервалі товщин (5-200) нм і концентрацій компонент $0 < c_{Co} < 100$ мас.% та сплаву Fe₅₀Ni₅₀ сформульовані наступні узагальнюючі висновки:

1. Вивчення структурно-фазового і елементного складу плівкових сплавів методами електронографії, просвічуючої електронної мікроскопії, вторинно-іонного мас-спектрометричного та рентгенівського мікроаналізу дозволило встановити наступні закономірності:

- показано, що вміст елементів у плівкових сплавах CoNi та FeNi у цілому відповідає їх вмісту у вихідному сплаві, а плівки є гомогенними за товщиною;

- вперше показано, що в плівкових сплавах CoNi товщиною $d < 15$ нм, одержаних на аморфних підкладках при $T = 300$ К, спостерігається острівцева структура з середнім розміром острівців 1-2 нм у невідпалених та 20-25 нм у відпалених плівках, у залежності від ефективної товщини;

- невідпалені і відпалені плівки сплаву CoNi при $c_{Co} < 70$ мас.% мають ГЦК-структуру, відпалені плівки з $c_{Co} \geq 80$ мас.% мають двофазний склад (ГЦК+ГЦП)-т.р. CoNi;

- зміна параметру решітки плівок ГЦК-CoNi зі збільшенням c_{Co} описується правилом Вегарда;

- невідпалені плівкові зразки сплавів CoNi мають дрібно-кристалічну структуру з розміром кристалітів 5-10 нм, у результаті відпалювання до $T = 700$ К спостерігається збільшення середнього розміру кристалітів у площині плівки до 40-60 нм;

- у невідпалених плівках CoNi кристаліти мають рівноосну форму, після відпалювання у напрямку нормалі до площини плівки їх розмір складає ~ 25 нм;

- для плівок сплаву CoNi, одержаних випаровуванням Co та Ni з двох незалежних джерел, спостерігається двофазний склад (ГЦК-Ni)+(ГЦК-CoNi) або (ГЦК-CoNi)+(ГЦП-Co);

- плівки сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Ni}_{50}$ мають ГЦК-решітку з параметром $a=0,359\text{-}0,361$ нм. Невідпалені плівки мають дрібнозернисту структуру, відпалювання приводить до збільшення розмірів зерен до 30-50 нм.

2. Узагальнення результатів експериментальних досліджень впливу температурних та розмірних ефектів на електрофізичні властивості плівкових сплавів дозволило встановити наступні закономірності:

- для острівцевих плівок CoNi з ефективною товщиною до 15-20 нм характерна термічно активована провідність з від'ємним значенням ТКО, вперше встановлена розмірна залежність енергії активації провідності;

- для структурно-суцільних плівок з товщиною $d>30$ нм в ході відпалювання до $T=700$ К спостерігається залежність $\rho(T)\sim T^2$ з додатними значеннями ТКО.

3. Вивчення впливу умов одержання, термообробки, структури та елементного складу на магніторезистивні властивості одно- та тришарових плівок сплавів CoNi та FeNi дозволили встановити такі закономірності:

- для плівок сплавів спостерігається гістерезис МО, що обумовлено наявністю в них доменної структури; встановлено зв'язок зміни електричного опору плівок в магнітному полі зі зміною їх доменної структури;

- вперше показано, що у зразках, які пройшли термостабілізуюче відпалювання спостерігається збільшення МО, у порівнянні з невідпаленими у 3-10 разів у залежності від їх товщини;

- вперше встановлені температурні, розмірні та концентраційні залежності повздовжнього і поперечного МО плівок сплавів, а також розмірні і концентраційні залежності коерцитивної сили,

- вперше експериментально показано, що у всіх невідпалених системах ($\text{CoNi}/\text{Cu}(\text{Ag})/\text{FeNi}$, $\text{CoNi}/\text{Cu}(\text{Ag})/\text{Co}$, $\text{FeNi}/\text{Cu}(\text{Ag})/\text{Co}$) реалізується ефект ГМО;

- встановлено, що максимальне значення амплітуди ГМО (1,1 % при $T=300\text{K}$ та 2% при $T=150\text{K}$) спостерігається для системи $\text{CoNi}/\text{Ag}/\text{FeNi}$ з товщиною прошарку Ag 4-7 нм;

- вперше показано, що для систем $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{50}/\text{Cu}/\text{FeNi}$ та $\text{CoNi}/\text{Cu}/\text{Co}$ спостерігається лише поперечний МО при повній відсутності повздовжнього МО, термомагнітне відпалювання приводить до появи повздовжнього МО і переходу до анізотропного МО.

На завершення автор висловлює глибоку вдячність науковому керівнику кандидату фізико-математичних наук, доценту, професору кафедри фізики СумДПУ Лободі В.Б. за запропоновану тему дисертаційної роботи, постійну увагу, допомогу і керівництво при її виконанні; кандидату фізико-математичних наук, старшому викладачу кафедри фізики Шкурдоді Ю.О. за допомогу у проведенні досліджень магніторезистивних властивостей та обговоренні їх результатів; доценту кафедри ЕіТФ Салтиковій А.І. за допомогу при проведенні мас-спектрометричних досліджень; кандидату фізико-математичних наук, старшому викладачу кафедри фізики Хурсенко С.М. за допомогу при проведенні електронно-мікроскопічних досліджень, а також викладачам та співробітникам кафедри фізики СумДПУ ім. А.С. Макаренка за підтримку під час роботи над дисертацією.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Поверхностные явления и фазовые превращения в конденсированных пленках / [Н.Т. Гладких, С.В. Дукаров, А.П. Крышталь и др.]; под ред. проф. Н.Т.Гладких. – Х.: ХНУ им. В.Н.Каразина, 2004. – 276 с.
2. Проценко І.Ю. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості) / І.Ю. Проценко, В.А. Саєнко. – Суми: СумДУ, 2002. – 187 с.
3. Тонкие пленки. – Харьков: ННЦ ХФТИ, ИПП «Контраст», 2007. – 262 с.
4. Тонкие пленки в электронике. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2001. – 398 с.
5. Layered magnetic structures: interlayer exchange couplind and giant magnetoresistance / A. Fert, P. Grunberg, A. Barthelemy [et all.] // J. Magn. and Magn. Mater. – 1995. – V. 140-144, № 1. – P. 1-8.
6. The emergence of spin electronics in data storage / C. Chappert, A. Fert, F.N. Van Dau // Nature Materials.- 2007.- V.6.- P.813-823.
7. Tumanski S. Thin Film Magnetoresistive Sensors / Tumanski S. – IOP Publishing Ltd, 2001. – 441 p.
8. Volmer M. Magnetic field sensors based on Permalloy multilayers and nanogranular films / M. Volmer, J. Neamtu // J. Magn. and Magn. Mater. - 2007. - V.316. - P. e265-e268.
9. Magnetic anisotropy and magnetotransport properties of nanostructured Fe-Pt thin films / V.Georgescu, C.Ilioiaia, R.Musat // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.- 2005.– V.7, №6.- P. 3063-3067.
10. Thickness-dependent magnetic properties of $Ni_{81}Fe_{19}$, $Co_{90}Fe_{10}$ and $Ni_{65}Fe_{15}Co_{20}$ thin films / S. Ingvarsson, Gang Xiao, S.S.P. Parkin, W.J.Gallagher // J. Magn. and Magn. Mater.- 2002.- V.251.- P.202-206.
11. Ляпіна О.В. До питання про одержання функціональних конденсаційних покриттів прямим випаровуванням сполук у вакуумі / О.В. Ляпіна, А.І. Костржицький // ФХТТ. - 2005. - Т.6, №1. - С. 161-164.
12. Физика твердого тела: энциклопедический словарь: в 2 т. / [гл. ред. Барьяхтар В.Г.]. – К.: Наукова думка, 1996 – Т.1. – 1996. – 651 с.

13. Горелик С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ: Приложения / Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. – М.: Металлургия, 1970. - 108 с.
14. Диаграммы состояния металлических систем / Н.И.Ганина, А.М.Захаров, В.Г.Оленичева [и др.]. - В. XXXII.- М.: ВИНТИ, 1988.- 628 с.
15. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Справочник: в 3 т. / [под ред. Н.П. Лякишева].- М.: Машиностроение, 1996.– Т.2. – 1997. – 1024 с.
16. Пушин В.Г. Исследование микроструктуры метастабильных по отношению к ГЦК-ГПУ мартенситному превращению сплавов кобальт-никель / В.Г. Пушин, С.Г. Блинов, Л.И. Юрченко // ФММ. - 1993.- Т.75, в.3. - С. 96 -109.
17. Таблицы физических величин: справочник / [под ред. акад. И.К. Кикоина].- М.: Атомиздат, 1976. - 1008 с.
18. Лангваген С.Е. Магнитные свойства малых частиц сплавов Fe-Ni / С.Е. Лангваген, О.П. Любашевский, П.Е. Чижов // ФММ. - 1991.- №9.- С. 69-73.
19. Палатник Л.С. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок / Палатник Л.С., Фукс М.Я., Косевич В.М. – М.: Наука, 1972. - 318 с.
20. Комник Ю.Ф. Физика металлических пленок. Размерные и структурные эффекты / Комник Ю.Ф. - М.: Атомиздат, 1979. - 263 с.
21. Проценко І.Ю. Технологія та фізика тонких плівок: навч. посібник / Проценко І.Ю. - Суми: Вид-во СумДУ, 2000. - 148 с.
22. Влияние кристаллической структуры пленок на магнитные параметры / Л.А. Чеботкевич, Л.А. Юдина, Л.Г. Кашина [и др.] // 1975.- ФММ. - Т.39, в.6. - С. 1297-1300.
23. Мельничук Б.Л. Електропровідність та термоелектрорушійна сила тонких плівок марганцю та заліза / Б.Л. Мельничук, Б.Р. Пенюх, З.В. Стасюк // Фізика і хімія твердого тіла. - 2005.- Т.6, №2.- С. 247-250.

24. Дума И.М. Электропроводность и термоэдс пленок никеля и молибдена / И.М. Дума, Б.Л. Мельничук, З.В. Стасюк // Известия высших учебных заведений. Физика. - 1992.- №12.- С. 33-37.
25. Особенности наноструктуры и удельной проводимости тонких пленок различных металлов / И.В. Антонец, Л.Н. Котов, С.В. Некипелов [и др.] // ЖТФ. - 2004.- Т.74, в.3.- С. 24-27.
26. Лобода В.Б. Структура и электрические свойства тонких пленок хрома, никеля, скандия и рения, полученных в высоком и сверхвысоком вакууме: автореф. дисс. на соискание учен. степени канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 "Физика твердого тела" / В.Б. Лобода. – К., 1984. – 24 с.
27. Білоус О.А. Вплив ступеню дисперсності кристалітів на параметри електропереносу металевих матеріалів / О.А. Білоус, І.Ю. Проценко, А.М. Черноус // ФХТТ .- Т.4, №1. - С. 48-57.
28. Кузьменко А.И. Структура и электрофизические свойства двухслойных пленок переходных d-металлов: дисс. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Кузьменко Алла Ивановна. – Сумы, 1993. – 126 с.
29. Кришталь О.П. Зміна параметра ґратки в острівцевих вакуумних конденсатах: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: спец. 01.04.07 / О.П. Кришталь. – Харків, 2000. – 17 с.
30. Табалов А.В. Особенности формирования тонких пленок меди на диэлектрических подложках / А.В.Табалов, В.М.Березин // Известия Челябинского научного центра.- 2002.- В.3(16).- С.36-38.
31. Фазовая диаграмма ГЦК-ГП-перехода в малых частицах кобальта / А.И. Кузьменко, Т.А. Прокофьева, И.Е. Проценко [и др.] // Изв. АН СССР. Сер. физ. - 1986. - №8. - С. 1590-1592.
32. Self-assembly and magnetic properties of cobalt nanoparticles / H.T.Yang, C.M.Shen, Y.K.Su [et all.] // Appl. Phys. Lett.- 2003.- V.82, №26.- P. 4729-4731.
33. Фазоутворення та структурні зміни в двошарових плівкових системах Ti/Co і Ni/(Ti, V, Co, Cr) в процесі ізохронного відпалу / І.Ю. Проценко,

- В.В. Токмань, А.М. Черноус [та ін.] / *Металлофиз. новейшие технол.* – 2003. – Т.25, №3. - С. 319-331
34. Черноус А.М. Розмірні ефекти в електрофізичних властивостях нанокристалічних плівкових систем в умовах взаємної дифузії та фазоутворення: дис. ... доктора фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Черноус Анатолий Миколайович. - Суми, 2005. – 334 с.
35. Хурсенко С.М. Структура, електро- та магніторезистивні властивості тонких плівок мідно-нікелевих сплавів: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: спец. 01.04.07 / С.М. Хурсенко. - Суми, 2008. – 19 с.
36. Ушаков А.И. Исследование кристаллической структуры и магнитных свойств полиморфных железоникелевых и железокобальтовых пленок: автореф. дисс. на соискание учен. степени канд. физ.-мат. наук: спец. 01.04.07 "Физика твердого тела" / А.И. Ушаков - Минск, 1977. - 15 с.
37. Скаков Ю.А. Структура напыленных аморфных пленок сплавов на основе Ni или Fe / Ю.А. Скаков, Н.В. Еднерал, М.Л. Соколова // *ФММ.* - 1995. – Т.80, в.2.- С. 98-103.
38. Микроструктура и свойства наногранулированных пленок Co-Sm-O / Г.И. Фролов, В.С. Жигалов, С.М. Жарков [и др.] // *ФТТ.* - 2003.- Т.45, в.12. - С. 2198-2203.
39. Magnetic and structural properties of Co-Ni films prepared by oblique incidence deposition / S.L.Zeder, J.-F. Silvain, M.E.Re [et all.] // *J.Appl.Phys.*- 1987.- V.61, №8.- P.3804-3806.
40. Maeda H. High coercitivity Co and Co-Ni alloy films / H.Maeda // *J.Appl.Phys.*- 1982.- V.53, №5.- P.3735-3739.
41. Особенности структуры и магнитные свойства наночастиц Co-Ni, капсулированных в углеродных нанотрубках / С.В.Колмогорцев, Р.С.Исхаков, К.А.Шайхутдинов [и др.]// *Вестн. КрасГУ.*- 2004.- N 5.- С.37-41.
42. Electrical and magnetic properties of nanocrystalline $Fe_{100-x}Ni_x$ alloys / S. Vitta,

- A. Khuntia, G. Ravikumar [et all.] // J. Magn. and Magn. Mat. - 2008.- V.308. - P. 182-189.
43. Некоторые свойства наноразмерных порошков систем железо-кобальт и железо-никель / Ю.А.Захаров, А.Н.Попова, В.М.Пугачев [и др.] // Ползуновский вестник.- 2008.- №3.- С. 79-83.
44. A study on electrodeposited Ni_xFe_{1-x} alloy films / M.Bedir, Ö.F.Baccaloğlu, I.N.Karahan [et all.] // Pramana – journal of physics.- 2006.- V.66, №6.- P.1093-1104.
45. Стасюк З.В. Розмірні кінетичні явища в тонких плівках металів. Класичні ефекти (огляд)/ З.В. Стасюк, А.І. Лопатинський //Фізика і хімія твердого тіла. - 2001.- Т.2, №4. - С. 521-542.
46. Панченко О.А. Розмірні явища і поверхневе розсіювання носіїв струму в металах (огляд) / О.А. Панченко, С.В. Сологуб // Фізика і хімія твердого тіла. - 2003.-Т.4, №1. - С. 7-42.
47. Tellier C.R. Size and grain-boundary effects in the electrical conductivity of thin monokristalline films/ C.R. Tellier // Electrocomponent Science and Technology. - 1978.-V.5. - P.127-132.
48. Tellier C.R. Three dimensional analytical separation and surface scattering in polycrystalline metal films in case of non cubic grains / C.R. Tellier, C.R. Pichard, A.J. Tosser // Electrocomponent Science and Technology. - 1981. - V.9. - P. 125-130.
49. Tosser A.J. Thin polycrystalline metallic-film conductivity under the assumption of isotropic grain-boundary scattering / A.J. Tosser, C.R. Tellier, C.R. Pichard // J.Mat.Sci. - 1981.- V.16. - P. 944-948.
50. Bedda M. Numerical approximation for transport parameters in framework of multidimensional conduction models / M. Bedda, C.R. Pichard, A.J. Tosser // J. Mat. Sci. - 1986.- V.21.- P. 1405-1412.
51. Лобода В.Б. Исследование электрических свойств тонких пленок хрома и скандия / В.Б. Лобода, И.Е. Проценко, В.Г. Шамоля // УФЖ. - 1982.- Т.27, №9. - С. 1343-1349.

52. Tellier C.R. Thin metal film sensors / C.R.Tellier //Active and Passive Elec. Comp.- 1985.- V.12.- P.9-32.
53. Pichard C. Empirical results establishing the thermal independence of the grain-boundary reflection coefficient / C.Pichard, A.J.Tosser, C.R.Tellier // Electrocomponent Science and Technology.- V.7.- P.217-220.
54. Электрические и теплофизические свойства сплавов никель-кобальт в интервале 300-1700 К / О.В. Садырева, Ю.Е. Лапшова, И.Г. Коршунов [и др.] // ФММ.- 2000.- Т.89, №2.- С. 108-112.
55. Turek I. Residual resistivity and anisotropy in random CoNi and CuNi ferromagnetic alloys / I. Turek, T. Zalezak // J. Phys.: Conf. Ser.-2010.- V.200.- 052029.
56. Ikeda K. Electrical Resistivity of Nickel, Cobalt and Their Alloys / K. Ikeda // Transactions of the Japan Institute of Metals. – 1988. – V.29. - №3. – P. 183-190.
57. Технология тонких пленок: справочник: в 2 т. / [под ред. Л. Майссела, Р. Гленга]. – М.: Сов. Радио, 1977 - Т. 2. – 1977. - 768 с.
58. Температурная зависимость удельного сопротивления тонких пленок переходных d-металлов / И.Е. Проценко, М.Д. Смолин, А.В. Яременко [и др.] // УФЖ. - 1988.- Т.33, №6.- С. 875-880.
59. Электропроводность очень тонких пленок никеля и палладия / И.М. Дума, М.М. Козак, Р.М. Кушнир [и др.] // Физическая электроника. - 1985. - В.31. - С. 81-83.
60. Проценко И.Е. Размерные эффекты в кристаллической структуре и электрофизических свойствах тонких пленок переходных d-металлов: автореф. дисс. на соискание учен. степени доктора физ.-мат. наук: спец. 01.04.07 "Физика твердого тела" / И.Е. Проценко. – К., 1990. - 40 с.
61. Лопатинський А.І. Кінетичні явища в тонких плівках перехідних d-металів: атореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук: спец. 01.04.18 "Фізика і хімія поверхні" / А.І. Лопатинський. - Івано-Франківськ, 2000. - 17 с.

62. Проценко С.И. Методика разделения вклада зернограничного и поверхностного рассеяния в величину удельного сопротивления и температурного коэффициента сопротивления металлических пленок / С.И. Проценко, А.Н.Черноус // ВАНТ.- 1999.- №10.- С.107-109.
63. Латышев А.В. Точное решение задачи о прохождении тока через границу раздела кристаллитов в металле / А.В.Латышев, Ф.Ф.Юшканов // ФТТ.- 2001.- Т.43, в.10.- С.1744-1750.
64. Жигалов В.С. Нанокристаллические пленки кобальта, полученные в условиях сверхбыстрой конденсации / В.С. Жигалов, Г.И. Фролов, Л.И. Квеглис // ФТТ. - 1998. - Т.40, №11.- С. 2074-2079.
65. Склинкина Т.А. Магнитные и электрические свойства тонких элинварных пленок системы Fe-Ni-Cr: автореф. дисс. на соискание учен. степени канд. физ.-мат. наук: 01.046 "Физика твердого тела" / Т.А. Склинкина - Ашхабад, 1975. - 18 с.
66. Бочкарев В.Ф. Электрические и гальваномагнитные свойства тонких пленок гадолиния, тербия, диспрозия и железогадолиниевых сплавов: автореф. дисс. на соискание учен. степени канд. физ.-мат. наук: спец.01.040 "Экспериментальная физика" / В.Ф. Бочкарев. - Иркутск, 1970. - 11 с.
67. Magnetic properties of Co-Fe-Ni films / S.U. Jen, H.P. Chiang, C.M. Chung [et all.] // J. Magn. and Magn. Mat.- 2001.- V.236.- P.312-319.
68. On the galvanomagnetic and structural properties of granular $(\text{CoNi})_x(\text{SiO}_2)_{1-x}$ thin films / H. Chiriac, M. Urse, M. Lozovan [et all.] // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.- 2000.- V. 2, №. 5.- P.693-697.
69. Magnetic properties of sputtered soft magnetic Fe-Ni films with an uniaxial anisotropy // J.G.Kim, K.H.Han, S.H. Song [et all.].- Thin Solid Films.- 2003.- V. 440.- P.54-59.
70. Role of electron scattering in the magnetization relaxation of thin $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ films / S. Ingvarsson, L. Ritchie, X. Y. Liu [et all.].- Phys. Rev. B.- 2002.- V. 66.- P. 214416-1–214416-5.
71. Вонсовский С.В. Магнетизм. / Вонсовский С.В. – М: Наука, 1971. – 1032 с.

72. Буравихин В.А. Практикум по магнетизму: уч. пособие / Буравихин В.А., Шелковников В.Н., Карабанова В.П. – М.: Высшая школа, 1979. - 197 с.
73. Буравихин В.А. Физика магнитных пленок / В.А. Буравихин, В.С. Христосенко. - [вып. 1]. - Иркутск: типография №1 Иркутского обласного управления по печати, 1967. - 304 с.
74. Pansong Y. Anisotropic magnetoresistance of cobalt films prepared by thermal evaporation / Y. Pansong, C. Sirisathitkul // *Walailac J. Sci.& Tech.* - 2005. - № 2(1). - P. 71-80.
75. Spin scattering in ferromagnetic thin films / M. Viret, D. Vignoles, D. Cole [et all.] // *Phys. Rev. B.* – 1996. – V. 53, № 13. – P. 8464-8468.
76. Hong K. New effect in ferromagnetic nanostructures / K.Hong, N. Giordano // *J. Magn. and Magn. Mat.*- 1995.- V.151.- P.396-402.
77. Volmer M. Hall effect and magnetoresistance measurements on permalloy Py thin films and Py/Cu/Py multilayers / M. Volmer, J. Neamtu, I.Inta // *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.*- 2002.- V. 4, №. 1.- P.79-84.
78. Pseudo-Hall Effect and Anisotropic Magnetoresistance $Ni_{80}Fe_{20}$ Device / C.C.Yao, D.G.Hasko, W.Y. Lee [et all.] // *JEEE Transactions on Magnetics.*- 1999.- V.35, №5.- P.3616-3618.
79. Огнев А.В. Спинтроника: физические принципы, устройства, перспективы / А.В.Огнев, А.С.Самардак // *Вестник ДВО РАН.*- 2006.- №4.- С.70-80.
80. Magnetoresistance of Co-Based multilayered structures / D.H.Mosca, A.Barthelemy, F.Petroff [et all.] // *J. Magn. and Magn. Mat.*- 1991.- V.93.- P.480-484.
81. Магниторезистивные и магнитные свойства мультислойных структур Co/Cu с переменным числом бислоев / С.Т.Рощенко, А.Г.Равлик, И.Г.Шипкова [и др.] // *ФММ.*- 2000.- Т.90, №3.- С.58-64.
82. Electrodeposition and characterisation of Co/Cu multilayers: Effect of individual Co and Cu layers on GMR magnitude and behavior / D.K.Pandya, P.Gupta, S.C.Kashyar [et all.] // *J. Magn. and Magn. Mat.*- 2009.- V.321.- P.974-978.
83. Magnetic properties of Ni/Pt multilayers / K.Benkirane, R.Elkabil, M.Lassri

- [et all.] // Materials Science and Engineering B.- 2005.- V.116.- P.25-29.
84. Electronic density of states at random interfaces and magnetoresistance in Co-Ni/Cu multilayers / H.Itoh, T.Hori, J.Inoue [et all.] // J. Magn. and Magn. Mat.- 1994.- V.136.- P.L33-L37.
85. Многоуровневое межслойное взаимодействие в слоистых пленочных структурах / В.О.Васьковский, П.А.Савин, В.Н.Лепаловский [и др.] // ФТТ.- 1997.- Т.39, №12.- С. 2191-2194.
86. Изучение характеристик мультислоев FeNi-Cr, FeNi-Ag, полученных магнетронным распылением / С.С.Алалыкин, В.В.Бесогонов, В.М.Ветошкин [и др.] // Вакуумная техника и технология.- 2002.- Т.12, №2.- С. 103-106.
87. Neamtu J. Magnetoresistive properties and microstructure of NiFe thin films and NiFe(t)/Cu(s)/ NiFe(t) multilayer films / J. Neamtu, M. Volmer, A. Coraci // Thin Solid Films.- 1999.- V. 343-344.- P.218-221.
88. Спин-вентильные магнеторезистивные структуры на основе многослойных пленок Co/Tb / А.В.Свалов, П.А.Савин, Г.В.Курляндская [и др.] // ЖТФ.- 2002.- Т.72, в.8.- С.54-57.
89. Наумов В. В. Магнетосопротивление многослойных структур, полученных магнетронным методом / В. В. Наумов, Э. Ю. Бучин // Микроэлектроника.- 2009.- Т.38, №5.- С. 369-373.
90. Magnetic and electrical properties of (NiFe/SiO₂)_xN multilayers thin films / M.Urse, A.-E.Moga, M.Grigoras [et all.] // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials.- 2005.- V. 7, №. 2.- P.759-762.
91. Giant magnetoresistance of electrodeposited Cu-Co-Ni alloy films / I.H.Karahan, Ö.F.Bakkaloğlu, M.Bedir // Pramana – journal of physics.- 2007.- V.68, №1.- P.83-90.
92. Коэрцитивность гранулированных ферромагнитных пленок и многослойных структур на их основе / С.Н.Вдовичев, Б.А.Грибков, А.Ю.Климов [и др.] // Письма в ЖТФ.- 2008.- Т.34, в.15.- С.81-88.
93. Шкурдода Ю. О. Структура, електропровідність та магніторезистивні

- властивості нанокристалічних плівкових систем на основі Co, Ni, Fe, Cu та Ag: дис. ... канд. фіз.-мат. наук: 01.04.07 / Шкурдода Юрій Олексійович. - Суми, 2008. - 163 с.
94. Структура, електропровідність та гальваноманітні властивості тонких плівок сплаву $Fe_{0,5}-Ni_{0,5}$ / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко, Ю.О. Шкурдода [та ін.] // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. – 2004. – № 8(67). – С. 115-123.
95. Лобода В.Б. Структура та електрофізичні властивості тонких плівок сплаву $Co_{0,5}-Ni_{0,5}$ / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко, А.І.Салтикова // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. - 2005. - №8 (80). - С.153-159.
96. Костржицький А.И. Многокомпонентные вакуумные покрытия / А.И. Костржицький, О.В.Лебединский.- М.: Машиностроение, 1987.- 208 с.
97. Справочник оператора установок по нанесению покрытий в вакууме / Костржицкий А.И., Карпов В.Ф., Кабанченко М.П., Соловьева О.Н. - М.: Машиностроение, 1991. – 176 с.
98. Вакуумный универсальный пост ВУП-5М. Паспорт.- Книга 3.- Сумы, Selmi, 1993.- 67 с.
99. Борзяк П.Г. Электронные процессы в островковых металлических пленках / П.Г. Борзяк, Ю.А. Кулюпин. - К.: Наукова думка, 1980. - 240 с.
100. Vand V. Theory of the irreversible electrical changes of metallic films evaporated in vacuum / Vand V. // Pros. Phys. Soc. – 1943. – № 55. – P. 222 -246.
101. Сучасні методи дослідження речовини. Спеціальний фізичний практикум: навч. посіб. / [Лобода В.Б., Іваній В.С., Хурсенко С.М. та ін.]; за заг. ред. доц. В.Б. Лободи. – Суми: Університетська книга, 2010. – 259 с.
102. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С.Уманский , Ю.А.Скаков, А.Н.Иванов, [и др.]. - М.: Металлургия, 1982. - 632 с.
103. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ / Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин [и др.]; пер. с англ. – Москва: Мир,

1984. – Т. 1. – 303 с.
104. Микроанализ и растровая электронная микроскопия / пер. с франц.; под ред. Ф. Морис, Л. Мени, Р. Тиксье. – М.: Металлургия, 1985. – 392 с.
105. Кравченко В.О. Дифузійні процеси в тонких плівках на основі Ni та Co / В.О.Кравченко, В.Б. Лобода, А.М. Чорноус // Diffusion and Diffusional Phase Transformations in Alloys: Materials International Workshop: тези доп. - Cherkasy: CSU, 1998.- P.92.
106. Салтикова А.І. Дослідження елементного складу плівкових сплавів CoNi / А.І. Салтикова, В.Б. Лобода, В.О. Кравченко // Матеріали науково-технічної конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів факультету електроніки та інформаційних технологій, 19-23 квітня 2010 р.: тези доп. – Суми, 2010. - С. 122-123.
107. Черепин В.Т. Ионный микрозондовый анализ / Черепин В.Т. – К.: Наукова думка, 1992. – 334 с.
108. Магнитооптическая установка для исследования динамических свойств доменных границ в тонких ферромагнитных пленках / А.В.Семиров, Б.В.Гаврилюк, А.А.Руденко [и др.] // ЖТФ.- 2005.- Т.75, в.5.- С.128-130.
109. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии / Лебедев А.Т. - М.:БИНОМ, 2003. - 493 с.
110. Лобода В.Б. Структура та електропровідність нанокристалічних плівкових сплавів CoNi / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко, Ю.О. Шкурдода // Ж.нано- та електрон. фіз. - 2009. - Т.1, №3. - С. 89-96.
111. Лобода В.Б. Фазовый состав и структура нанокристаллических пленочных сплавов CoNi / В.Б. Лобода, В.А. Кравченко, Ю.А. Шкурдода // Металлофиз. новейшие технол. – 2011. - Т.33, №6.- С.747-755.
112. Русаков А.А. Рентгенография металлов / Русаков А.А. – М.: Атомиздат, 1977.- 480 с.
113. Структура и электропроводность сверхтонких пленок сплава CoNi / В.Б. Лобода, В.А. Кравченко, Ю.А. Шкурдода [и др.] // Металлофиз. новейшие технол. – 2010. - Т.32, №6. - С. 765-773.

114. Лобода В.Б. Структура та електрофізичні властивості плівкових сплавів на основі Ni / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко // Матеріали науково-практичної конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету, 21-24 квітня 2008 р.: тези доп. – Суми, 2008. - С. 126-127.
115. Лобода В.Б. Структура та електропровідність плівок сплавів Co-Ni / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко // Тези науково-технічної конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету, 20-29 квітня 2006 р.: тези доп. – Суми, 2006. - С. 35-36.
116. Structure and electrophysical properties of Ni-Co alloy films within 300-1300 K temperature range / V.A. Kravchenko, V.B. Loboda, I.Yu. Protsenko [et all.] // Functional Materials. – 1999. – V. 6, № 5. – P. 892-895.
117. Кукушкин С.А. Процессы конденсации тонких пленок / С.А.Кукушкин, А.В.Осипов // УФН.- 1998.- Т.168, №10.- С.1083-1116.
118. Введение в физику поверхности / К.Оура, В.Г.Лифшиц, А.А.Саранин [и др.].- М.:Наука, 2006.- 490 с.
119. Трусов Л. Островковые металлические пленки / Л. Трусов, В. Холмянский. - М.: Металлургия, 1973. - 320 с.
120. Влияние подслоя Cr на текстуру, магнитные и выходные параметры вакуумно-напыленных магнитных дисков с CoNi рабочим слоем / Л.И. Коссе, В.В. Зайцев, В.Г. Муненин [и др.] // ФММ. – 1992. - № 2. – С. 48-57.
121. Сухвало С.В. Структура и магнитные свойства магнитных пленок железо-никель-кобальтовых сплавов / Сухвало С.В. - Минск: Наука и техника, 1974. – 336 с.
122. Горелик С.С. Рентгенографический и электроннооптический анализ / С.С.Горелик, Л.Н.Расторгуев, Ю.А.Скаков – М.: Металлургия, 1970.- 108 с.
123. Палатник Л.С. Материаловедение в микроэлектронике / Л.С.Палатник, В.К.Сорокин.- М.: Энергия, 1978.- 280 с.
124. Келли А. Кристаллография и дефекты в кристаллах / А.Келли, Г.Гровс;

- пер. с англ.; под ред. М.П. Шаскольской. – М.: Мир, 1974. – 504 с.
125. Кубашевски О. Диаграммы состояния двойных систем на основе железа / Кубашевски О.; пер. с англ.; под ред. Л.А. Петровой. – М.: Metallurgia. – 1985. – 184 с.
126. Стасюк З.В. Електронні явища переносу в тонких плівках перехідних d-металів: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня доктора фіз.-мат. наук: спец. 01.04.04 "Фізична електроніка" / З.В. Стасюк. – К., 1994. - 31 с.
127. Смитлз К.Дж. Металлы. Справочник / Смитлз К.Дж.. – М.: Metallurgia, 1980. – 447 с.
128. Conductivity of nanocrystalline alloy CoNi films / V.V.Loboda, V.O.Kravchenko, Yu.O.Shkurdoda, V.M.Kolomiets // Фізика і технологія тонких плівок та наносистем: Матеріали XIII міжнародної конференції, 16 -21 травня 2011 р.: тези доп. - Івано-Франківськ, 2011.- Т.2.- С. 157.
129. Лобода В.Б. Кристаллическая структура и электропроводность сверхтонких пленок сплава Ni-Cu / В.Б.Лобода, С.Н.Хурсенко // ЖЭТФ.- 2006.- Т.130, в.5 (11).- С. 911-916.
130. Проценко И.Е. Размерная и температурная зависимости электросопротивления пленок кобальта в области промежуточных температур / И.Е.Проценко, М.Д.Смолин, В.Г.Шамоля [и др.] // УФЖ.- 1984.- Т.29, №6.- С. 920-925.
131. Гусев А.И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства / Гусев А.И. – Екатеринбург: УрО РАН, 1998.- 200 с.
132. Лобода В.Б. Структура та електрофізичні властивості плівок сплаву Ni-Cu в температурному інтервалі 300-700 К / В.Б.Лобода, С.М. Пирогова, Ю.О.Шкурдода // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. 2001.- №3(24)-4(25).- С.74-83.
133. Chornous A. Electrophysical properties of double-layer nickel-base and vanadium-base films within the intermediate temperatur range / A.Chornous, I.Protsenko, I.Shpetnyi // Crys. Res. Technol.- 2004.- V.39, №7.- P.602-610.
134. Температурні та розмірні ефекти в електрофізичних властивостях

- двошарових плівок на основі Ni і V / Т.М.Гричановська, І.Ю.Проценко, А.М.Чорноус [та ін.] // *Металлофиз. новейшие технол.*- 2006.- Т.28, №2.- С.267-279.
135. Проценко І.Ю. Електрофізичні властивості двошарових плівок на основі Co, Cr, Ni в умовах взаємної дифузії атомів / І.Ю.Проценко, А.М.Чорноус, І.О.Шпетний // *Науковий вісник Ужгородського університету. Серія Фізика.* – 2001.- В.10.- С.199-206.
136. Лобода В. Магніторезистивний ефект в тонких плівках сплаву CoNi / В. Лобода, В. Кравченко, Ю. Бабак // *Еврика-2009: Міжнародна конф. студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики, 20-22 травня 2009 р.: тези доп.* – Львів, 2009. – С. 23.
137. Кравченко В.О. Гальваномагнітні властивості тонких плівок сплаву Co_{0,5}-Ni_{0,5} / В.О. Кравченко, В.Б. Лобода, Ю.О. Шкурдода. // *Фізика і технологія тонких плівок: Матеріали X міжнародної конференції, 16 -21 травня 2005 р.: тези доп.* - Івано-Франківськ, 2005. - С. 330.
138. Гальваномагнітні властивості тонких плівок Co та сплавів Co-Ni / О.І. Жукова, В.О. Кравченко, А.І. Салтикова [та ін.] // *Матеріали IX міжнародної конференції МКФТТІ-IX, 19-24 травня 2003 р.: тези доп.* – Івано-Франківськ, 2003. - С. 150-151.
139. Тонкие ферромагнитные пленки / Под ред. Р.В.Телеснина / Пер. с нем. – М.: Мир, 1964.- 360 с.
140. Магнитные свойства ультратонких пленок Ni / О.В.Снегирев, А.М.Тишин, С.А.Гудошников [и др.] / *ФТТ.*- 1998.- Т.40, №9.- С.1681-1685.
141. Лобода В.Б. Структура та гальваномагнітні властивості плівок Ni / В.Б. Лобода, С.М.Пирогова, Ю.О.Шкурдода // *Вісник СумДУ: Серія Фізика, математика, механіка.*- 2002.- №13 (46).- С.150-158.
142. Лобода В.Б. Структура та магніторезистивні властивості тришарових плівкових систем CoNi/Ag(Cu)/FeNi / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко, Ю.О. Шкурдода // *Ж.нано- та електрон. фіз.* – 2009.- Т.1, №2.- С. 21-27.
143. Dieny B. Giant magnetoresistance in spin – valve multilayers / B. Dieny //

- J. Magn. Magn. Mater. – 1994. – V. 136. – P. 335–359.
144. Magnetotransport and domain structures in nanoscale NiFe/Cu/Co spin valve / L. Kond, Q. Pan, B Cui [et all.] // J. Appl. Phys. – 1999, – V. 85, № 8, – P. 5492-5494.
145. Slonczewski J.C. Conductance and exchange coupling of two ferromagnets separated by a tunneling barrier / J.C. Slonczewski // Phys. Rev. B. – 1989. – V.39, №10 – P. 6995–7002.
146. Giant magnetoresistance in soft ferromagnetic multilayers / B. Dieny, V.S. Speriosu, S.S.P. Parkin [et all.] // Phys. Rev. B. – 1991. – V.43, №1. – P. 1297 -1300.
147. Spin-valve magnetoresistance of uncoupled *Fe – Cu – Co* sandwiches / A. Chaiken, P. Lubitz, J.J. Krebs [et all.] // J. Appl. Phys. – 1990. – V.70, №10. – P. 5864 – 5866.
148. Magnetoresistance of multilayers with two magnetic components / H. Yamamoto, T. Okuyama, H. Dohnomae [et all.] // J. Magn. Magn. Mater. – 1991. – V.99. – P.243 – 252.
149. Структура и магнитные свойства отоженных пленок Co/Cu/Co / Л.А. Чеботкевич, Ю.Д. Воробьев, И.Н. Буркова [и др.] // ФММ. – 2000. - Т. 89, №3. - С. 56-61.
150. Interpretation of the giant magnetoresistance effect in Co/Cu(100) multilayers with the quantum model of gaint magnetoresistance / S.K.J. Lenczowski, M.A.M. Gijs, J.B. Giesbers [et all.] // Phys. Rev. B. – 1994. – V. 50, № 14. – P. 9982-9988.
151. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices / M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert [et all.] // Phys. Rev. Lett. – 1988. – V.61, № 21. – P. 2472–2475.
152. Parkin S.S.P. Giant magnetoresistance in magnetic nanostructures / S.S.P. Parkin // Annu. Rev. Mater. Sci. – 1995. – V.25. – P. 357–388.
153. Camley R.E. Magnetic multilayers: spin configurations, excitations and giant

- magnetoresistance / R.E. Camley, R.L. Stamps // *J. Phys.: Condens. Matter.* – 1993. – V.5. - P. 3727–3786.
154. Shkurdoda Yu.A. The effect of giant magnetoresistance in Co/Cu/Co structure / Yu.A. Shkurdoda, L.V. Dekhtyaruk, V.B. Loboda // *Functional materials.* – 2008. – V.15, №1. – P. 38–45.
155. Федосюк В.М. Исследование перехода от мультислойных пленок к гранулированным в системе кобальт-медь / В.М. Федосюк, Х.П. Ривас, О.И. Касютнич // *ЖТФ.* – 1997. - Т.67, №12. - С. 89-91.
156. Теория электронной структуры и магнитотранспортных свойств в многослойных магнитных пленках / И. Иноуэ, Х. Ито, И. Асано [и др.] // *ФММ.* – 1995. Т.79, вып.1. – С. 54-64.
157. Элементы гранулированного состояния в многослойных пленках Co/Cu / В.О. Васьковский, А.А. Ювченко, В.Н. Лепаловский [и др.] // *ФММ.* - 2002. - Т. 93, №3. - С. 43-49.
158. Кузьменко А.И. Эффект тензочувствительности в двухслойных пленках переходных металлов / А.И. Кузьменко, С.В. Петренко, И.Е. Проценко // *ВАНТ. Серия: Ядерно-физические исследования.* – 1994. - №2(10). – С. 87 -89.
159. Kubota H. Anomalous temperature dependence of thin giant magnetoresistance in Ni/Cu, Ni₉₅Co₅/Cu and Ni₉₅Fe₅/Cu multilayer films / H. Kubota, R. Sato, T. Miyazaki // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1997. – V.167, №1-2. – P. 12-20.
160. Аномальная температурная зависимость магнитосопротивления в мультислоях Co/Cu / П.Д. Ким, Д.Л. Халяпин, И.А. Турпанов [и др.] // *ФТТ.* – 2000. - Т.42, вып.9. - С. 1641-1643.
161. Лобода В.Б. Магнитосопротивление трехслойных пленок Co/Cu/Co в температурном интервале 150-700К / В.Б. Лобода, Ю.А. Шкурдода, С.Н. Пирогова // *Вісник СумДУ. Серія Фізика, математика, механіка* – 2004. - №10(69). - С. 212-218.
162. Дехтярук Л.В. Електронні транспортні ефекти у багатошарових плівкових системах: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня д-ра фіз.-мат. наук: спец. 01.04.07 "Фізика твердого тіла" / Л.В. Дехтярук. - Суми, 2008. – 35 с.