

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ
УКРАЇНИ
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

На правах рукопису

Демиденко Максим Геннадійович

УДК 537.621.3; 535.511; 532.582.7

**МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ТА ОПТИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ СПІН-
ВЕНТИЛЬНИХ СИСТЕМ НА ОСНОВІ Co, Fe, Cr І Cu ТА
НАНОЧАСТИНОК ОКСИДІВ Fe**

01.04.01 – фізика приладів, елементів і систем

ДИСЕРТАЦІЯ

на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Науковий керівник

Проценко Сергій Іванович,

доктор фізико-математичних наук,

доцент

Суми – 2012

ЗМІСТ

	стор.
СПИСОК СКОРОЧЕНЬ	5
ВСТУП	6
РОЗДІЛ 1 Особливості формування, структурні та магнітні властивості спін-вентильних систем і наночастинок (літературний огляд)	12
1.1. Магніторезистивні властивості у багатошарових плівкових системах	12
1.1.1. Магніторезистивні властивості гранульованих сплавів	14
1.2. Формування впорядкованих масивів магнітних наночастинок та їх магніторезистивні властивості	18
1.2.1. Методика отримання масивів наночастинок.....	18
1.2.2. Структурні властивості	20
1.2.3. Магніторезистивні властивості.....	26
Висновки до розділу 1	31
РОЗДІЛ 2 Методика і техніка експерименту	32
2.1. Методика отримання та формування впорядкованих масивів магнітних наночастинок	33
2.1.1. Формування полімерних ізолюючих підкладок	34
2.1.2. Формування масивів наночастинок на ізолюючих полімерних підкладках	35
2.1.3. Методика дослідження структурно-фазового стану впорядкованих масивів наночастинок	37
2.1.4. Формування масивів наночастинок на масивних підкладках	40
2.2. Методика отримання та дослідження магніторезистивних та оптичних властивостей багатошарових плівкових систем на основі	

Cr/Fe/П та спін-вентильних систем Au/Co/Au(Cu)/Co/П	41
2.2.1. Обладнання для отримання спін-вентильних систем	41
2.2.2. Автоматизований комплекс для дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних приладових систем з струму перпендикулярного площині зразка геометрією пропускання струму	44
2.2.3. Автоматизований комплекс для дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних приладових систем	54
2.2.4. Автоматизований комплекс для дослідження оптичних властивостей спін-вентильних систем	62
2.2.5. Методика дослідження магнітооптичних властивостей	66
2.3. Методика дослідження морфології наноструктурованих поверхонь	67
2.4. Методика проведення термообробки спін-вентильних та масивів наночастинок	69
Висновки до розділу 2	73
РОЗДІЛ 3 Дифузійні процеси та оптичні властивості спін-вентильних приладових систем на основі плівок Co, Fe, Cr та Cu	75
3.1. Розробка методики розв'язування оберненої задачі еліпсометрії з використанням генетичного алгоритму	75
3.2. Розробка програмного забезпечення для використання генетичного алгоритму	78
3.3. Вплив зміни товщини немагнітного прошарку на оптичні властивості спін-вентильних систем	85
3.4. Врахування дифузійних процесів та фазоутворення	88
3.5. Зміна оптичних параметрів спін-вентильної системи в широкому інтервалі температур	89
3.6. Вплив дифузійних процесів на оптичні та магніто-оптичні	

властивості багатошарових плівкових систем на основі Fe та Cr	98
Висновки до розділу 3	103
РОЗДІЛ 4 Магніторезистивні властивості наноструктурованих та спін- вентильних систем на основі плівок Co, Cu і Au та наночастинок оксидів Fe	105
4.1. Магніторезистивні властивості спін-вентильних систем на основі Co і Cu або Au	105
4.1.1. Вплив геометрії протікання струму на магніторезистивні властивості спін-вентильних систем	106
4.1.2. Вплив геометрії магнітного поля на магніторезистивні властивості спін-вентильних систем	107
4.1.3. Вплив температурної обробки на магніторезистивні властивості спін-вентильних систем	111
4.2. Магніторезистивні властивості наноструктурованих систем на основі наночастинок оксидів Fe	115
4.2.1. Структурно-фазовий стан впорядкованих масивів наночастинок	115
4.2.2. Магніторезистивні властивості наноструктурованих елементів спін-вентильних систем	122
Висновки до розділу 4	128
ВИСНОВКИ	130
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	133
Додатки	154

СПИСОК СКОРОЧЕНЬ

- ГМО – гігантський магнітоопір;
- МО – магнітоопір;
- НЧ – наночастинки;
- ММС – металомісткі сполуки;
- ПД – пропорційно-інтегрально-диференціальний регулятор;
- FIP – магнітне поле паралельне площині зразка (field-in-plane);
- FPP – магнітне поле перпендикулярне площині зразка (field-perpendicular-to-plane);
- CIP – струм паралельний площині зразка (current-in-plane);
- CPP – струм перпендикулярний площині зразка (current-perpendicular-to-plane);
- ГА – генетичний алгоритм;
- LM-алгоритм – градієнтний метод Левенберга-Марквардта (Levenberg-Marquardt);
- КГА – комбінований генетичний алгоритм;
- МОКЕ – магніто-оптичний ефект Керра;
- H_c – поле коерцитивності;
- H_s – поле насичення намагніченості.

ВСТУП

Актуальність теми. Останніми роками інтенсивно розвиваються технології отримання періодичних та впорядкованих наноструктурованих систем, до яких, безумовно, належать багат шарові плівкові структури, спін-вентильні системи та ансамблі наночастинок (НЧ). Значну увагу дослідники приділяють методиці отримання впорядкованих дво- і тривимірних ансамблів магнітних НЧ. Двовимірні масиви магнітних частинок без дефектів і пор можуть використовуватися для синтезу нових матеріалів з унікальними властивостями. Наприклад, магнітні властивості НЧ цікаві з точки зору їх використання для розроблення ультращільних носіїв інформації, нових приладів медичної діагностики та нанороботів для точкової доставки ліків. Тривимірні ансамблі НЧ використовуються для формування контактних стовпчиків при створенні нових багат шарових мікроелектронних структур різного ступеня інтеграції та протяжності. Велика кількість досліджень, проведених останнім часом, була присвячена методикам отримання впорядкованих дво- та тривимірних бездефектних ансамблів НЧ. У той самий час дослідження з вивчення електрофізичних, магніторезистивних та магніто-оптичних властивостей (магнітооптичний ефект Керра) практично відсутні.

Одним із перспективних напрямів у приладобудуванні є освоєння нових методик для формування чутливих елементів сенсорики і спінтроники. Такі приладові структури, як спін-вентилі, давно вивчаються дослідниками, проте залишається невирішеним питання стосовно оптимальних умов їх роботи, наприклад, температурного впливу. Тому постає проблема збереження структури тонкоплівкових чутливих елементів, лінійності та зворотності їх характеристик. Велику перспективу має використання у спін-вентильних системах впорядкованих ансамблів НЧ замість чутливих магнітних шарів. Із вищезазначеного випливає актуальність тематики даної роботи та напряму проведення досліджень.

У зв'язку з цим основним змістом даної роботи є вивчення магніто-

резистивних, магнітооптичних, оптичних та структурних властивостей (магнітоопір (МО), коерцитивність, структура, морфологія поверхні, фазові перетворення), впорядкованих масивів НЧ, систем металева плівка/НЧ/підкладка та спін-вентилів залежно від температури та геометрії вимірювання у зовнішньому магнітному полі.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.

Дисертаційна робота виконана на кафедрі прикладної фізики Сумського державного університету. Основні результати були отримані у ході виконання держбюджетної НДР «Формування кристалічної структури і електрофізичних властивостей плівкових матеріалів на основі багатошарових металевих наносистем» № 0106U001942 (2006-2008 рр.); проекту «Віддалено-контрольована лабораторія для дослідження фізичних властивостей матеріалів із спін-залежним розсіюванням електронів» у рамках науково-технічного співробітництва між Сумським державним університетом та університетом м. Марибор, (Словенія), договір № М/54-2009 від 06.03.2009 р. (2009-2010 рр.); держбюджетної НДР «Електрофізичні і магніторезистивні властивості нанорозмірних плівкових матеріалів із спін-залежним розсіюванням електронів», № 0112U001381 (2012-2014 рр.).

Мета і задачі досліджень. Основна мета даної роботи полягала у дослідженні особливостей дифузійних процесів, магнітооптичних, оптичних та магніторезистивних властивостей багатошарових плівкових систем на основі Co, Fe, Cr і Cu та вивченні особливостей формування впорядкованих масивів наночастинок як складової спін-вентильних систем. Для досягнення поставленої мети необхідно було розв'язати такі наукові задачі:

- розробити автоматизовані комплекси для дослідження магніторезистивних та магнітооптичних властивостей, а також відповідного програмного забезпечення для керування системами збору, обробки та аналізу інформації;
- дослідити процес формування впорядкованих масивів наночастинок, їх фазовий склад та структурні особливості наноструктурованих поверхонь;
- дослідити вплив дифузійних процесів та утворення гранульованого

твердого розчину у системах Co/Cu та Co/Au на магніторезистивні властивості спін-вентильних приладових систем у широкому інтервалі температур;

– проаналізувати вплив формування дво- та тривимірних ансамблів НЧ магнітних матеріалів у немагнітній провідній матриці на робочі характеристики (магнітоопір та коерцитивність) наноструктурованих приладових систем на основі наночастинок оксидів Fe.

Об'єкт дослідження – розмірні та температурні ефекти в магніторезистивних, магнітооптичних і оптичних властивостях та процеси фазоутворення у приладових спін-вентильних системах на основі плівок металів та наночастинок.

Предмет дослідження – процеси дифузії, магнітоопір, магнітооптичний ефект Керра та ступінь поляризації у приладових спін-вентильних системах на основі плівок Co, Fe, Cr, Cu та наночастинок оксидів Fe.

Методи дослідження: вакуумна пошарова конденсація металів, формування ансамблів НЧ із розчинів, просвічуюча електронна мікроскопія і електронографія, еліпсометрія, вимірювання поздовжнього магнітооптичного ефекту Керра, чотириточковий метод вимірювання магнітоопору, комп'ютерне моделювання та чиселовий розрахунок параметрів проміжних шарів у багатошарових плівкових системах у процесі дифузії.

Наукова новизна отриманих результатів. Дослідження особливостей формування, магніторезистивних, магнітооптичних, оптичних властивостей багатошарових плівкових систем, НЧ і спін-вентильних систем дозволило отримати такі наукові результати.

- Встановлено вплив об'ємної концентрації НЧ у розчині на особливості формування впорядкованих масивів та вивчено структурно-фазовий стан наночастинок Fe_3O_4 та FeO залежно від температури відпалювання та умов отримання. З'ясовано, що після відпалювання наночастинок, сформованих на поліімідній підкладці, збільшуються із зміною фазового стану за схемами $\text{FeO} + \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \alpha\text{-Fe}$ та $\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \alpha\text{-Fe}$.

- Уперше проведено дослідження магніторезистивних властивостей

упорядкованих масивів НЧ оксидів Fe у провідній матриці залежно від температури обробки та геометрії вимірювання. Для систем із наночастинками $\text{FeO}+\text{Fe}_3\text{O}_4$ та Fe_3O_4 максимальне значення магнітоопору становить 1,2% та 1,8% після відпалювання до температури 600 K та 750 K відповідно. При зміні геометрії магнітного поля фіксується характерний мінімум на кутових залежностях магнітоопору, що пов'язаний із напрямом осі легкого намагнічування системи НЧ. Після відпалювання мінімум зміщується відповідно до фазових змін у НЧ.

- Уперше запропонована модель для розрахунку параметрів проміжних шарів приладових спін-вентильних систем на основі даних, отриманих методом нуль-еліпсометрії з використанням генетичного алгоритму. На основі аналізу оптичних та магніторезистивних властивостей спін-вентильних систем встановлено, що у ході відпалювання утворення проміжних шарів твердих розчинів значно зменшує величину магнітоопору з 1,5-1,6 до 0,4-0,6% для спін-вентилів із немагнітним прошарком Cu. У випадку немагнітного прошарку Au утворення твердого розчину має обмежений характер і тому помітно не впливає на величину магнітоопору спін-вентильних систем.

Практичне значення результатів

1. Методика формування впорядкованих масивів НЧ може бути використана при створенні наноструктурованих поверхонь.

2. Дослідження магніторезистивних властивостей на прикладі систем плівка металу/НЧ/підкладка дозволили запропонувати використання двовимірних ансамблів магнітних НЧ як чутливих елементів спін-вентилів.

3. Результати дослідження впливу температури на робочі характеристики приладових спін-вентильних систем дозволяють визначити діапазон робочих температур та правильно інтерпретувати фізичні процеси, що відбуваються у системах при нагріванні.

4. Самостійне значення мають розроблені у процесі виконання роботи автоматизовані програмно-апаратні комплекси у варіанті віддалено-контрольованої лабораторії для дослідження магніторезистивних та оптичних властивос-

тей, що дозволяють у режимі реального часу проводити керування процесом вимірювання та обробку експериментальних даних. Розроблене програмне забезпечення з використанням генетичного алгоритму (ГА) та розрахункового кластера для обробки експериментальних даних, отриманих методами еліпсометрії, може використовуватися для розрахунку оптичних параметрів та товщини як кожного шару багат шарової плівкової системи, так і проміжних шарів, сформованих у результаті твердофазних реакцій.

Особистий внесок здобувача полягає у самостійному пошуку та аналізі літературних джерел, проведенні технологічних та фізичних досліджень. Автор особисто розробляв експериментальні методики, проводив вимірювання, обробку та інтерпретацію отриманих результатів, розробив програмне забезпечення та здійснив комп'ютерні розрахунки і моделювання. Самостійно проводив електроннографічні та електронно-мікроскопічні дослідження. Постановку задач досліджень і узагальнення результатів здійснено спільно з науковим керівником д-м. фіз.-мат. наук, доц. С.І. Проценком. В обговоренні результатів досліджень брали участь д-р. фіз.-мат. наук, проф. С.О. Непійко (стосовно магнітних властивостей наноструктурованих систем Me/NЧ/П) та д-р. наук, проф. Е. Майкова (стосовно магніторезистивних властивостей у приладових спін-вентильних системах). Особисто автором підготовлено тексти статей [109, 135, 160, 105, 133, 96] і тез доповідей [86, 143, 137, 85, 83], розроблено програмне забезпечення і здійснено комп'ютерне моделювання процесу утворення проміжних шарів. Основні наукові результати доповідалися особисто автором на наукових семінарах та конференціях. Усі наукові положення та висновки, винесені на захист, належать автору дисертації.

Апробація результатів дисертації. Основні наукові та практичні результати роботи оприлюднені і обговорені на таких конференціях: Міжнародній конференції “Verhandlugen Ф” (м. Берлін, Німеччина, 2012 р.); Міжнародній Кримській конференції «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологи. КрыМиКо» (м. Севастополь, 2010 р.); Міжнародній конференції

“NAP-2011” (м. Алушта, 2011 р.); Міжнародній конференції “NEET-2011” (м. Закопане, Польща, 2011 р.); Міжнародній конференції «ICL-2009» (м. Філах, Австрія, 2009 р.); Міжнародних науково-практичних конференціях «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments» (м. Москва, Росія, 2009, 2010, 2011 рр.); Міжнародній конференції “HighMatTech” (м. Київ, 2009 р.); Міжнародній конференції «Фізичні явища в твердих тілах» (м. Харків, 2009 р.); Міжнародній конференції «Electronic Processes in Organic and Inorganic Materials» (м. Івано-Франківськ, 2010 р.); Міжнародній конференції молодих науковців «Фізика низьких температур» (м. Харків, 2010 р.); Міжнародній конференції молодих учених і аспірантів «ІЕФ-2011» (м. Ужгород, 2011 р.); Міжнародних конференціях студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики «ЕВРИКА» (м. Львів, 2008, 2010, 2011 рр.); II науковому семінарі «Сучасні проблеми наноелектроніки» (м. Суми, 2011 р.); науково-технічних конференціях викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету та факультету електроніки та інформаційних технологій Сумського державного університету (м. Суми, 2010, 2011, 2012 рр.); Всеукраїнській науково-практичній конференції «Сучасне навчальне обладнання: інновації, технології, досвід» (м. Суми, 2010 р.).

Публікації. Результати дисертації опубліковані у 21 роботі, серед яких 5 статей [136, 109, 155, 158, 135] – у фахових наукових журналах, 7 статей – у матеріалах конференцій [160, 143, 105, 133, 96, 106, 137] та 9 – у тезах доповідей [164, 86, 156, 169, 159, 157, 119, 85, 83].

Структура і зміст роботи. Дисертаційна робота складається із вступу, 4 розділів, висновків та списку використаних джерел, що містить 169 посилань, 4 додатків. Дисертацію викладено на 169 сторінках друкованого тексту, із них 92 сторінки основного тексту, ілюстровано 78 рис. і 11 табл., у т.ч. 55 рис. і 8 табл. на 48 окремих аркушах.

РОЗДІЛ 1
ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ, СТРУКТУРНІ ТА МАГНІТНІ
ВЛАСТИВОСТІ СПІН-ВЕНТИЛЬНИХ СИСТЕМ І
НАНОЧАСТИНОК
(ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)

1.1 Магніторезистивні властивості у багатошарових плівкових системах

Ефект гігантського магнітоопору був відкритий у 1988 р. А. Фертом та П. Грюнбергом на прикладі систем Fe/Cr [1], за що у 2008 р. їм була присвоєна Нобелівська премія з фізики [2]. Після цього відкриття почалося інтенсивне вивчення систем, у яких має місце спін-залежне розсіювання електронів, особливості їх формування та застосування у мікроприладобудуванні як чутливих елементів.

Гігантський магнітоопір (ГМО) – це квантомеханічний ефект, що спостерігається у тонких металевих плівках, які складаються з почергово нанесених шарів феромагнітного та провідного немагнітного матеріалів. Ефект полягає у значній зміні електричного опору системи при внесенні її у магнітне поле [3, 4]. Іншими словами, у системі з’являється магнітоопір (МО), величина якого розраховується за співвідношенням:

$$MO(B) = \frac{\Delta R}{R_0} = \frac{(R_B - R_0)}{R_0}, \quad (1.1)$$

де $MO(B)$ – відносна зміна магнітоопору; ΔR – зміна електричного опору, яка розраховується як різниця $(R_B - R_0)$ опору при поточному значенні величини магнітного поля B та за відсутності зовнішнього магнітного поля відповідно.

На рис. 1.1 наведено схеми виникнення МО та намагніченості багатошарової плівкової системи при внесенні її у магнітне поле, де M – намагніченість; R_0 та R_B – опір при антипаралельній та паралельній

намагніченості відповідно; B_s – поле насичення намагніченості, а стрілками показаний напрям вектора намагніченості.

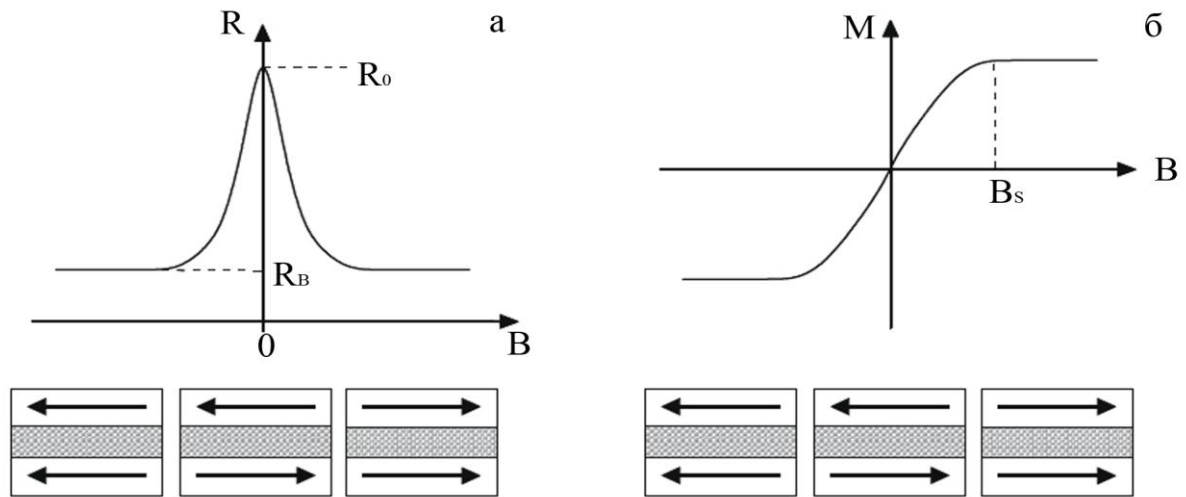


Рис. 1.1. Схема виникнення МО (а) та намагніченості (б) плівкової системи при прикладенні зовнішнього магнітного поля [3].

При відсутності магнітного поля магнітні домени різних ферромагнітних шарів розупорядковані (антипаралельна намагніченість) і в результаті опір R_0 буде більшим ніж опір R_H при впорядкуванні магнітних доменів (паралельна намагніченість). Упорядкування відбувається при дії зовнішнього поля і при цьому поле насичення намагніченості системи (H_s) максимальне (див. рис. 1.1, б). У зовнішньому магнітному полі електричний опір змінюється до деякої міри для кожного металічного матеріалу. У немагнітних металах ці зміни дуже незначні і тому цей ефект називають звичайним магнітоопором (МО) [5].

Магнітні наноструктури можуть включати у себе нанорозмірні мультишари, що складаються з почергових тонких шарів ФМ та НМ металів (наприклад Fe/Cr або Co/Cu), а також гранульовані магнітні сплави, що складаються з матриці НМ металів (Ag, Au та Cu), в якій формуються нанорозмірні кластери (наночастинки) ФМ металів (Co або Fe) з відстанню між ними порядку декількох нм. Слід також зазначити, що у випадку, коли

нанорозмірні магнітні шари розділяються ізолюючим матеріалом (наприклад оксиди металів) з товщиною порядку 1 нм, то проявляється спін-залежне тунелювання електронів через тонкий шар діелектрика, яке називається тунельним магніторезистивним ефектом [6]. Даний ефект також може проявлятися у випадку введення наночастинок магнітних матеріалів у діелектричну матрицю.

1.1.1 Магніторезистивні властивості гранульованих сплавів

Особливо цікавим може бути дослідження магніторезистивних властивостей у гранульованих або наноструктурованих системах.

Авторами роботи [7] запропоновано феноменологічну модель електрофізичних властивостей, а саме питомого опору і термічного коефіцієнту опору для плівкових гранульованих сплавів, що утворюються в дво- чи багатошарових плівкових системах на основі магнітних та немагнітних металів з обмеженою розчинністю. У роботі показано вплив розмірів та форми гранул у матриці на електричний опір.

Виходячи з результатів, отриманих у роботі [8], де досліджувалися магнітооптичні та магніторезистивні властивості спін-вентильних систем на основі плівок Co, Cu та Au, можна бачити, що взаємна дифузія атомів між шарами супроводжується утворенням гранульованих твердих розчинів (т.р.) на межі інтерфейсів компонент системи. Крім того, авторами роботи показано, що зміни структурно-фазового стану та проходження твердофазних реакцій можна оцінити за змінами магніторезистивних та магнітооптичних властивостей. Виходячи з результатів, отриманих у роботі, [8] можна судити про перспективність використання матеріалів Co та Cu для формування спін вентильних систем, оскільки спостерігається переключення спін-вентилів зі значенням $MO=1-1,2\%$ у вузькому діапазоні зовнішнього магнітного поля (рис. 1.2), що може бути ефективно використано у приладі мікроелектроніки.

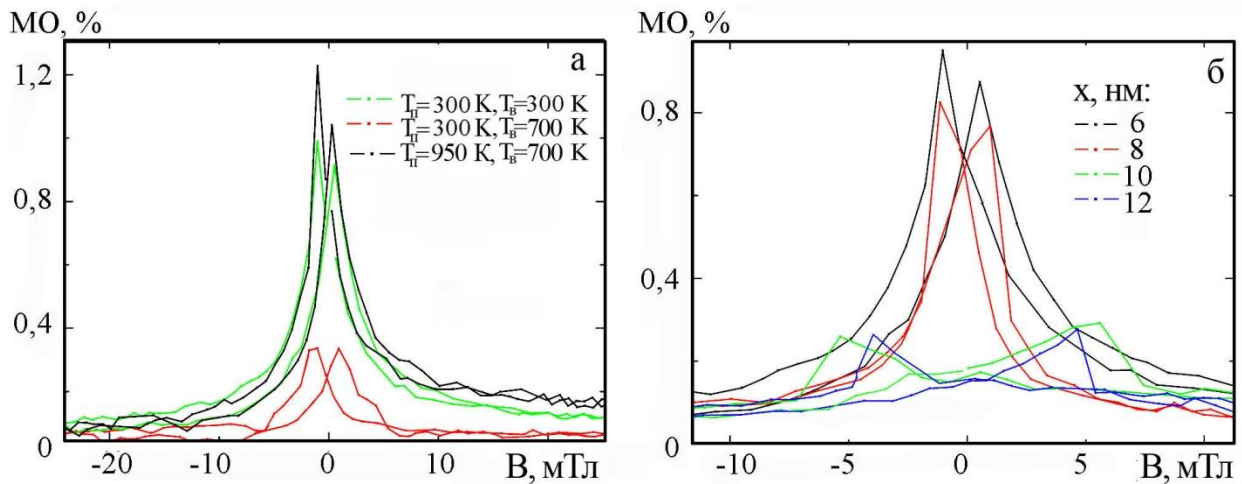


Рис. 1.2. Залежності МО для спін-вентильних систем на основі Co, Cu та Au від температури відпалювання (а) та товщини немагнітного прошарку (б). T_p – температура підкладки; T_d – температура відпалювання. Із роботи [8]

Дослідження механізму спін-залежного розсіювання електронів на прикладі систем, у яких спостерігається почергове перемагнічування шарів магнітних матеріалів почалося відразу після відкриття явища ГМО. На сьогодні даний ефект використовується для створення приладів мікроелектроніки, проте перехід до нанорозмірного технологічного процесу спонукає дослідників до більш детального дослідження явища магнітоопору та створення нових приладів з покращеними характеристиками.

Найбільш широко використовуються пралади – спін-вентилі. Це структури з двома магнітними шарами, з яких магнітний момент одного є закріпленим і не може змінювати свій нарізок у деякому діапазоні магнітного поля, а магнітний момент другого є вільним і може змінюватись у залежності від напрямку прикладеного магнітного поля. Для закріплення одного з шарів використовують підшар з антиферомагнітного матеріалу [9, 10] або масивний шар з жорсткою доменною структурою [11]. Іншим варіантом виконання

На базі тришарових систем створюються конструкції, що мають різне призначення. Так у роботі [12] була запропонована конструкція спін-вентилів

у якості сенсорів магнітних наночастинок, що може використовуватися у медицині. Авторами експериментально було показано реєстрацію наночастинок магнетиту (Fe_3O_4) з розмірами 16 нм при кімнатній температурі. Механізм реєстрації базувався на явищі ГМО, де визначався вплив наночастинок на величину магнітоопору спін-вентильних систем.

Авторами роботи [13] запропонована нанорозмірна структура спін-вентиля із перпендикулярною (СРР) геометрією пропускання струму. У роботі показано, що використання стволподібної наноструктури спін-вентилів з СРР геометрією може дати можливість для створення розгалуженої чутливої матриці спін-вентилів і її подальшого використання у якості сенсорів обертання або положення.

Також цікавим є підхід формування спін-вентилів з використанням органічних сполук. У роботі [14] була запропонована структура з використанням органічного напівпровідника у якості немагнітного прошарку та органічного композиту, який містить гранули магнітного матеріалу. Авторами були запропоновані два типи спін-вентилів, робота яких базується на явищі тунельного та гігантського магнітоопору. У результаті експериментальних досліджень було проаналізовано вплив органічних сполук на тунельний та гігантський магнітоопір і показано, що використання додаткових шарів у якості інжекторів носіїв струму може бути перспективним при створенні спін-вентильні системи з можливістю підсилення ефекту ГМО та ТМО та управління за допомогою напруги зсуву.

Значна величина ефекту ГМО у гранульованих магнітних сплавах на основі Cu та Co спостерігалась одночасно у роботах Берковича та ін. [15] і Чена та ін. [16] ще у 1992 р.

Як показано у роботі [3], у загальному випадку гранульований магнітний сплав складається з металевої матриці (М), в якій розміщені дрібні частинки магнітного металу (ФМ) або сплаву. Гранульовані сплави, як правило, отримують за попередньої підготовки твердого розчину ФМ-металу в матриці

М-металу, наприклад, у вигляді плівки або тонкого шару за допомогою нерівноважного осадження такими методами як випаровування, розпорошення або електроосадження або за допомогою сплавлення відповідних компонент при нагріванні. Якщо ФМ-метал не змішується з М-металом матриці, то твердий розчин метастабільний. Використання термічної обробки призводить до розділення нерозчинного ФМ-металу з наступним формуванням дрібних частинок в М-матриці. Змінюючи концентрацію компонент сплаву, а також час і температуру термообробки, можна прогнозувати розмір та розподіл ФМ-частинок. У зв'язку з цим магнітні властивості таких нанорозмірних включень можуть залежати від їх розміру.

Для ФМ-матеріалу з розміром частинок менше критичного, що залежить від форми та параметрів матеріалу, таких як енергія обмінної взаємодії між атомними моментами і константи анізотропії, оптимальною буде конфігурація у однодоменних частинках за рахунок енергії, пов'язаної зі створення магнітного доменної стінки [5]. У цьому випадку проявляються феромагнітні властивості. Подальше зменшення розміру частинок може призводити до виникнення так званої суперпарамагнітної поведінки [5], що призводить до випадкової орієнтації намагніченості частинок і, як результат, до її зміни у ході нагрівання чи внесення у магнітне поле. Сумарний момент такої системи буде рівний нулю і тому буде спостерігатися безгістерезисна крива намагнічування.

Виходячи із відомих результатів та перспективності використання гранульованих сплавів, актуальним залишається питання формування гранульованого сплаву із визначеними параметрами гранул або його заміни іншими матеріалами, що формують тверді розчини. Одним із таких напрямів для дослідження може бути використання масивів магнітних наночастинок у матриці провідного немагнітного матеріалу для формування магніточутливих приладів.

1.2 Формування впорядкованих масивів магнітних наночастинок та їх магнітні властивості

Останнім часом все більшу увагу дослідників привертають нанорозмірні об'єкти. До них відносяться фулерени, квантові точки, нанотрубки, нанодроти, а також інші об'єкти, розміри яких лежать у межах 1-100 нм. Такий підвищений інтерес до нанооб'єктів викликаний у першу чергу їх унікальними властивостями, які відрізняються від властивостей масивних матеріалів, що зумовлено розмірними ефектами. Зміна властивостей може бути зумовлена збільшенням ролі поверхневих атомів у процесі зменшення розмірів частинок.

Відомо досить багато методів отримання нанорозмірних частинок, але відповідно до методик отримання НЧ, що привертає увагу до питання їх структурно-фазового стану і магнітних властивостей. У зв'язку з тим, що НЧ можуть мати постійну контрольовану форму і розміри в межах від декількох до десятків нм, що співрозмірно з елементарними функціональними елементами та об'єктами мікро- та наноелектроніки, спектр їх використання надзвичайно широкий: створення жорстких дисків з надвисокою щільністю запису; використання для магнітоконтролюємого транспорту ліків; створення чутливих елементів магнітних датчиків та ін.

1.2.1 Методика отримання масивів наночастинок

На сьогоднішній день відома велика кількість методів отримання нанорозмірних частинок, які можна поділити на фізичні методи та хімічний синтез.

Магнітні НЧ можна отримати конденсаційними методами. Для цього використовують різноманітні способи конденсації матеріалу: термічна конденсація [18], лазерне випарування [19, 20] та плазмові методи конденсації [21]. Усі ці методи засновані на термічному випаруванні наважки матеріалу.

При цьому атоми матеріалу осаджуються на охолоджуваній підкладці. У залежності від температури підкладки та швидкості випарування можна отримати НЧ різних розмірів. Проте існують способи термічного отримання НЧ без охолодження підкладки [22-24]. У цьому випадку як підкладки використовується шар полімеру, який має низьку адгезію до сконденсованої плівки. При конденсації матеріалу і подальшому відпалюванні зразка утворюються НЧ на поверхні полімерної підкладки. У залежності від товщини конденсованої плівки та температури відпалювання можна отримати НЧ різних розмірів у діапазоні 1-50 нм.

Іншим фізичним методом отримання НЧ є нанодиспергування порошкоподібного матеріалу. Для цього використовують спеціальні млини, які механічно подрібнюють порошковий матеріал [25, 26]. Також до цього методу можна віднести електроерозію. За допомогою нього методу у роботі [27] отримувалися НЧ гетерогенного складу для постійних магнітів.

Як вихідні речовини для хімічного синтезу НЧ використовуються металомісткі сполуки (ММС) та солі металів, НЧ із яких необхідно отримати. Для синтезу НЧ використовують наступні методики:

- термоліз ММС [28, 29] дозволяє отримати магнітні НЧ розміром 4-10 нм. У роботі [28,23] описана методика отримання НЧ оксидів Fe [22] та НЧ α -Fe із $\text{Fe}(\text{CO})_5$ та олеїнової кислоти;
- розклад ММС під дією ультразвуку [30-32]. Даним методом можна отримувати НЧ Co та оксидів Fe. У роботі [30] синтезують НЧ Co з розчину $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ у толуолі. Авторами [31] було отримано аморфні НЧ Fe_2O_3 з $\text{Fe}(\text{CO})_5$. Розмір та концентрація НЧ, отриманих таким методом, залежить від використання поверхнево-активних речовин, як показано у роботі [32];
- відновлення магнітних матеріалів [33-37]. Цим методом синтезують НЧ з розчинів солей металів під дією сильних відновників. У роботах [33-37] отримані НЧ Co розміром 2-10 нм при відновленні CoCl_2 гідридом LiBEt_3H ;
- синтез у зворотних міцелах [38-41]. Отримання НЧ даним методом інтенсивно розвивається, оскільки процес не потребує дорогого обладнання.

Синтезовані НЧ мають невеликий розкид за розмірами. Синтез проводиться в міцелярних системах, у так званих нанореакторах. Зворотні міцели представляють собою дрібні краплі води, що стабілізовані у гідрофобній рідкій фазі за рахунок утворення моношару поверхнево-активної речовини на їх поверхні [42]. У роботах [38-41] детально описано методику отримання НЧ Co у зворотних міцелах з CoCl_2 ;

- золь-гель метод [43, 44] отримання НЧ включає в себе отримання золю (частинок гідроксиду) з послідовним перетворенням його в гель. При утворенні золю розподіл частинок за розміром залежить від тривалості реакції та температури [45]. У роботі [44] описано синтез НЧ Ni_3Fe у матриці SiO_2 розміром 4-20 нм;

- синтез магнітних НЧ на інтерфейсі розподілу газоподібної та рідкої фази. У серії робіт Г.Б. Хомутова [46-50] докладно описано метод синтезу самоорганізованих магнітних наноструктур під дією зовнішніх полів та ультрафіолетового випромінювання на інтерфейсі розподілу фаз газ-рідина;

- синтез гетерометалічних НЧ здійснюється у результаті терморозпаду двох металомістких сполук. У роботі [51] описано синтез двоскомпонентних НЧ $\text{Fe}_{48}\text{Pt}_{52}$ та $\text{Fe}_{70}\text{Pt}_{30}$, а у роботах [52, 53] – сплаву Co-Pt.

1.2.2 Структурні властивості

Поряд з методиками отримання магнітних НЧ великий інтерес дослідників визивають питання про їх структурно-фазовий стан. Як магнітні НЧ глибоко вивчаються НЧ Fe, Co, їх оксидів, а також сплавів (Fe-Co, Fe-Pt, Fe-Ni, Fe-Cr).

Для вивчення фазового складу і розмірів НЧ використовують комплекс методів таких як рентгенівський мікроаналіз (РМ), просвічуюча електронна мікроскопія (ПЕМ), електронна та рентгенівська дифрактометрія, скануюча тунельна (СТМ) та атомно-силова мікроскопія (АСМ), але мають місце особливості дослідження кожним із цих методів. Так у роботі [42] зазначено,

що при рентгенофазовому аналізі наноматеріалів не вдається отримати рентгенограми з набором вузьких рефлексів, що може дозволити однозначно ідентифікувати фазовий склад частинок. При дослідженні методами АСМ або растрової електронної мікроскопії (РЕМ) можна дослідити поверхневу морфологію і оцінити реальні розміри НЧ. При дослідженні методом ПЕМ можна оцінити розміри металічного ядра і неможливо точно встановити товщину оболонки НЧ, якщо вивчаються НЧ вкриті шаром полімеру. Тому при дослідженні структурно-фазового стану для отримання більш достовірних результатів використовують декілька методів, які доповнюють один одного.

У серії робіт М. Гірсіга вивчається структурно-фазовий стан НЧ Co та CoO. У роботах [54, 55] досліджено структуру НЧ CoO/Co методом ПЕМ та АСМ (рис. 1.3).

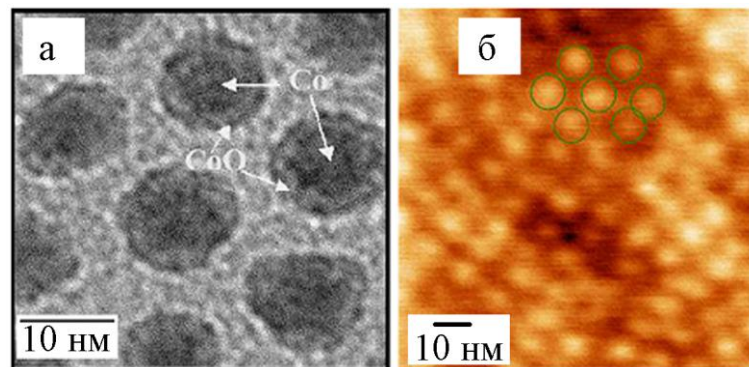


Рис. 1.3. Мікроструктура НЧ CoO/Co, отриманих методом ПЕМ (а) та АСМ (б). Із роботи [54]

На мікрознімку (див. рис 1.3, а) стрілками показано ядро Co, яке вкрите шаром оксиду, а на рис. 1.3, б чітко видно впорядковану структуру НЧ. При дослідженні НЧ Co можна спостерігати фазове перетворення, яке відбувається у процесі відпалювання. У серії робіт Е. Майкової [56-58] проведене дослідження формування впорядкованих структур НЧ Co під дією зовнішнього магнітного поля [56]. На рис. 1.4 зображено серію мікрознімків, отриманих за допомогою методу РЕМ. НЧ Co були нанесені на підкладку

кремнію з шаром нітриду методом капання з наступним висиханням на повітрі. Нанесення зразків здійснювалось під дією зовнішнього магнітного поля з індукцією 800 мТл. Відмінність зразків полягає у напрямку дії поля. На рис. 1.4, а зображено мікроснімок поверхні, на яку діяло зовнішнє магнітне поле, перпендикулярно до поверхні підкладки. У результаті утворюються вертикальні стовпчики, які складаються з НЧ. На рис. 1.4, б зовнішнє магнітне поле направлено паралельно до підкладки, що призводить до утворення довгих горизонтальних волокон, які також складені з НЧ. На рис. 1.4, в зовнішнє магнітне поле направлено змінного напрямку, що призводить до утворення довгих горизонтальних волокон, які також складені з НЧ.

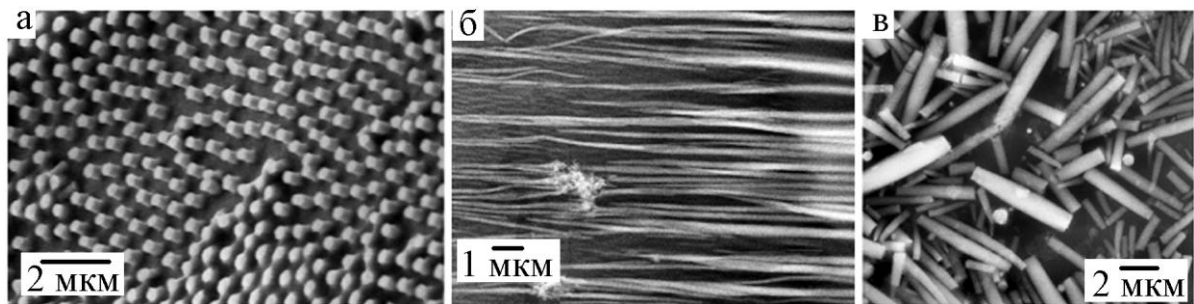


Рис. 1.4 Мікроснімки поверхні самоорганізованих структур НЧ Co підготовлених при дії зовнішнього магнітного поля, направлено перпендикулярно (а), паралельно (б) та змінного напрямку (в) [56]

При дії магнітного поля змінного напрямку утворюється розупорядкована система стовпчиків та волокон, які мають різну орієнтацію та направленість відносно поверхні підкладки (див. рис. 1.4, в). Мікроснімок збільшеного фрагменту стовпчика структури та рентгенівську дифрактограму для різних температур відпалювання наведено на рис. 1.5. На знімку чітко видно окремі НЧ, що складаються в організовану структуру, формуючи стовпчик. З дифрактограми (див. рис. 1.5, б) видно, що до відпалювання НЧ знаходяться у аморфній фазі, на що вказує відсутність ліній.

Далі у процесі термічного відпалювання до температури 673 К починається процес рекристалізації і на дифрактограмі з'являються ледь помітні максимуми, які автори позначили як «h». Подальше відпалювання до

температури 723 К призводить до появи максимумів на дифрактограмі, що відповідають лініям ГЦК фази (111), (220), (311) і ледь помітного максимуму (200). При термічному відпалюванні до температури 973 К спостерігається повна рекристалізація, про що свідчать чіткі лінії. Автори роботи вказують також на появу ліній CoO, що позначено «*». Під час відпалювання також спостерігається збільшення розмірів НЧ, залежність яких від температури наведено на рис. 1.6, з 20-25 нм (до відпалювання) до 170-180 нм (при температурі 973 К).

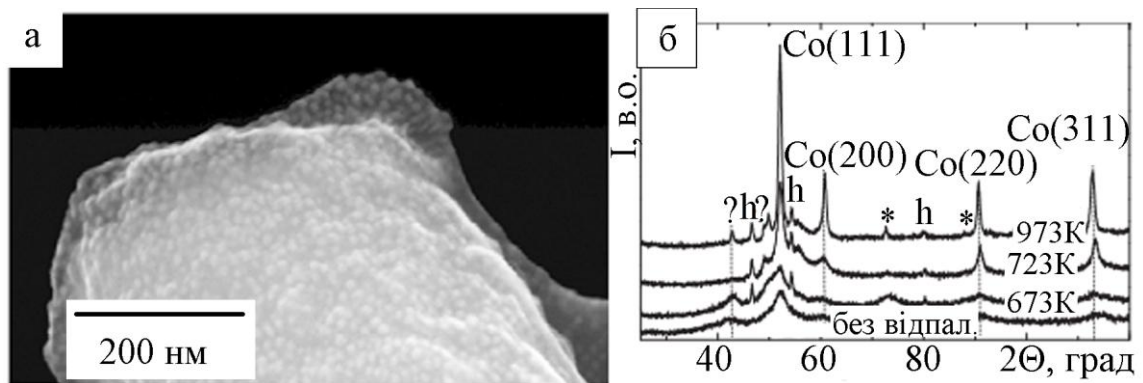


Рис. 1.5. Мікроснімок (а) та дифрактограма (б) колони самоорганізованої структури [56]

Окремим моментом дослідження НЧ є вивчення морфології наноструктурованих поверхонь. У роботах [57, 58] на основі експериментальних даних, отриманих методом АСМ, визначені розміри систем НЧ, утворених в результаті самоорганізації під дією зовнішнього магнітного поля. На рис. 1.7 представлений мікроснімок поверхні та розраховано профіль морфології по лінії А-А'.

Поряд з НЧ Co активно вивчаються й інші НЧ магнітних металів, наприклад НЧ Fe, які у чистому вигляді отримати досить складно, оскільки у їх складі завжди присутні оксиди.

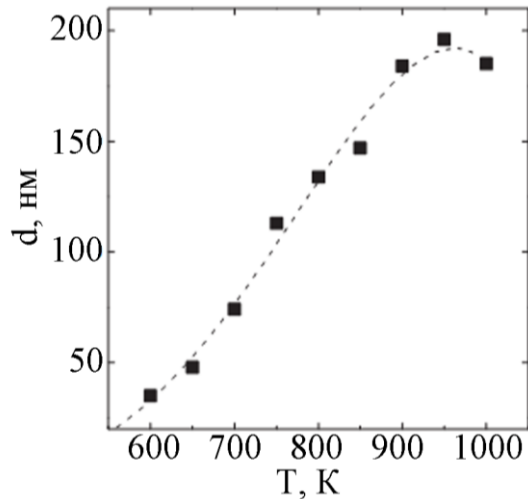


Рис. 1.6. Залежність розміру НЧ від температури відпалювання [56]

Проте, у роботі [59] досліджувалися НЧ ОЦК-Fe та їх магнітні властивості з середнім розміром 10 нм, отримані методом механічного розмелювання ультрачистого порошку Fe.

Серед НЧ оксидів металів найпоширеніші НЧ оксидів Fe. Відомі чотири оксиди заліза: FeO (вюстит), Fe₃O₄ (магнетит), γ-Fe₂O₃ (маггеміт) та α-Fe₂O₃ (гематит). На рис. 1.8 показано мікроструктуру та дифрактограму НЧ FeO у залежності від молярної концентрації Fe.

У роботі [60] авторами вивчалися структурні та магнітні властивості НЧ FeO, які були отримані методом хімічного синтезу за реакцією:



Авторами показано, що при молярній концентрації 0,6 моль (див. рис. 1.8 б, крива 1) можна отримати однофазний вюстит, а при більших концентраціях (1 моль) на дифрактограмі спостерігаються максимуми для Fe (див. рис. 1.8 б, крива 2).

Інший тип НЧ оксиду Fe – магнетит описаний у роботах [61-63]. Дані НЧ мають структуру типу шпінелі і феромагнітні при температурі нижче 858 К.

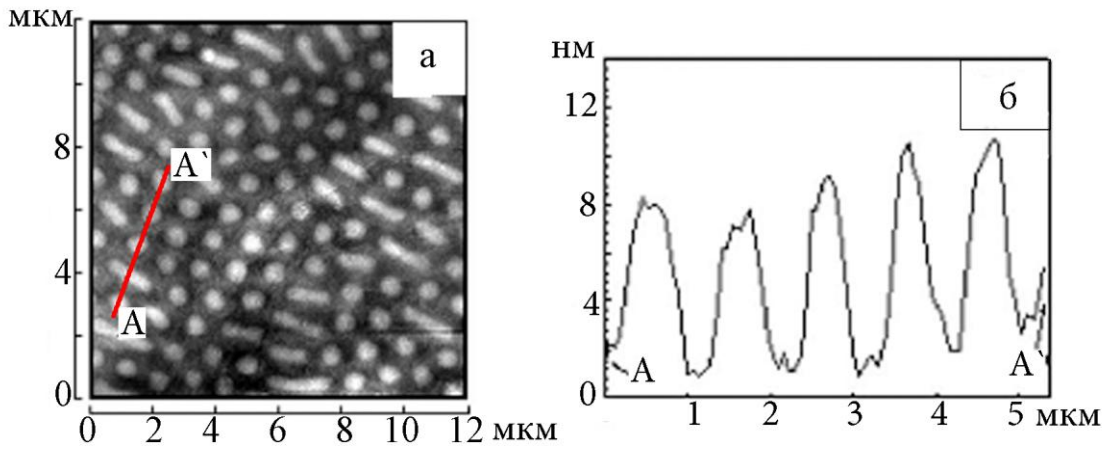


Рис. 1.7. Мікроснімок самоорганізованої структури НЧ Со, отриманий методом АСМ (а) та профіль поверхні по лінії А-А' (б) [57]

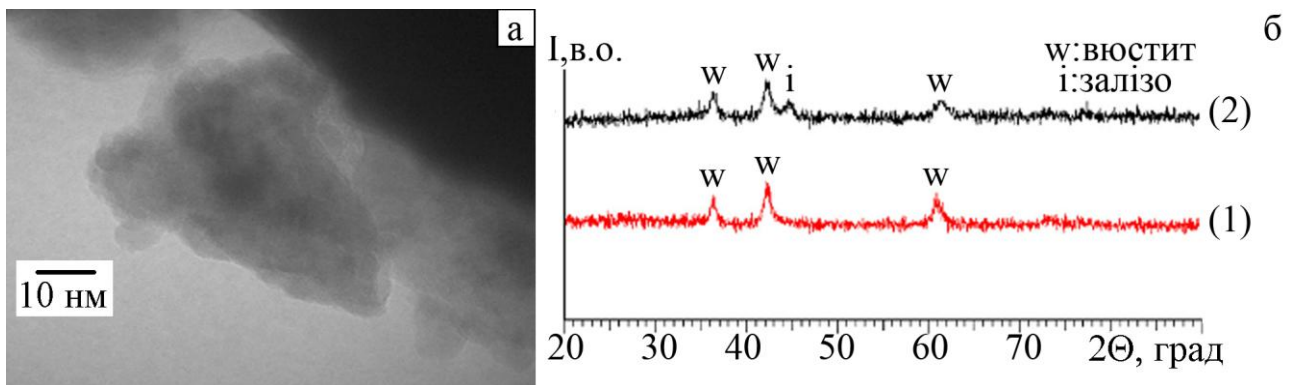


Рис. 1.8. Мікроснімок (а) та дифрактограма НЧ FeO (б) у залежності від молярної концентрації Fe: 0,6 моль (1), 1 моль (2) [57]

У роботі [64] проведено дослідження структурно-фазового стану НЧ Fe_3O_4 , результати якого представлені на рис. 1.9 де показано мікрознімок, мікродифракційну картину та розподіл НЧ за величиною. З рисунка видно, що НЧ мають розміри 10,7-12 нм. Розшифрування електронограми наведено в табл. 1.1.

У роботі [61] описано методики синтезу НЧ Fe_3O_4 різних розмірів (4, 6, 8, 12 і 16 нм).

На рис. 1.10 а, б зображено впорядковані масиви синтезованих НЧ на прикладі НЧ з розміром 6 та 12 нм, а на рис. 1.10 в представлені мікроскопічний знімок високої роздільної здатності окремої НЧ який дає змогу оцінити напрям атомних площин, відстань між якими 0,298 нм, що відповідає площині (220) Fe_3O_4 з кристалічною решіткою типу шпінелі.

Таблиця 1.1

Розшифрування електронограми від НЧ Fe_3O_4 [64]

№ п/п	d_{hkl} , нм	hkl	a, нм
1	0,485	111	0,842
2	0,298	220	
3	0,253	311	
4	0,210	400	
5	0,172	422	
6	0,162	511	
7	0,150	440	

Мікродифракція (див. рис. 1.10г) дає можливість розрахувати параметр кристалічної решітки досліджуваних НЧ.

1.2.3 Магнітні властивості

Інтенсивне дослідження магнітних НЧ почалося з відкриттям у них незвичайних магнітних властивостей [65-74]. Передусім цікавість до магнітних частинок викликана однодоменністю НЧ. Розвиток теорії

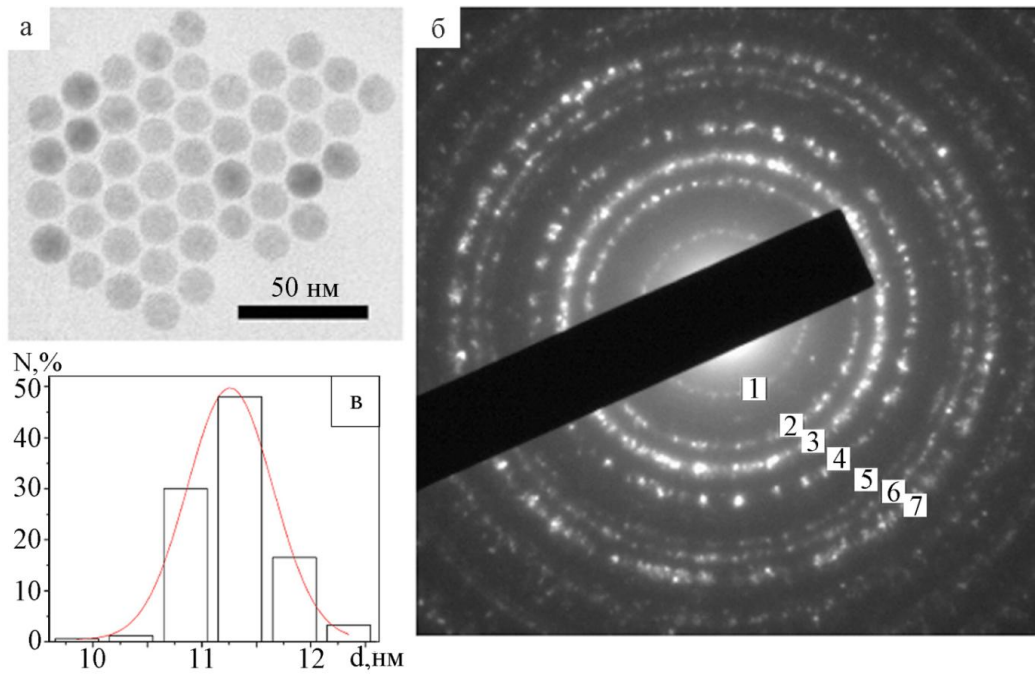


Рис. 1.9. Мікроструктура (а), дифракційна картина (б) та розподіл за розмірами (в) НЧ Fe_3O_4 [64]

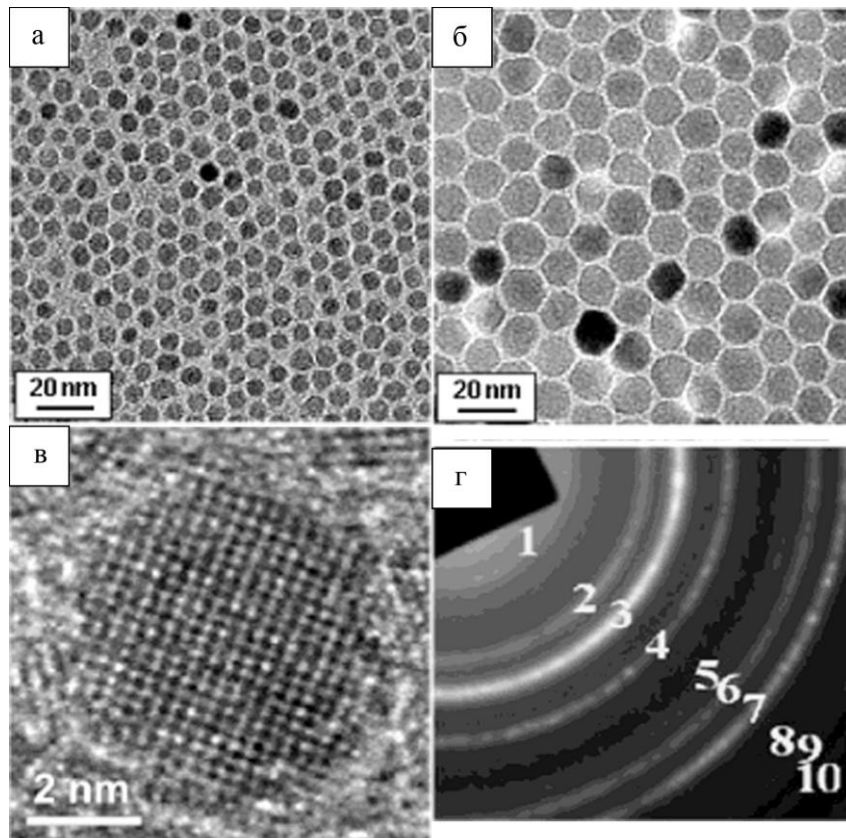


Рис. 1.10. Мікроструктура впорядкованих масивів НЧ Fe_3O_4 розміром 6 нм (а) і 12 нм (б), мікроскопічне зображення високої роздільної здатності окремої НЧ (в) та мікродифракція (г) НЧ Fe_3O_4 [64]

однодоменності НЧ показав, що значне збільшення коерцитивної сили феромагнетика відбувається при переході від багатодоменної до однодоменної структури.

Авторами [42] запропонована узагальнююча таблиця стосовно зміни магнітних властивостей феромагнетика при зменшенні розмірів зразка від макроскопічного до атомного (табл. 1.2). На основі робіт [75-77] авторами [42] також запропонована порівняльна таблиця критичного діаметру (при кімнатній температурі) однодоменної сферичної частинки з аксіальною магнітною анізотропією (табл. 1.3).

У зв'язку з унікальними магнітними властивостями, що проявляються у НЧ, з'являється багато шляхів їх наукового та технічного застосування. Магнітні НЧ застосовують в системах збереження інформації, магнітних нанопристроях, медичній діагностиці та створення нанороботів для доставки ліків [78, 79].

У роботі [81] авторами на основі здійсненого аналізу структури та розподілу розмірів НЧ було вивчено характеристики магнітного гістерезису НЧ заліза у оксидній оболонці. На рис. 1.11 наведені гістерезисні криві, які були отримані у ході експериментальних досліджень.

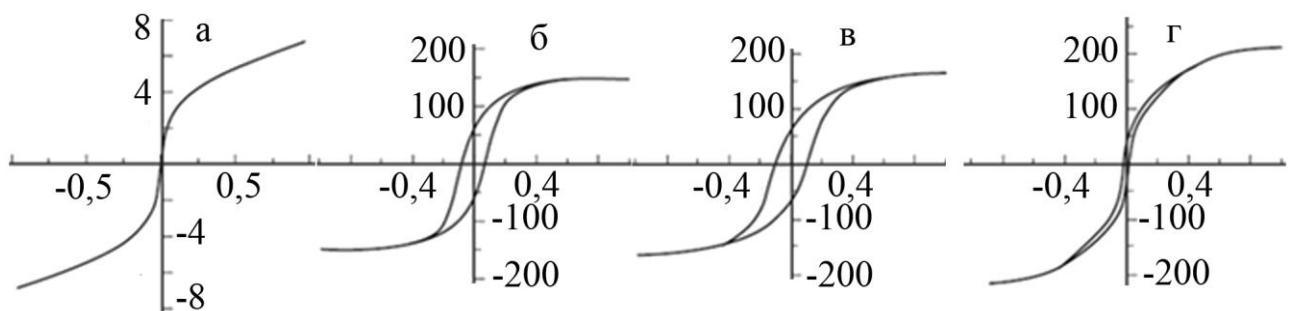


Рис. 1.11. Намагніченість систем НЧ Fe з оболонкою оксиду. Розміри, нм: 7 (а), 13 (б), 24 (в) та 75 (г) [81]

Показано, що максимальне значення намагніченості спостерігається у НЧ з середнім розміром 75 нм, що добре корелює з розрахованою величиною для

Таблиця 1.2

Характер зміни магнітних властивостей феромагнетика при зменшенні розмірів зразка від макроскопічного до атомного [42]

Зразок	Характерний розмір	Специфічні магнітні властивості
Макроскопічний (об'ємний)	≥ 1 мкм	Спонтанна намагніченість нижче T_C . Поява нульового магнітного моменту зразка подавляється в результаті утворення доменної структури.
Мікроскопічний	50-1000 нм	Магнітні властивості залежать від способу отримання зразка
Одновимірні магнітні частинки (малі магнітні частинки) в діамагнітній матриці	1-30 нм	Наявність температури блокування $T_b < T_C$, нижче якої магнітний момент частинки зберігає свою орієнтацію у просторі, а ансамбль частинок демонструє магнітний гістерезис. При температурі вище T_b частинка переходить в суперпарамагнітний стан. В області $T_b < T < T_C$ частинка має спонтанну намагніченість і нульовий сумарний магнітний момент, що легко змінює орієнтацію у зовнішньому полі.
Окремий атом (іон)	$\sim 0,2$ нм	Парамагнітні властивості.

Таблиця 1.3

Критичний діаметр (при кімнатній температурі) однодоменної сферичної частинки з аксіальною магнітною анізотропією [42]

Матеріал	Критичний діаметр, нм		
	за даними роботи [75]	за даними роботи [76]	за даними роботи [77]
Co	70	70	68
Ni	–	55	32
Fe	30	14	12
BaFe ₁₂ O ₁₉	–	–	580
Fe ₃ O ₄	–	128	–
γ -Fe ₂ O ₃	–	166	–
Nd-Fe-B	200	–	214
SmCo ₅	1500	–	1528

чистого α -Fe. При зменшенні розмірів частинок індукція насичення зменшується, що співпадає з розрахунковими даними. Істотна відміна між теоретичними та експериментальними значеннями авторами роботи спостерігаються при розмірах НЧ 10-12 нм та менше. При цьому в сумарну намагніченість починають вносити внесок НЧ, що знаходяться у суперпарамагнітному стані (це НЧ з розмірами 6-7 нм), і не спостерігається поле насиченості намагніченості у експериментальному діапазоні величини індукції зовнішнього магнітного поля. Авторами роботи [81] також наводиться узагальнена залежність коерцитивної сили та намагніченості насичення від середнього розміру НЧ (рис 1.12), з якої видно, що максимальна коерцитивна сила спостерігається для однодомених НЧ з розмірами 20 нм.

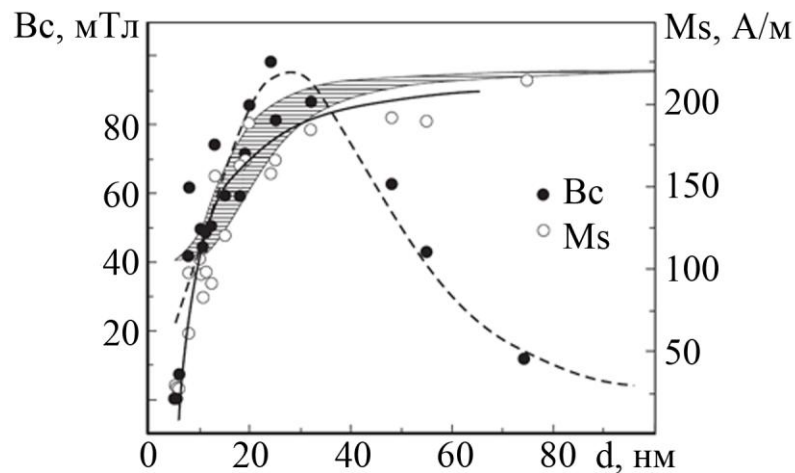


Рис. 1.12. Залежність коерцитивної сили та намагніченості насичення від середнього розміру НЧ оксид/Fe [81].

По мірі зменшення середнього розміру збільшується частка суперпарамагнітних НЧ, що вносить свій внесок у коерцитивність зразка, і при розмірах 7 нм автори роблять висновок, що всі НЧ стають парамагнітними, що і підтверджують експериментальні результати. Заштрихована область показує розраховані значення намагніченості насичення для залізних НЧ в оксидній оболонці товщиною 2-3 нм.

Виходячи з описаних у літературі результатами, при вивченні магнітних властивостей нанорозмірних систем актуальним є питання їх взаємодії. Авторами роботи [82] проводилось дослідження впливу взаємодії між анізотропними НЧ $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ на величину коерцитивності нанорозмірних систем. Показано, що у випадку дослідження ізотропних по формі, сферичних та анізотропних НЧ не спостерігається помітного внеску в коерцитивну силу при зміні концентрації.

Висновки до розділу 1

1. Вивчення магніторезистивних властивостей у багатошарових плівкових системах дало поштовх для розробки нових приладових елементів спінтроники, таких як спін-вентилі, чутливі елементи датчиків магнітного поля, положення та інших приладів мікроелектроніки.

2. Дослідження багатошарових плівкових систем на основі Co, Cu та Au показало перспективність використання даних матеріалів при формуванні спін-вентильних систем, а особливості структурно-фазових перетворень, таких як утворення гранульованих твердих розчинів з необмеженою (Co, Cu) та обмеженою (Co, Au) розчинністю дозволило відкрити новий напрямок для дослідження магніторезистивних властивостей у гранульованих системах.

3. Вивчення формування нанорозмірних систем на основі наночастинок магнітних матеріалів дозволило оцінити унікальні магнітні властивості таких структур, а у поєднанні з сучасними методами формування впорядкованих масивів НЧ визначило перспективні шляхи наукового та технічного застосування впорядкованих нанорозмірних систем у якості поверхонь нового покоління елементів збереження інформації та нанопристроях, робота яких заснована на спін-залежному розсіюванні електронів.

РОЗДІЛ 2

МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Проаналізувавши літературні дані про сучасні напрями дослідження маніторезистивних, оптичних та магніто-оптичних властивостей наноструктурованих систем та можливості їх використання як елементів приладів спінтроники, таких як спін-вентильні системи, наші дослідження можна представити у вигляді наступних етапів.

На першому етапі була окреслена загальна стратегія досліджень, які стосуються вивчення процесів, що впливають на робочі характеристики приладових спін-вентильних систем (величина МО, коецитивність, намагніченість), а також використання нових перспективних матеріалів, таких як наночастинки магнітних матеріалів, як чутливих елементів.

На другому етапі була проведена розробка серії програмно-апаратних комплексів з використанням сучасного вимірювального обладнання для проведення досліджень у таких напрямках:

- вивчення оптичних властивостей спін-вентильних систем методом нуль-еліпсометрії, встановлення впливу формування структури та температурної обробки на оптичні характеристики та процеси фазоутворення у приладових зразках;
- дослідження магніторезистивних властивостей у зразках спін-вентильних систем з СРР геометрією пропускання струму;
- дослідження впливу геометрії магнітного поля на магніторезистивні властивості спін-вентильних приладових та наноструктурованих систем;

Для вирішення поставлених задач були використанні наступні експериментальні методи:

- конденсація у вакуумі для формування багаточарових спін-вентильних та наноструктурованих приладових систем;

- температурна обробка у вакуумі для дослідження зміни структурно-фазового стану та протікання дифузійних процесів;
- електронна мікроскопія і електронографія для вивчення фазових перестворень;
- метод нуль-еліпсометрії та МОКЕ для вивчення оптичних та магніто-оптичних властивостей спін-вентильних приладових систем та оцінки ефективності дифузійних процесів і твердофазних реакцій;
- вимірювання магнітоопору (МО) для отримання інформації про робочі характеристики спін-вентильних структур.

Далі будуть викладені методики формування та дослідження спін-вентильних та наноструктурованих приладових систем.

2.1 Методика отримання та формування впорядкованих масивів магнітних наночастинок [83, 84, 85, 86]

Основу елементів мікро- та наноелектроніки складають підкладки з різноманітних кристалічних матеріалів. Стан поверхні підкладок у першу чергу впливає на особливості роботи та якість виконання функціональних елементів електроніки. По мірі розвитку технології виготовлення мікро- та наноелектронних приладів якість підготовки поверхні відіграє все більшу роль, оскільки розміри шорсткості майже співрозмірні з мінімальним технологічним процесом. У зв'язку з цим постає проблема створення атомарно гладких поверхонь підкладки та формування на них наноструктурованих об'єктів [83]. Виходячи з особливостей формування та функціонування сучасних електронних елементів, основною метою роботи було відпрацювання оптимальних методик та умов отримання функціональних елементів спінтроніки – «класичних» плівкових спін-вентилів та освоєння нових методик формування структурованих поверхонь впорядкованих нанооб'єктів

(магнітних наночастинок) [84, 85] для подальшого їх використання як чутливих елементів спін-вентильних систем [86].

2.1.1 Формування полімерних ізолюючих підкладок

Для вивчення особливостей формування впорядкованих масивів наночастинок, як елементів приладових систем, було використано тонкі полімерні підкладки у вигляді мембран, оскільки таким чином можна досягти мінімального ступеню шорсткості та проводити формування масивів наночастинок практично на атомарно гладких поверхнях.

Використання полімерних підкладок пов'язано із тією обставиною, що при формуванні впорядкованих масивів із розчину, крім мінімальної шорсткості поверхні дуже важливим є ступінь гідрофільності поверхні, що сприяє рівномірному розподіленню розчину по всій поверхні.

Мікроструктурні та дифракційні дослідження проводились методом просвічуючої електронної мікроскопії за допомогою електронного мікроскопа ПЕМ-125К (компанія «Selmi», Україна) у світлопольному режимі та дифракції/мікродифракції електронів. Специфіка приладу вимагає використання мікроскопічних опорних сіточок з прозорими для електронів плівками-підкладками. У зв'язку з цим були використані мембрани полііміду, на яких ми здійснювали формування впорядкованих масивів НЧ. Нами була використана загальноприйнята методика отримання поліамідних мембран як підкладок для багатошарових плівкових систем і НЧ, яка докладно описана авторами робіт [87, 88].

Формування полімерних підкладок з метою реалізації мінімальної шорсткості поверхні здійснювалося у два етапи. Перший етап – це підготовка рідкого полімеру з розчину поліамідкислоти з піромелітового діангідриду та 4,4-діамінодіфенілового ефіру (вміст сухого залишку 21%), змішаної у об'ємному співвідношенні 1:5 з діметилфосфорамідом. Даний розчин наносився на мікроскопічну сіточку з розміром комірки 100 мкм (для проведення

досліджень структурно-фазового стану) за допомогою формування рідкого полімеру з наступним висиханням та стабілізацією на повітрі. Як наслідок на цьому етапі формувалась мембрана плівки-підкладки у комірках опорної сіточки. Другим обов'язковим етапом було проведення процесу імідазації – це перехід поліімідної плівки до твердого стану. Даний процес проводився у вакуумній камері ВУП-5М (компанія «Selmi», Україна) при тиску залишкових газів 10^{-4} Па та нагріванні до температури 420 К.

2.1.2 Формування масивів наночастинок на ізолюючих полімерних підкладках [85, 86]

Наночастинки FeO і Fe₃O₄ були отримані методом хімічного синтезу [89]. Розчину метал-ацетілацетонатів змішувався з олеїною кислотою та феніл ефіром. Після додавання у цей розчин етилового спирту відбувалося осадження наночастинок. Розчинення осаду проводилося у толуолі в присутності поверхнево-активних речовин (олеїнова кислота та олейламін) для сепарації НЧ та запобігання їх скупчення в розчині.

З метою формування максимально впорядкованої структури НЧ наносились на підкладку у декілька етапів. Перший етап – це приготування розчину НЧ оптимальної концентрації, з метою реалізації отримання моношару НЧ на переважній площі полімерної плівки-підкладки та запобігання нашарувань проводили цикл досліджень за допомогою просвічуючої електронної мікроскопії. При цьому експериментальним шляхом було встановлено потрібну концентрацію (відношення об'ємної частини концентрованого розчину НЧ до об'ємної концентрації розчинника). Така концентрація дозволила отримати моношар впорядкованих НЧ на ~80% поверхні плівки-підкладки. Як розчинник було використано летку речовину толуол. Фотографія мікропробірок з готовим розчином зображена на рис. 2.1 а, з якого видно, що НЧ мають різний колір при однаковій концентрації.

Наступний етап формування впорядкованих масивів – це безпосередньо

нанесення НЧ на полімерну плівку-підкладку методом капання за допомогою піпетки-дозатора з постійним об'ємом краплі 5 мкл (див. рис. 2.1 б) та наступним висиханням на повітрі.



Рис. 2.1. Зовнішній вигляд підготовленого розчину НЧ (а), піпетка-дозатор постійного об'єму 5 мкл (б)

У зв'язку з тим, що розчинником ми використовували леткий розчин толуолу, то висихання відбувалося практично відразу після препарування на підкладку. Для нанесення опорна сіточка закріплювалась у спеціальному тримачі, який унеможлилював її прилипання до дозатора піпетки під час нанесення розчину НЧ.

Для встановлення оптимальної концентрації було проведено серію мікроскопічних досліджень, узагальнені результати яких наведено на рис. 2.2. На підставі отриманих мікроструктур зроблено висновок, що для отримання моношару оптимальною є об'ємна концентрація приблизно 10% (див. рис. 2.2, б). Як видно з рисунка, при збільшенні концентрації розчину до 15% (див. рис. 2.2, а) спостерігалось нашарування НЧ, а у випадку її зменшення до 5% (див. рис. 2.2, в) – навпаки недостатнє покриття підкладки частинками, що не витримувало умови формування моношару впорядкованого масиву НЧ.

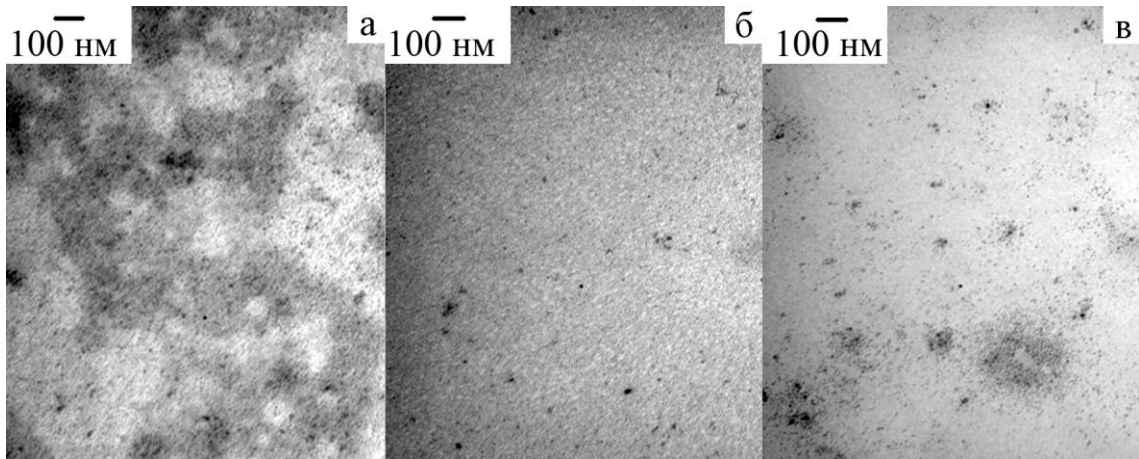


Рис. 2.2. Мікрознімки масивів НЧ різної об'ємної концентрації: 15% (а), 10% (б), 5% (в)

2.1.3 Методика дослідження структурно-фазового стану впорядкованих масивів наночастинок

Вивчення структурно-фазового стану сформованих впорядкованих масивів наночастинок проводилось відразу після нанесення для контролю наноструктурованої поверхні та після термічної обробки до температур 750, 900 и 1200 К. Обробка отриманих електронogram проводилась за допомогою програмного забезпечення (рис. 2.3) для аналізу дифракційних картин, отриманих методом просвічуючої електронної мікроскопії [90].

Структурно програма складається з трьох функціональних блоків. Перший блок – управління, дозволяє проводити настройку параметрів аналізу області зображення, отримувати результати у вигляді графіків, гістограм та таблиць, проводити операції з графічними файлами зображення дифракційних картин – відкривання, завантаження до візуального блоку та відображення ходу роботи з аналізу електронogram (див. рис. 2.3, поз. 1).

Отримані результати відображаються у окремих вікнах і відкриваються динамічно за потребою користувача. Другий блок – контролю та відображення даних, отриманих у результаті виконання окремих етапів аналізу та розрахунку дифракційних картин (поз. 2).

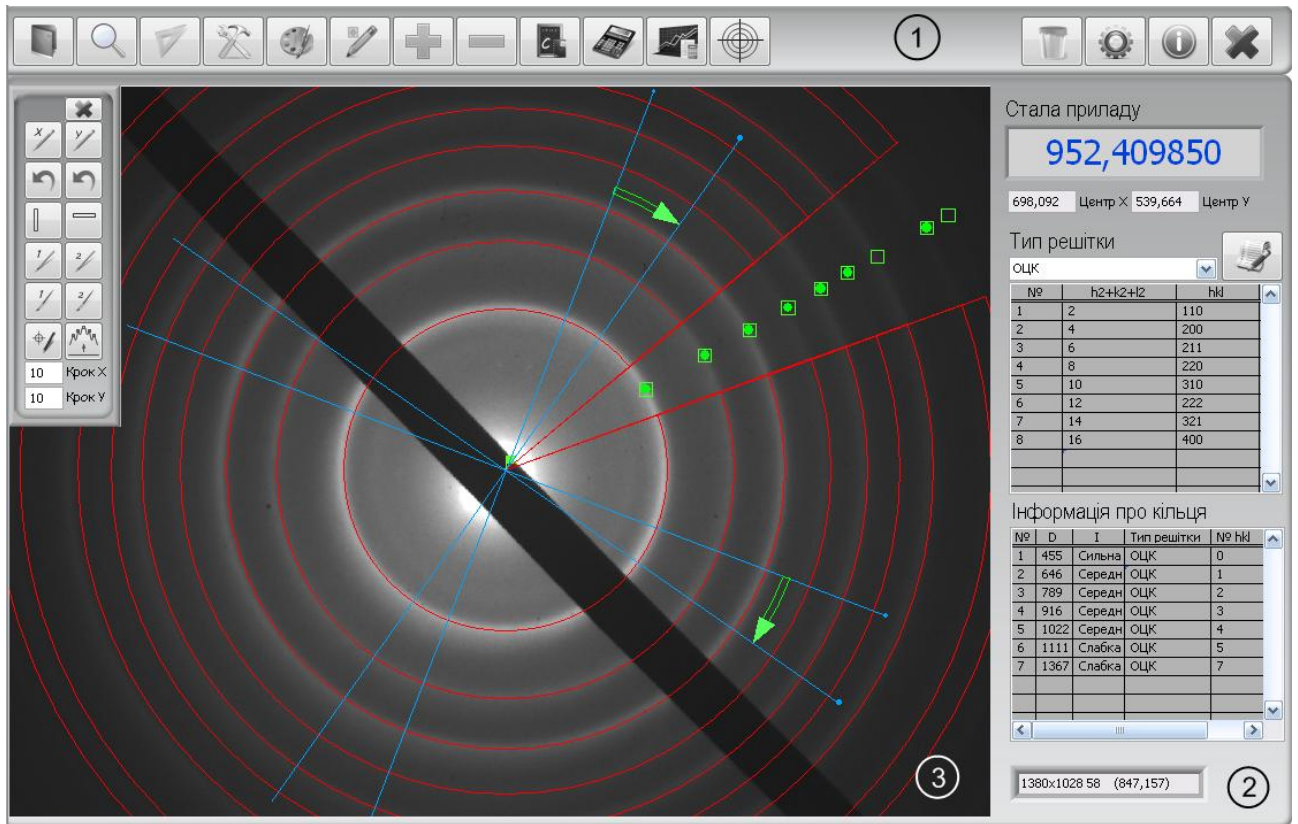


Рис. 2.3. Інтерфейс користувача програмного забезпечення для аналізу дифракційних картин, отриманих методом просвічуючої електронної мікроскопії: 1 – панель кнопок управління для задавання параметрів, відкриття файлів з електронограмами та роботи з ними; 2 – панель індикаторів для відображення результату розшифрування дифракцій; 3 – візуальне відображення ходу роботи з аналізу електронограм.

Третій блок – область візуального відображення ходу роботи з аналізу електроннограм (поз. 3). Даний блок є як індикатором, що відображає процес пошуку центру електроннограм, ініціалізації кілець, так і елементом управління, що дозволяє вибрати необхідні для розрахунку лінії або у ручному режимі додати ймовірні нові.

Алгоритм роботи програми працює за загальноприйнятою методикою аналізу дифракційних картин, яку можна поділити на два етапи. Спочатку необхідно визначити сталу приладу C з використанням еталону (наприклад плівки Al товщиною 30÷40 нм). Для цього завантажуються зображення дифракції еталонного зразка у програму, проводиться автоматичне знаходження центру електроннограми, вибираються необхідні лінії для розрахунку та проводиться розрахунок C за допомогою співвідношення:

$$C = D_{hkl}^0 \cdot d_{hkl}^0, \quad (2.1)$$

де d_{hkl}^0 – міжплощинні відстані еталону;

D_{hkl}^0 – діаметри дифракційних кілець еталонного зразка.

Далі реалізується другий етап, у якому використовується електроннограма експериментального зразка. Для цього проводяться аналогічні дії завантаження зображення, визначення центру електроннограми та вибору ліній для розрахунку. Відмінність двох етапів заключається у розрахунку міжплощинних відстаней d_{hkl} та параметрів решітки (a, c) безпосередньо для експериментального зразка з використанням діаметру його дифракційних кілець та сталої приладу. Розрахунок проводиться за допомогою відомих співвідношень для кристалів кубічної та гексагональної сингоній:

$$\begin{aligned}
 d_{hkl} &= \frac{C}{D_{hkl}}, \\
 a_{hkl} &= d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \\
 \frac{1}{d_{hkl}^2} &= \frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a_{hkl}^2} + \frac{l^2}{c_{hkl}^2}.
 \end{aligned}
 \tag{2.2}$$

Детальна методика обробки, алгоритми аналізу електронограм та архітектурні особливості програми описані у роботі [90].

2.1.4 Формування масивів наночастинок на масивних підкладках

Оскільки дослідження магніторезистивних властивостей багат шарових плівкових систем та масивів наночастинок неможливо провести на полімерних мембранах, сформованих на мікроскопічних опорних сіточках, то для проведення вимірювання магнітоопору наноструктурованих багат шарових систем на основі НЧ оксидів Fe використовувалися монокристалічні кремнієві підкладки з орієнтацією (001) та природнім тонким поверхневим шаром діоксиду кремнію (SiO_2). Підкладки мали квадратну форму із розміром 10×10 мм, що було зумовлене відстанню між осердям електромагніту для їх безперешкодного розміщення та повороту у випадку зміни геометрії дії зовнішнього магнітного поля. Перед нанесенням наночастинок підкладки кремнію проходили ультразвукову очистку та обезжирення поверхні по чергово у розчинах ацетону, етилового спирту та дистильованої води для виключення впливу забруднення на розміщення НЧ. Методика формування масивів НЧ на масивних підкладках аналогічна до нанесення для вивчення структури і фазового складу, яка була описана в п. 2.1.2.

Після завершення формування впорядкованих масивів магнітних НЧ на підкладці з метою проведення дослідження їх магніторезистивних властивостей проводилась конденсація металевої плівки Cu, яка водночас виступала у ролі немагнітної провідної матриці та контактних майданчиків. У

результаті формування нанорозмірні структури магнітних НЧ оксидів Fe у немагнітній провідній матриці Cu. Шар Au товщиною 2 нм наносився з метою захисту зразків від можливих процесів окиснення. Конденсація металевих плівок проводилась в одному технологічному циклі без розгерметизації робочого об'єму вакуумної системи.

2.2 Методика отримання та дослідження магніторезистивних та оптичних властивостей багат шарових плівкових систем на основі Cr/Fe/П та спін-вентильних систем Au/Co/Au(Cu)/Co/П [93, 96, 105, 106]

2.2.1 Обладнання для отримання спін-вентильних систем

Для дослідження багат шарових плівкових систем та спін-вентилів були отримані зразки на основі плівок Co, Fe, Cr, Cu та Au. Конденсація проводилась у надвисоковакуумній установці UVS 500 BALZERS (рис. 2.4, а), у якій використовуються турбомолекулярні насоси, при тиску залишкових газів 10^{-7} Па електронно-променевим методом та у вакуумній камері ВУП-5М при тиску залишкової атмосфери 10^{-4} термічним способом. У обох випадках випарування матеріалу проводилося з наважок матеріалу чистотою 99,99%.

Конденсація електронно-променевим методом реалізується за рахунок нагрівання матеріалу наважки при бомбардуванні електронами мішені, на якій і розміщується наважка. Електрони під дією високої напруги (1-кВ) емітуються з катода, який має форму кільця і виготовляється з вольфрамового дроту, і попадають на вольфрамовий анод з привареною наважкою металу. При конденсації у надвисоковакуумній установці UVS 500 BALZERS використовувалося декілька електронно-променевих гармат для формування багат шарових плівкових систем у одному технологічному циклі. Таким чином були отримані такі спін-вентильні системи:

Au(3 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

Au(3 нм)/Co(3 нм)/Cu(8 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

Au(3 нм)/Co(3 нм)/Cu(10 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;
 Au(3 нм)/Co(3 нм)/Cu(12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;
 Au(1 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;
 Au(1 нм)/Co(3 нм)/Au(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;
 Au(1 нм)/Co(20 нм)/Cu(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si;
 Au(1 нм)/Co(20 нм)/Au(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si;
 Au(5 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/Au(40 нм)/Cr(5 нм)/SiO₂/Si.

Швидкість конденсації в установці UVS 500 BALZERS контролювалася у процесі осадження за допомогою вмонтованого мультитимчасового мас-спектрометра і складала $0,1 \frac{\text{нм}}{\text{с}}$.



Рис. 2.4. Надвисоковакуумна установка UVS 500 BALZERS

Термічним методом конденсувалися багатошарові плівкові системи на основі Fe/Cr, причому Fe випаровувався з вольфрамової дротинки діаметром 1,5 мм і довжиною 30 мм, а Cr – з вольфрамового закритого випарника типу з отворами діаметром 0,3 мм. Конденсація металевих плівкових шарів наноструктурованих систем Me/НЧ/П проводилось також термічним методом з вольфрамового випарника типу «човник» для осадження Cu та з вольфрамової спіралі для конденсації Au.

У зв'язку з тим, що ступінь вакууму у вакуумній камері ВУП-5М значно менший то для запобігання можливих процесів окиснення конденсованого матеріалу за рахунок кисню залишкової атмосфери, конденсація проводилася з більшою швидкістю ніж в установці UVS 500 BALZERS і складала близько $1 \frac{\text{нм}}{\text{с}}$.

Контроль товщини під час конденсації здійснювався методом кварцового резонатора [91], точність вимірювання якого складає 10%. Розрахунок товщини сконденсованої плівки проводився за співвідношенням:

$$d = \frac{N_a \cdot D_q}{D_f \cdot f_q^2} \cdot (f_q - f), \quad (2.5)$$

де D_q – густина кварцу,

D_f – густина сконденсованої речовини,

f_q – резонансна частота кварцу до початку конденсації; f – резонансна частота кварцу після завершення конденсації,

$N_a = d_q \cdot f_q = \text{const} = 1,668 \cdot 10^3 \text{ Гц} \cdot \text{м}$.

Як підкладки для дослідження магніторезистивних, оптичних та магніто-оптичних властивостей багатошарових плівкових та спін-вентильних систем було використано пластини монокристалу кремнію з орієнтацією (100) з шаром діоксиду кремнію (SiO_2), а для дослідження особливостей структурно-фазового стану використовувались плівки-підкладки аморфного вуглецю, які конденсувалися на скол монокристалу NaCl , після чого препарувалися на опорні мікроскопічні сіточки.

2.2.2 Автоматизований комплекс для дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних приладових систем з перпендикулярного площині зразка геометрією пропускання струму [93, 93, 105]

Однією з основних задач при дослідженні магніторезистивних властивостей спін-вентильних систем є висока точність вимірювання електричного опору зразка. Оскільки зазвичай опір зразка складає 1-30 Ом, а його зміни лежать у межах 0,1-10%, головною передумовою отримання достовірних даних є вибір оптимальних методик вимірювання зміни опору та використання прецизійних приладів. Вимірювання електричного опору плівкових зразків зазвичай здійснюється за лінійною 4-точковою схемою [6] (рис. 2.5, а), проте більш точним можна вважати метод вимірювання за геометрією Ван-дер-Пау (див. рис. 2.5, б), який дає змогу не лише виміряти електричний опір зразка, а й оцінити його питомий опір без урахування геометричних розмірів [92].

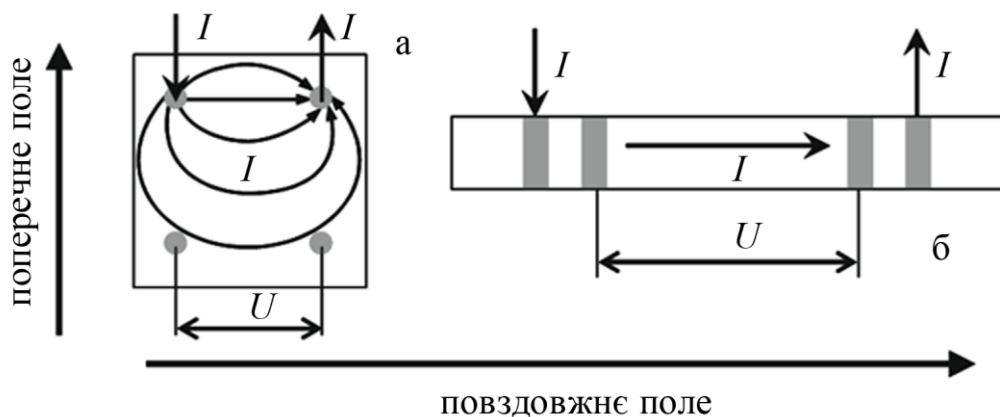


Рис. 2.5. Схеми вимірювання опору: метод за геометрією Ван-дер-Пау (а) та 4-точкова лінійна геометрія (б) [3]

На рис. 2.5 чотири точки контакту позначені сірими точками для геометрії Ван-дер-Пау та смугами для лінійної 4-точкової схеми відповідно. У випадку, якщо магнітне поле H паралельне напрямку протікання струму I , то виникає

повздожній магнітоопір, а у випадку, коли напрям магнітного поля перпендикулярний до вимірюваного струму і паралельний підкладці, виникає поперечний магнітоопір.

Лінійний метод був розроблений для вимірювання електричного опору плоских провідників (зазвичай тонких плівок). Однак, плівкові системи часто характеризуються латеральними змінами товщини, особливістю мікроструктури та хімічного складу – всі ці параметри впливають на електротранспортні процеси. При вимірюванні магнітоопору за лінійною геометрією, магнітне поле може бути паралельним (повздожній МО) або перпендикулярним (поперечний МО) до напрямку протікання вимірюваного струму. Слід зазначити, що при використанні геометрії Ван-дер-Пау для вимірювання магнітоопору, завжди є деяка ступінь накладання повздожньої і поперечної компонент МО, через те, що локальний напрям протікання струму у зразку відхиляється зовнішнім магнітним полем при різних кутах від 0° до 90° . І навпаки, у лінійній геометрії можна забезпечити точність паралельного та перпендикулярного протікання струму відносно зовнішнього магнітного поля.

У зв'язку з цим виділяють геометрії протікання струму у зразку, які наведено на рис. 2.6. У випадку, якщо напрям протікання струму лежить у площині плівкової системи, то говорять про паралельну геометрію (current-in-plane або CIP конфігурація). І навпаки, якщо напрям протікання струму перпендикулярний до плівкової системи, то виділяють перпендикулярну геометрію (current-perpendicular-to-plane або CPP конфігурація).

При дослідженні багат шарових плівок магнітоопір простіше вимірювати у CIP конфігурації, оскільки у загальному випадку в CPP конфігурації товщина зразка (~ 100 нм) є довжиною провідника, і через невеликі розміри опір для вимірювання настільки малий, що його зміну при прикладенні зовнішнього магнітного поля встановити дуже складно (принаймні при кімнатній температурі). Вирішенням є формування багат шарових

нанопроводів з малим поперечним перерізом. Для цих задач можуть бути використані пори Al_2O_3 або спеціальним чином сформовані структури.

Для отримання високоточних результатів особливою перевагою є створення автоматизованих комплексів для проведення експериментальних досліджень, оскільки не лише скорочується час вимірювання, а і проявляється можливість отримати набагато більшу кількість достовірних даних [93, 94, 95].

Однією із задач досліджень була реалізація інтеграції систем збору та аналізу експериментальних даних (опору зразка та величини магнітного поля) з одночасним керуванням параметрами магнітного поля. Для проведення таких вимірювань було розроблено програмно-апаратний комплекс [96], який було впроваджено у Лабораторії мультишарів та наноструктур Інституту фізики САН. Як середовище для розробки програмної складової комплексу було використано графічну мову програмування LabVIEW 2009 компанії National Instruments.

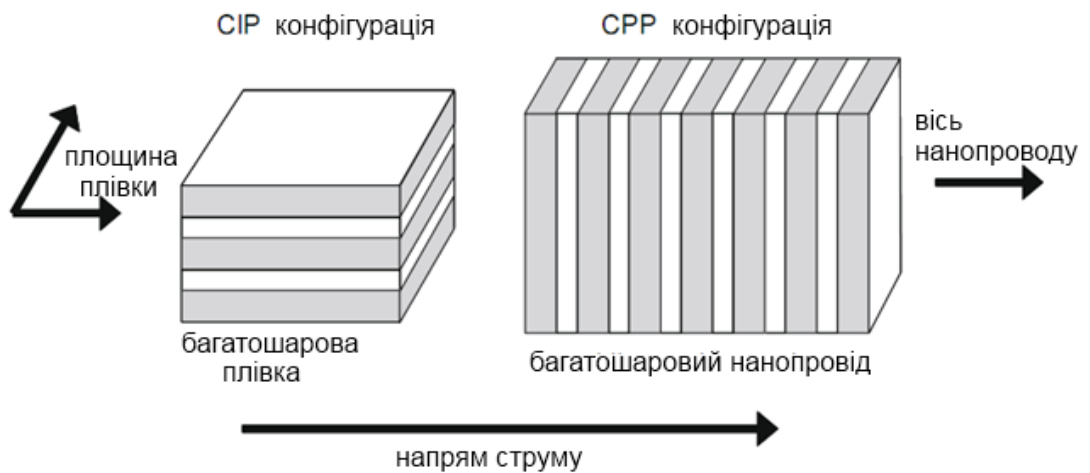


Рис. 2.6. Конфігурації для вимірювання магнітоопору мультишарів [3]

Це середовище графічного програмування, що широко використовується у промисловості, освіті та науково-дослідницьких лабораторіях у якості стандартного інструмента для створення систем збору та обробки даних, а також управління приладами [97]. Це потужне і гнучке середовище розробки програмного забезпечення, що використовується для проведення вимірювань

та аналізу отриманих даних [98-100].

Блок-схема апаратної частини, впровадженого в Лабораторії мультишарів та наноструктур Інституту фізики САН, автоматизованого комплексу представлена на рис. 2.7 і складається з комп'ютера; електромагніту (див. рис. 2.7, поз.1); датчика Холла (поз.2); крокового двигуна THORLABS Z712B та сервоконтролеру крокового двигуна THORLABS TDC001 (поз.3) для тримача контактів; блока живлення Keithley 6221 (поз.4); нановольтметра Keithley 2182A (поз.5); мультиметра HP 3457A (поз.6); перетворювача інтерфейсів NI GPIB-USB-HS (поз.7); 2-канального 16-ти бітного універсального інтерфейс-контролера блока живлення електромагніта USB-EPS UTA 12 (поз.8); блока живлення електромагніту EPS 3257.3 (поз.9); механічного реле Schneider electric LC1D09AL (поз.10).

Як зазначалося вище вимірювання магнітоопору у системах з CPP геометрією протікання струму вимагає надзвичайно чутливого і прецизійного обладнання, а також спеціально підготовлених зразків оскільки в такій реалізації довжина провідника надзвичайно мала і результуючий опір буде мати значення порядку $\sim 10^{-10}$ Ом. У зв'язку з цим для реалізації вимірювання були підготовлені спеціальні зразки, що представляють собою матрицю спін-вентильних систем (рис. 2.8, б), яка була сформована в декілька етапів. Спочатку на кремнієву підкладку наносився шар золота товщиною 40 нм, потім наносився фоторезист, після чого за допомогою фотолітографії протравлювались вікна зі змінним діаметром (200-1000 нм). Таким чином проводилося створення маски для формування спін-вентильної системи, після чого у протравлених вікнах формувалися зразки методом електронно-променевого випарування у вакуумі. Схематичне зображення багат шарової плівкової спін-вентильної системи показано на рис. 2.9. Для проведення процесу вимірювання електричного опору був розроблений спеціальний тримач низькоомних золотих контактів (див. рис. 2.8, а), використання яких дозволило мінімізувати вплив додаткового опору провідника. Контактна

площадка має округлу форму, що унеможливило випадкове пошкодження тонкої плівкової структури у процесі експерименту.

Вимірювання опору проводилося за допомогою приладів компанії Keithley Instruments. Точність приладів складає $\pm 0,05\%$, що була встановлена експериментальним шляхом за допомогою високоточного резистора з номінальним опором 1 Ом у якості еталону.

Прилади дозволяють проводити вимірювання як у імпульсному режимі, так і у режимі постійного протікання струму. Оскільки структури мають дуже малий поперечний переріз, то для зменшення впливу температурного дрейфу при протіканні струму через зразок було використано імпульсний режим роботи приладів з шириною імпульсів 1-10 μs .

При вивченні магніторезистивних властивостей досліджувалися приладові спін-вентильні системи на основі Co, Au та Cu.

Для створення зовнішнього магнітного поля змінної полярності, було використано уніполярний блок живлення EPS 3257.3 зі струмом на виході 0-20 А та напругою 0-72 В. Вихідний струм та напруга задавалися універсальним перетворювачем інтерфейсів підключення USB-EPS UTA 12, який має два 16-ти бітні аналогові виходи з напругою 0-10 В та два цифрові виходи. Зміна полярності електромагніту була реалізована за допомогою двоступінчатої системи реле, що складається з двох твердотільних реле та двох механічних контакторів LC1D09AL компанії Schneider Electric. Переключення системи реле проводилося через цифрові виходи інтерфейс-контролера USB-EPS UTA 12.

Контроль величини магнітної індукції у процесі вимірювання проводився за допомогою датчика Холла та мультиметра HP 3457A, який підключався до комп'ютера через перетворювач інтерфейсів NI GPIB-USB-HS компанії National Instruments. Таким чином проведення одночасного вимірювання електричного опору багатосарових плівкових систем та

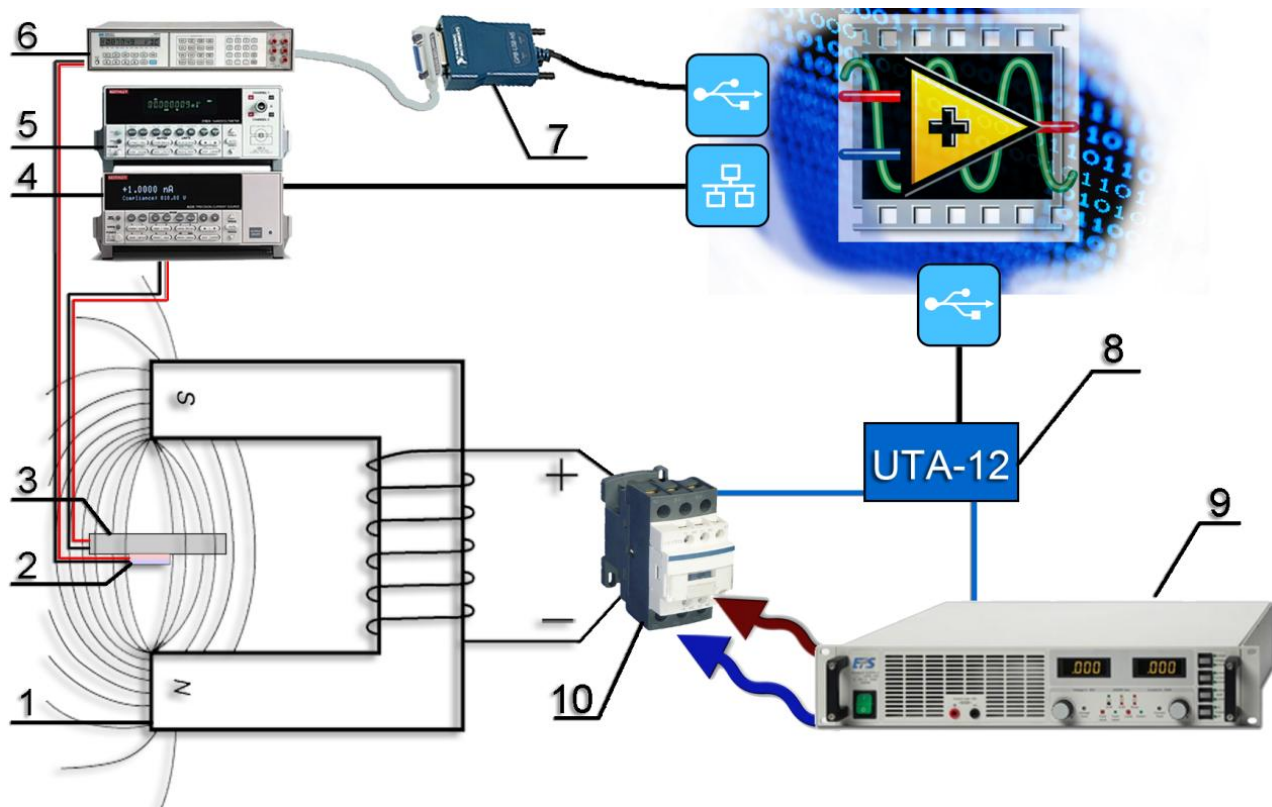


Рис. 2.7. Схематичне зображення структури взаємодії програмно-апаратного комплексу для проведення досліджень магніторезистивних властивостей: 1 – електромагніт; 2 – датчик Холла; 3 – система тримача контактів та зразка; 4 – блок живлення Keithley 6221; 5 – нановольтметр Keithley 2182A; 6 – мультиметр HP 3457A; 7 – перетворювач інтерфейсів NI GPIB-USB-HS; 8 – інтерфейс-контролер блока живлення електромагніта USB-EPS UTA 12; 9 – блок живлення електромагніту EPS 3257.3; 10 – механічне реле Schneider electric LC1D09AL

поточної величини індукції магнітного поля дозволило з максимальною точністю визначити вплив зовнішнього магнітного поля на магнітоопір спінівентильних систем.

Для реалізації програмно-апаратного комплексу було розроблено програмне забезпечення для отримання та аналізу даних під час вимірювань, управління приладами та контролю величини магнітного поля.

Вікно інтерфейсу користувача власно розробленого програмного забезпечення зображене на рис. 2.10. Програма дозволяє здійснювати динамічні вимірювання електричного опору, диференційної провідності та побудову вольт-амперних характеристик у імпульсному режимі та режимі неперервного протікання струму. Вибір типу вимірювання здійснюється натисненням на відповідну кнопку з групи 2 (див. рис. 2.10). Група кнопок 1 (зліва-направо) виконує функції настройки підключення приладів до комп'ютера (IP-адреса приладу та порт), відображення вікна зі значенням величини магнітної індукції та вибору номеру контакту для вимірювання. Група кнопок 3 дозволяє вибрати директорію на жорсткому диску для збереження результатів вимірювання у структурованому вигляді в окремому файлі формату *.xml. Графік 4 відображає результат кожного вимірювання. Кнопка «STOP» зупиняє роботу програми.

Ієрархічно програма складається з головної програми та семи службових підпрограм, які запускаються динамічно у певний момент часу, та працюють незалежно одна від одної. У якості шаблону програмування був використаний шаблон на основі концепції кінцевого автомату станів на базі черги (Queue State Machine) [101, 103, 104]. Даний підхід використовується у всіх без виключення підпрограмах. Запуск кожної з них здійснюється у відповідності до події інтерфейсу користувача. Передача даних між підпрограмами реалізована за допомогою «User Events». У програмі цілком витримано основну концепцію графічної мови програмування LabVIEW dataflow [101-103].

Архітектурно шаблон кінцевого автомату станів на базі черги (рис. 2.11)

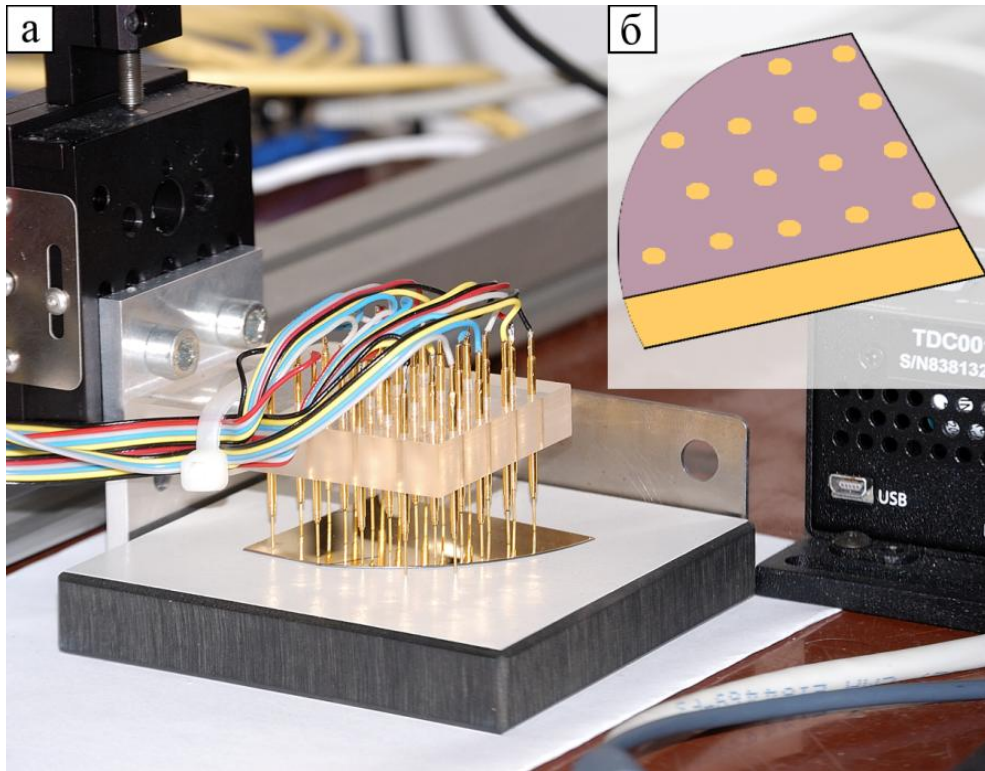


Рис. 2.8. Зовнішній вигляд тримача контактів (а) та схематичне зображення матриці спін-вентильних систем (б)

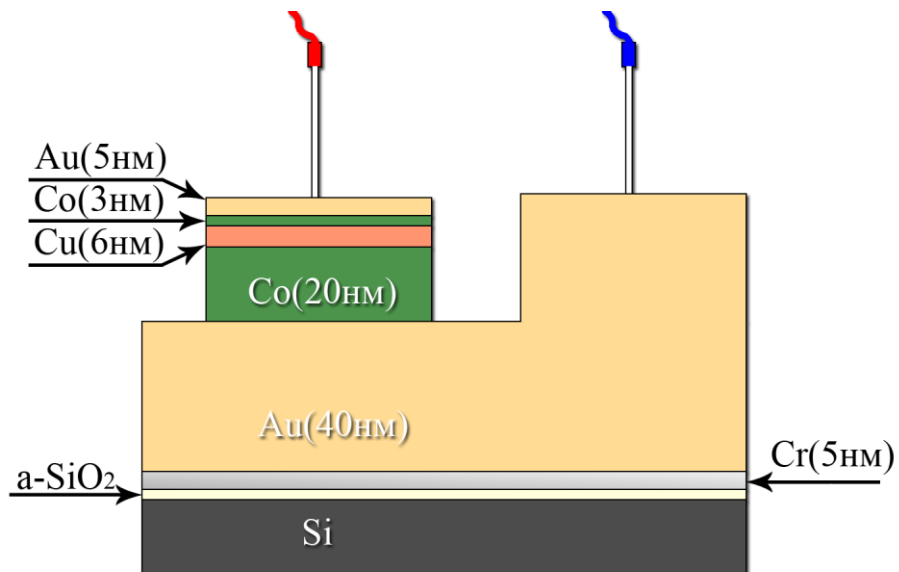


Рис. 2.9. Схематична будова спін-вентильних систем

складається з двох паралельних циклів «While Loop» (див. рис. 2.11, поз. 1), з'єднаних між собою за допомогою черги «Queue» (поз. 2).

Один з них містить цикл, що відповідає за обробку подій інтерфейсу користувача «Event Loop» (поз. 3), інший – за обробку програмних подій та містить структуру вибору «Case Structure» (поз. 4). Черга формується за допомогою підпрограм з меню «Queue»: ініціалізація черги «Obtain Queue» з її унікальною назвою та визначеним типом даних, що передаються (поз. 5); додавання елемента до черги «Enqueue Element» (поз. 6); вилучення елемента з черги «Dequeue Element» (поз. 7). Дані передаються по черзі у вигляді кластера, що складається з пункту ітерації (елемента черги) у формі «Enum Type Definition» (поз. 8) та універсального контейнеру даних типу «variant» (поз. 9). Виконання певного стану відбувається при попаданні необхідного пункту ітерації на селектор структури вибору. Стани програми задаються або у циклі подій інтерфейсу користувача, або у структурі вибору, якщо це передбачено розробником.

Кожна підпрограма виконує послідовно наступні ітерації: ініціалізація встановлення підключення комп'ютера з приладом; ініціалізація самого приладу; включення та настройка потрібного типу вимірювання, відповідно до встановлених користувачем параметрів; запуск процесу вимірювання; зчитування результатів; передача результатів у головну програму для відображення на графіку та збереження у файлі; закриття підключення з приладом та зупинка підпрограми.

У разі виникнення помилки на кожній ітерації проводиться пошук, відлов та аналіз помилки за допомогою менеджера черги з вбудованим обробником помилок. Зв'язок між комп'ютером та приладами реалізований через мережу Ethernet Обмін даними здійснюється на основі протоколу TCP/IP у текстовому форматі «string». На рис. 2.12 зображено фрагмент блок-діаграми для обміну даними між комп'ютером та вимірювальним приладом, де на поз. 1 показано введення адреси приладу для встановлення зв'язку з ним, а на поз. 2 реалізовано ініціалізацію та запит параметрів шляхом запису в прилад команд

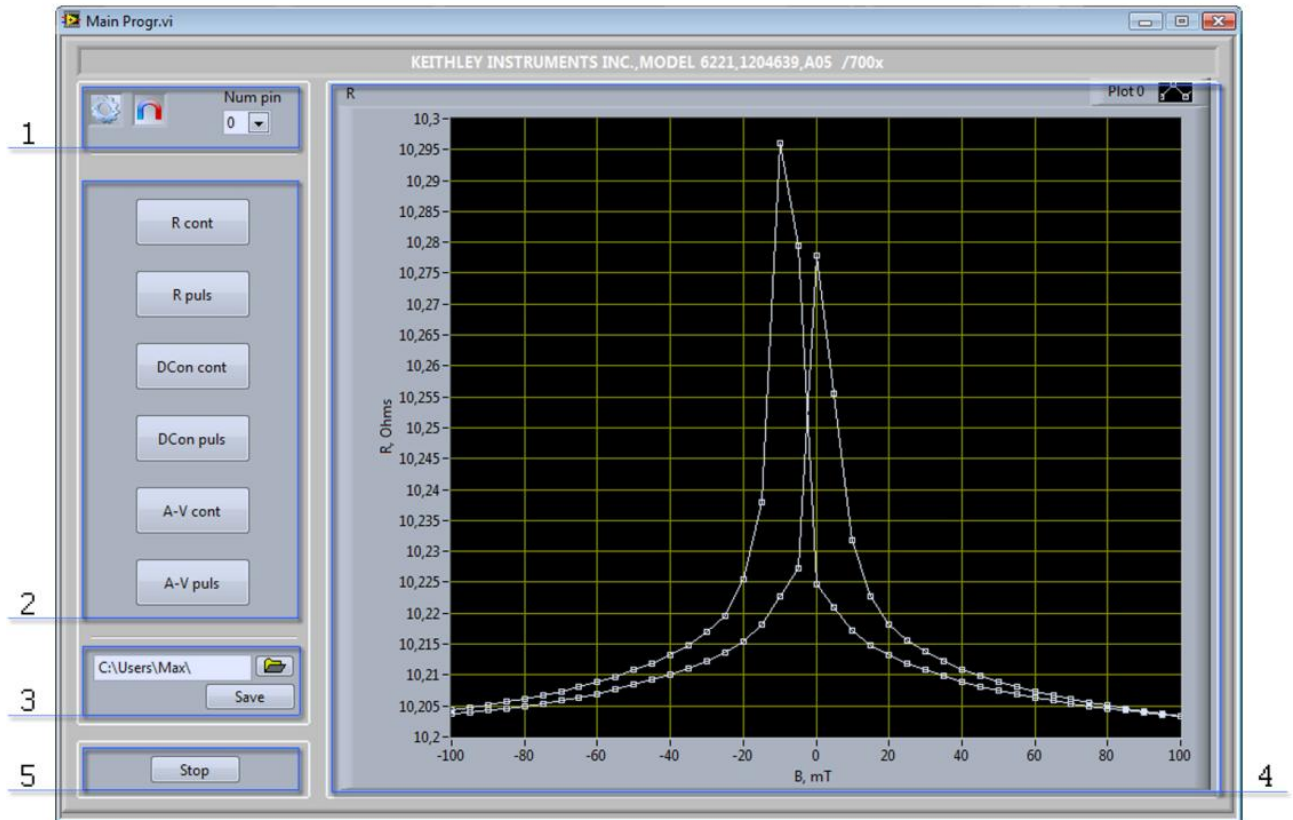


Рис. 2.10. Вікно інтерфейсу користувача розробленого програмного забезпечення у середовищі програмування LabVIEW 8.6.1: 1 – група кнопок для настройки підключення приладів до комп’ютера; 2 – група кнопок вибору виду вимірювання; 3 – збереження результатів; 4 – графік відображення результатів вимірювання; 5 – кнопка зупинки роботи програми

у форматі SCPI (Standard Commands for Programmable Instruments – набір стандартних програм для пристроїв програмування) і подальшого зчитування даних.

Підпрограми режимів вимірювання однотипні і працюють за принципом, описаним вище. Відмінність складає підпрограма для встановлення та контролю значення величини магнітної індукції. В ній реалізовано вимірювання величини магнітного поля, а також управління блоком живлення електромагніту та переключення його полярності у відповідності до вимог вимірювання. Блок-діаграма складається з трьох паралельних циклів. Додатковий третій цикл «While Loop» використовується для неперервного контролю величини магнітної індукції. Передача даних усередині підпрограми реалізована за допомогою функцій повідомника («Notifier Operations»).

2.2.3 Автоматизований комплекс для дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних приладових систем [104, 105, 106,]

У залежності від напрямку дії магнітного поля, виділяють дві основні геометрії прикладання магнітного поля. У випадку, коли напрям ліній магнітного поля лежить у площині плівкової системи, то така геометрія називається паралельною (FIP – field-in-plane), і, навпаки, коли напрям магнітного поля перпендикулярний до зразка, то говорять про перпендикулярну геометрію (FPP – field-perpendicular-to-plane).

Для дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних та наноструктурованих приладових систем на основі НЧ оксидів Fe з СІР геометрією пропускання струму у змінній геометрії магнітного поля було розроблено автоматизований програмно-апаратний комплекс [106], який було впроваджено в лабораторії мікро- та наноелектроніки кафедри прикладної фізики Сумського державного університету, блок-схема якого наведена на рис. 2.13.

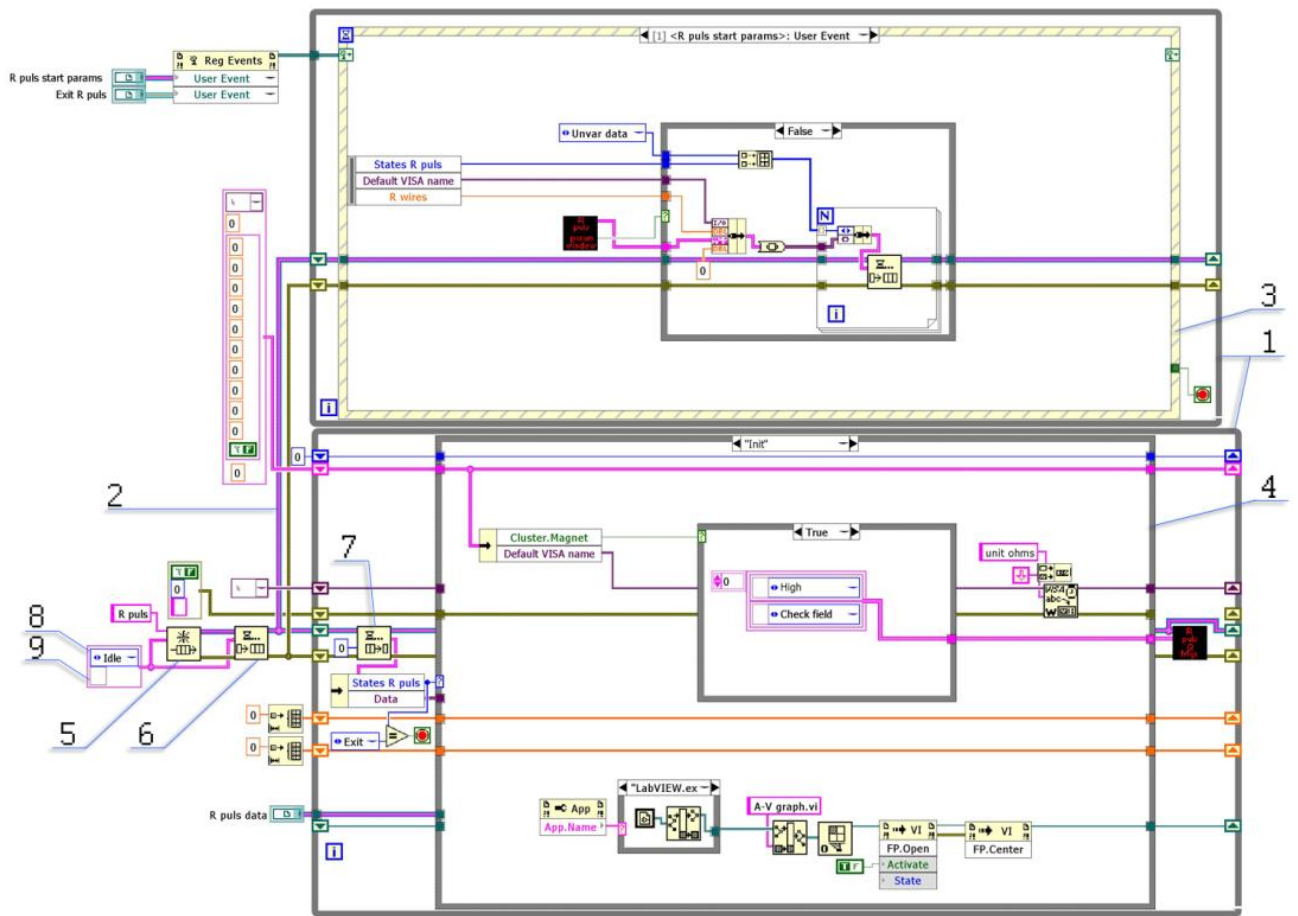


Рис. 2.11. Блок-діаграма службової підпрограми, розробленої за допомогою концепції кінцевого автомата: 1 – паралельні цикли while; 2 – черга; 3 – цикл подій користувача; 4 – структуру вибору; 5 – функція ініціалізації черги; 6 – додавання елемента до черги; 7 – вилучення елемента з черги; 8 – елемент черги у формі Enum Type Definition; 9 – дані типу Variant

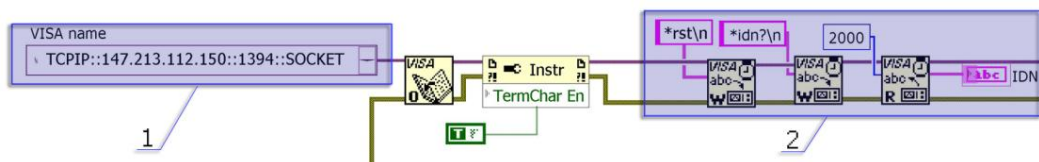


Рис. 2.12. Фрагмент блок-діаграми обміну даними комп'ютера з вимірювальним приладом

У нашому випадку вимірювання МО проводилося при переході від перпендикулярної до поперечної геометрії прикладання магнітного поля. Попереочною можна вважати різновид паралельної геометрії, у якій лінії магнітного поля направлені в площині плівкової системи, але при цьому паралельні до напрямку протікання струму при вимірюванні опору (див. рис. 2.14). Зазначена зміна геометрії реалізовувалась шляхом повороту зразка у просторі між осердям електромагніту на заданий кут.

Автоматизований комплекс складається з електромагніту, уніполярного блока живлення електромагніту Philips PM 2811, мультиметра для вимірювання опору Keithley 2000 Digital, 12-ти бітного АЦП-ЦАП NI USB 6008, системи реле для зміни полярності магнітного поля та модуля повороту зразка. Структурна схема модуля повороту зразка та його управління наведена на рис. 2.13.

Розроблений модуль поміщається між осердям електромагніту (рис. 2.13, поз. 1) і складається з консолі (поз. 4), на якій закріплено тримач контактів (поз. 3), столику для розміщення зразка (поз. 2) та крокового двигуна (поз. 5), що управляється за допомогою DAQ NI USB 6008 (поз. 6).

Контакти виготовлені з золота та мають округлу форму, що мінімізує опір омичного контакту зі зразком та унеможлиблює його пошкодження під час установки у тримач.

На рис. 2.15, а зображено зовнішній вигляд тримача зразка та контакти, які розміщені таким чином (див. рис. 2.15, б), що дозволяє змінювати геометрію протікання струму відносно прикладеного зовнішнього магнітного поля без зміни положення спін-вентиля (у випадку виготовлення квадратного зразка з розміром сторони 10 мм).

Принциповою особливістю розробленого програмно-апаратного комплексу є можливість автоматичного вимірювання зміни магнітоопору в тонкоплівкових приладових системах у різній геометрії вимірювання в тому числі при переході від перпендикулярної (див. рис. 2.14, а) до поперечної

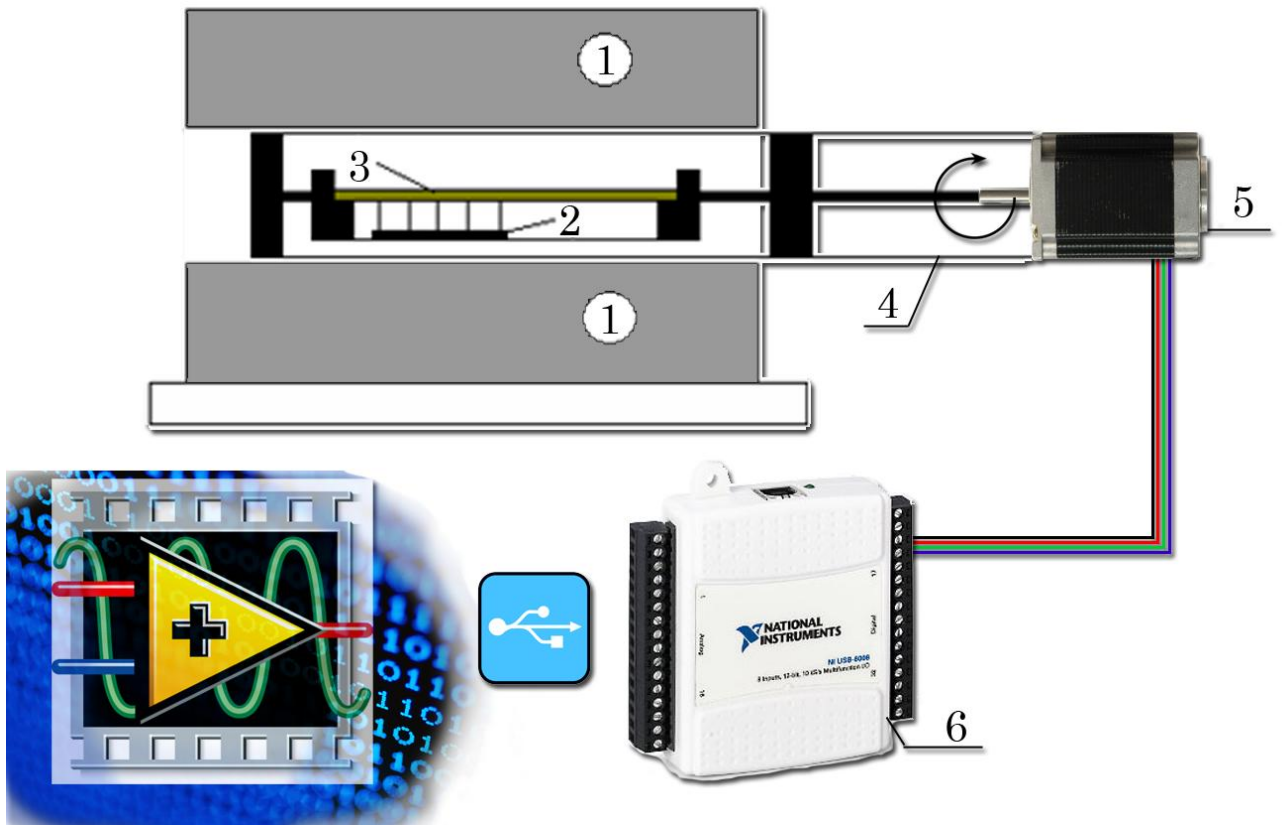


Рис. 2.13. Блок-схема модуля повороту зразка: 1 – осердя електромагніту; 2 – зразок; 3 – тримач контактів; 4 – консоль механізму повороту зразка; 5 – кроковий двигун; 6 – модуль збору даних та управління NI USB 6008

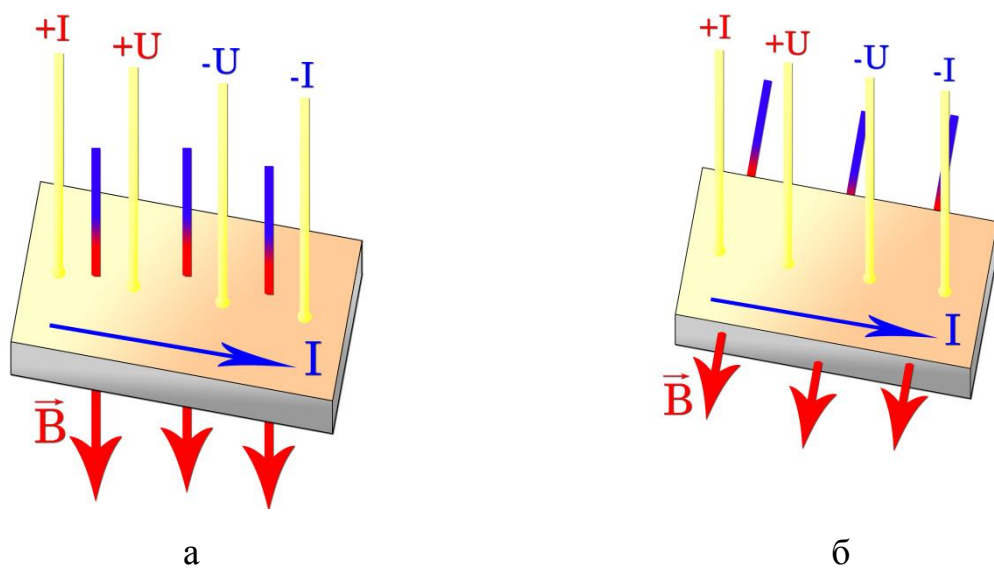


Рис. 2.14. Схема геометрії вимірювання магнітоопору: а – перпендикулярної (FPP); б – поперечної (FIP)

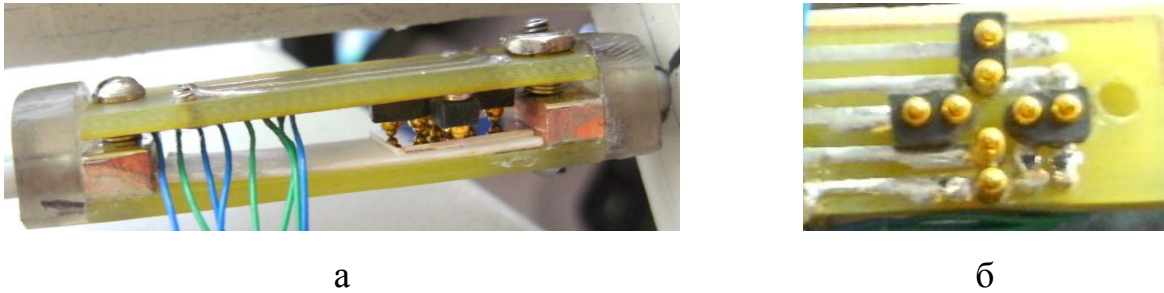


Рис. 2.15. Фотознімок системи тримача контактів розробленої автоматизованої системи зі зразком (а) та зовнішній вигляд та розташування позолочених контактів (б)

(див. рис. 2.14, б) та реалізована можливість повороту зразка під час вимірювання в діапазоні кутів $\pm 180^\circ$.

Кроковий двигун (див. рис. 2.13, поз. 2), дозволяє точного позиціонувати тримач контактів зі зразком у магнітному полі. Механіка реалізована за допомогою алюмінієвого валу, на якому закріплено шестерню, що забезпечує зменшення передачі одиничного кута повороту в 3 рази і відповідає куту повороту в 1° . 8 точкових пружинних позолочених контактів рівномірно розміщені та закріплені на тримачі, який виготовлено із пластини склотекстоліту товщиною 1,5 мм. Для міцного фіксування точкових контактів на двосторонній пластині було використано методику виготовлення печатних плат. У процесі формування шаблону та подальшому травленні були сформовані мідні доріжки шириною 1 мм. Провідники, що з'єднують точкові контакти із системою вимірювання опору відводяться від тримача контактів за допомогою тонких гнучких мідних провідників, що дозволяє без перешкод обертати зразок. Всі елементи модуля виконано з немагнітних матеріалів для виключення впливу магнітного поля на механізм повороту та тримач зразка з контактами. Досліджуваний зразок розміщувався поряд зі стаціонарно встановленим датчиком Холла, що дозволяє зменшити похибку та підвищити точність експериментальних даних.

Дослідження магніторезистивних властивостей здійснювалося у спін-вентильних та наноструктурованих приладових системах на основі НЧ з СІР

геометрією протікання струму. Мультиметр Keithley 2000 має можливість вимірювати електричний опір плівкових зразків за чотириточковою схемою. Така апаратна функція приладу має перевагу, оскільки немає необхідності використовувати додатковий блок живлення для пропускання струму через зразок. Універсальність розміщення контактів та використання мультиметру Keithley 2000 дає можливість проводити вимірювання опору зразка за дво- та чотириточковою схемою, а також напруги Холла за методом ван-дер-Пау [91].

Для більш точного і стабільного керування магнітним полем було вдосконалено систему подачі живлення на обмотки електромагніту шляхом заміни підключення до блоку живлення через лабораторний автотрансформатор [105] на пряме з'єднання з відповідними виходами приладу для живлення електромагнітів. Це дало змогу отримати набагато стабільнішу залежність магнітного поля від прикладеної напруги та струму, оскільки значення останніх встановлюються на виходах блоку живлення програмно і мають високий рівень точності. Для стабільного керування магнітним полем між осердям електромагніту необхідно встановлювати відповідні дискретні значення напруг і струмів. Блок живлення електромагніту Philips PM2811 дозволяє створити таблицю із значень необхідних напруг і струмів і зберегти її у енергонезалежній пам'яті. Для даної автоматизованої системи дослідження магніторезистивних властивостей було створено таблицю, що налічує максимально допустиму кількість значень, яку може зберегти прилад (999 елементів). Блок живлення працює у режимі стабілізації напруги, дискретність зміни якої становить 0,05В. Значення розподілені від 0 до максимального (що відповідає індукції створеного магнітного поля між осердям електромагніту 450 мТл) в регістрах 1-500 і від максимального до 0 у регістрах 501-999. Управління блоком живлення здійснюється за допомогою імпульсів, які подаються на тригерні входи з цифрових виходів NI USB 6008. Тригер складається із трьох SMB входів «START», «STEP» та «READY», призначення яких полягає у ввімкненні функції тригерного керування, здійсненні наступного кроку та передачі сигналу про успішне завершення

попереднього кроку відповідно. Блок живлення при управлінні через тригерні входи працює у синхронному режимі. Для того щоб розпочати автоматичне керування приладом необхідно встановити постійний низький рівень сигналу (логічний «0») на вході тригера «START» та через необхідні проміжки часу встановлювати високий рівень сигналу (логічна «1») на вході тригера «STEP».

У розробленому автоматизованому комплексі зміна полярності відбувається з використанням 2-х ступінчатої системи електромеханічних реле, переключення яких відбувається шляхом подачі цифрового імпульсу з NI-USB 6008 на першу ступінь реле, що комутує нульовий сигнал живлення величиною 12 В для комутації реле другої ступені.

Автоматизований комплекс управляється за допомогою програмного забезпечення, розробленого у середовищі графічного програмування LabVIEW 2010 SP1. Вікно інтерфейсу користувача розробленої програми наведено на рис. А.1. У ході роботи результат вимірювання відображається на графіку (рис. А.1, поз. 1). Група кнопок (поз. 2) використовується для повороту зразка на необхідний кут. Кнопка (поз. 3) дозволяє визвати підпрограму для початкової настройки приладів Keithley 2000 Digital та DAQ-mx NI USB 6008, встановлення необхідних кутів повороту у процесі вимірювання, кількості циклів та швидкості вимірювання. Кнопка (поз. 4) починає процес вимірювання магнітоопору. Група індикаторів (поз. 5 та 7) інформує про величину індукції магнітного поля, статус операції, кут повороту зразка та полярність магнітного поля. Група кнопок (поз. 6) дозволяє проводити обробку результатів вимірювання.

Архітектурно розроблена програма реалізована з використанням шаблону кінцевого автомату станів на базі черги. Важливою перевагою використаного підходу є паралельне виконання циклів (рис. А.2) відслідковування стану елементів управління, обробки інформації отриманої у ході виконання функцій, а також збору та обробки даних із вимірювальних приладів. Таким чином створюється незалежність інтерфейсу користувача від

програмного коду [101, 104]. Розроблене програмне забезпечення має чотири паралельних цикли (рис. А.2, поз. 1-4), перші два з яких призначені для відслідковування та обробки даних пов'язаних з інтерфейсом користувача. Третій та четвертий цикли призначені для автоматичного керування, збору експериментальних даних із вимірювальних приладів та їх обробки. Після запуску програмного забезпечення відбувається автоматичне створення трьох незалежних черг (поз. 5-7), кожна з яких є посиланням на певну область оперативної пам'яті. Черги призначені для обміну інформацією між двома або більше паралельними циклами. Перший цикл має структуру подій («Event Structure») для безперервного відслідковування подій, пов'язаних з елементами управління вікна інтерфейсу користувача. Другий цикл забезпечує обробку даних, що передаються від циклу обробки подій. Для забезпечення швидкої обробки отриманих даних і надання можливості створення гнучких програмних алгоритмів, цикл містить вкладену структуру вибору («Case Structure»). Весь програмний код розділено на частини, кожна з яких розміщена в окремому стані структури вибору та відповідає за певну функцію або складову дію одного з алгоритмів. Усі типи даних, що використовуються в програмі визначені в оловному кластері у вигляді констант та передаються між станами «Case Structure» за допомогою зсувних регістрів («Shift Registers»). Для переведення структури вибору у потрібний стан в чергу записується кластер, що містить назву стану з типом даних «Enum Type Definition» та дані у виді універсального типу даних «variant».

Функціонування третього та четвертого паралельних циклів аналогічне за своєю структурою до циклу структури вибору. Відмінністю є лише те, що після натискання на кнопку «Початок вимірювань», третій та четвертий цикли переходять у режим постійного зчитування даних із мультиметра Keithley 2000 і 12-бітного АЦП-ЦАП NI-USB 6008 та керування тригером блоку живлення Philips PM2811 відповідно. Збереження даних відбувається після завершення

повного циклу зміни величини індукції магнітного поля. Повний цикл складається із 999 значень, які були попередньо занесені до пам'яті блоку живлення Philips PM2811 та зміни полярності магнітного поля у момент досягнення нульового значення магнітного поля.

Збір даних із мультиметра Keithley 2000 здійснюється за допомогою спеціальної бібліотеки управління даним приладом, яка була завантажена з ресурсу [108].

Для задавання необхідних параметрів у програмному забезпеченні реалізовано функціонування додаткового вікна параметрів. Для реалізації передачі інформації використовуються динамічні події «User Events» (див. рис. А.2, поз. 8). Як і у випадку з чергою, всі динамічні події створюються та реєструються на початку роботи програми. Тип даних створеної динамічної події вказується під час написання коду в залежності від типу даних, яким повинні обмінюватися підпрограми з головною програмою. Початкова ініціалізація та управління кожним вікном відбувається за допомогою функцій та методів VI Server LabVIEW.

2.2.4 Автоматизованих комплекс для дослідження оптичних властивостей спін-вентильних систем [109]

Для реалізації дослідження оптичних параметрів, аналізу індивідуальності шарів або проходження дифузійних процесів та твердофазних реакцій нами було розроблено нуль-еліпсометр, що був впроваджений у лабораторії мультишарів та наноструктур Інституту фізики Словацької Академії наук. Блок-схема оптичних елементів та хід променів наведено на рис. 2.16, а зовнішній вигляд приладу на рис. 2.17. Нуль-еліпсометр дозволяє проводити вимірювання кутів поляризації для спін-вентильних систем товщиною до 50 нм. Головні вузли приладу були побудовані з використанням продукція компанії THORLABS: оптичні елементи (аналізатор, поляризатор, компенсатор) з можливістю програмного

регулювання за допомогою крокових двигунів, діафрагми, He-Ne лазер з довжиною хвилі $\lambda=632,8$ нм та профілі для конструкції плечей з незмінним кутом 70° падіння і відбивання від зразка лазерного променя. Розроблений нуль-еліпсометр встановлений на оптичному столі з віброзахисними елементами для запобігання дії вібрації на вимірювальну оптичну систему.

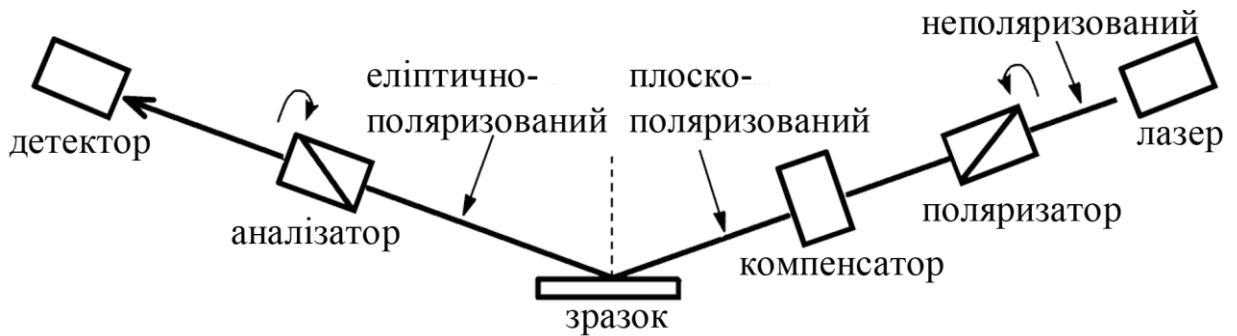


Рис. 2.16 Блок-схема оптичних елементів та хід променів

При розробці програмно-апаратного комплексу нуль-еліпсометра була використана класична схема, яка базується на автоматичному обертанні поляризатора та аналізатора [110] та складається з модульованого джерела світла з фокусуючою оптикою, поляризатора, компенсатора, аналізатора, діафрагм та детектора (фотоелектронного помножувача), сигнал з якого поступає на підсилювач (Lock-in amplifier), де після обробки зчитується програмним забезпеченням на ПК через інтерфейс GPIB. На рис. 2.18 показано зовнішній вигляд розробленої програми в режимі пошуку експериментальних значень Δ та Ψ за чотирма зонами. У такому режимі роботи нуль-еліпсометра компенсатор фіксується на рівні $1/4$ довжини хвилі $\delta=90^\circ$ з відхиленням $\pm 45^\circ$. Завдяки ітераційній циклічній зміні кута регулювання поляризатора (при фіксованому значенні кута компенсатора й аналізатора) та при ітераційній зміні кута регулювання аналізатора (при фіксованому значенні кута компенсатора і поляризатора) вдається отримати пари значень кутів поляризатора й аналізатора, при яких лінійно поляризоване світло може бути



Рис. 2.17 Зовнішній вигляд розробленого нуль-еліпсометра

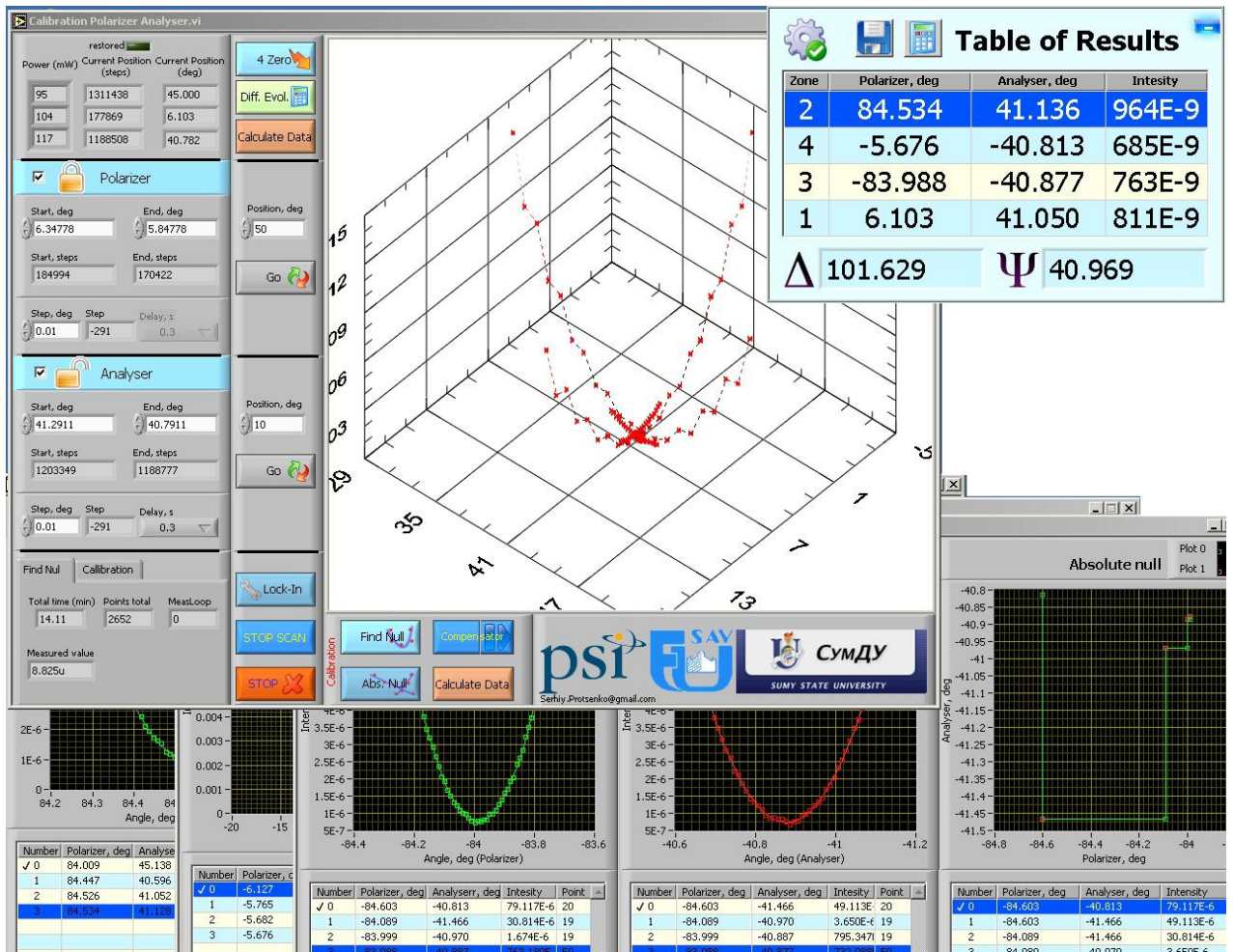


Рис. 2.18. Зовнішній вигляд інтерфейсу користувача розробленого програмного забезпечення для управління нуль-еліпсометром в режимі пошуку значень Δ та Ψ за чотирима зонами

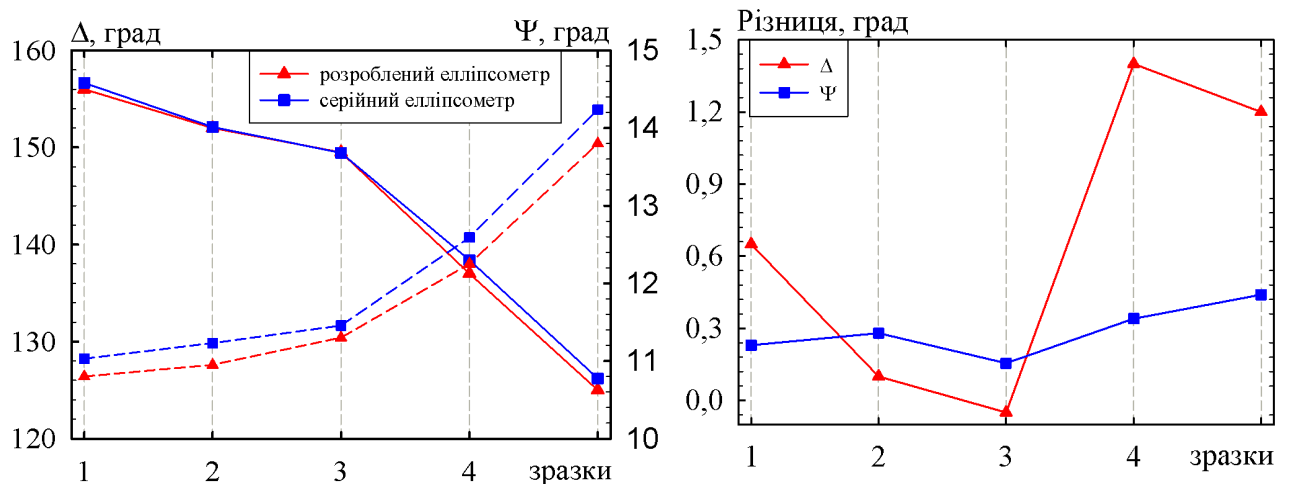


Рис.2.19. Порівняльні експериментальні результати значень параметрів Δ и Ψ для системи SiO_2/Si для розробленого та серійного еліпсометрів

повністю погашене. В результаті значення кутів поляризатора й аналізатора, при яких спостерігається практично нульовий сигнал на детекторі рівні еліпсометричним кутам Ψ та Δ . Для підвищення точності отриманих результатів значення Ψ та Δ усереднювалися шляхом проведення пошуку нульового сигналу в так званих чотирьох зонах при зміні кутів поляризатора й аналізатора від 0 до 90° (при двох значеннях кута компенсатора $\pm 45^\circ$) та зміні кутів поляризатора й аналізатора від 0 до -90° (при двох значеннях кута компенсатора $\pm 45^\circ$).

Програмне забезпечення для управління всіма підсистемами нуль-еліпсометра було реалізоване за допомогою середовища розробки програмного забезпечення LabVIEW 8.5, використання саме програмного, а не апаратного підходу дозволило гнучко змінювати моделі роботи приладу та застосовувати різні схеми керування в залежності від типу досліджуваних зразків.

На рис. 2.19 наведені порівняльні експериментальні результати значень параметрів Δ и Ψ для системи SiO_2/Si отриманих на розробленому нуль-еліпсометрі та на серійному приладі Технічного університету в м.Братиславі (Словаччина). Як видно з рисунку співпадання можна вважати припустимим, а незначні розходження можуть бути пояснені нерівномірністю оксиду по поверхні підкладки та різними умовами вимірювання.

2.2.5 Методика дослідження магніто-оптичних властивостей

Однією із методик вивчення магнітних властивостей багат шарових плівкових систем є дослідження магніто-оптичного ефекту Кера, який полягає у зміні поляризації світла, відбитого від поверхні зразка, при внесенні його у магнітне поле. Даний ефект широко застосовується для вивчення електронної та доменної структури магнітних матеріалів, а також він покладений за основу при створенні магнітних мікроскопів для вивчення магнітної топології поверхні.

Для дослідження магніто-оптичних властивостей наноструктурованих приладових систем нами була використана автоматизована установка для вимірювання магніто-оптичного ефекту Керра, зовнішній вигляд якої наведений на рис. 2.20. Вимірювальний комплекс був розроблений співробітниками лабораторії мультишарів та наноструктур Інституту фізики Словацької академії наук [111].

На рис. 2.21 схематично показана конструкція та розміщення основних оптичних елементів вимірювальної системи. Джерелом світла є He-Ne лазер з довжиною хвилі 632,8 нм та потужністю 7 мВт. Лазерний промінь діаметром 0,81 мм збільшується до діаметру 5 мм за допомогою телескопу T та лінійно поляризується поляризатором P (див. рис. 2.21). Дільник променя BS розділяє промінь на дві компоненти: сигнальний, який фокусується на зразку S асферичною лінзою FL1, та еталонний, що направляється дзеркалом M через фокусуючу лінзу RFL на еталонний вхід збалансованого диференційного детектора. Після відбиття від зразка сигнальний промінь проходить через лінзу LF2 аналізатор A та попадає на сигнальний вхід детектора. Рухоме дзеркало RM використовується для направлення променя на CCD-камеру. Магнітне поле створюється електромагнітом EM за допомогою біполярного блока живлення та контролюється датчиком Хола H. П'єзо столик використовується для переміщення зразка при виборі необхідної області для вимірювання.

2.3 Методика дослідження морфології наноструктурованих поверхонь

Для досягнення найкращих характеристик плівкових та наноструктурованих приладових структур необхідно звести до мінімуму різницю між інтерфейсами компонент спін-вентильної системи. Для оцінки шорсткості поверхоні, її топології та в окремих випадках фазового складу широко застосовується атомно-силова мікроскопія (АСМ). Нами був використаний атомно-силовий мікроскоп Dimention Edge компанії Bruker [112]

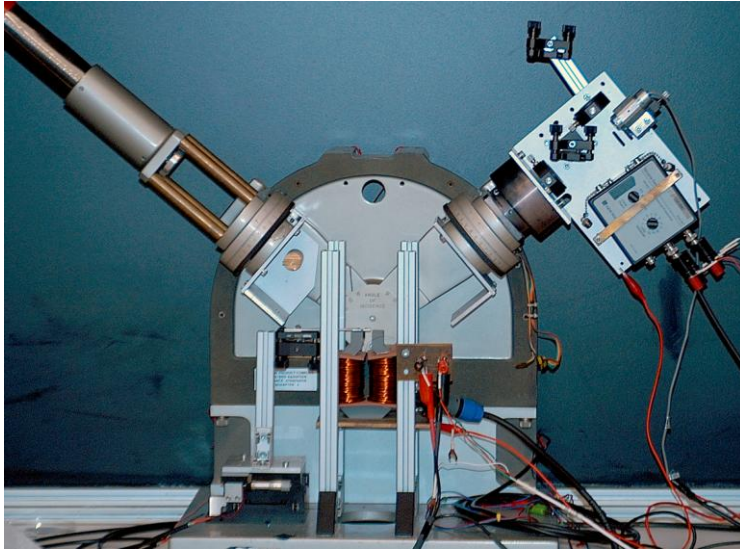


Рис. 2.20 Зовнішній вигляд вітоматизованої установки для вимірювання магніто-оптичного ефекту Кера

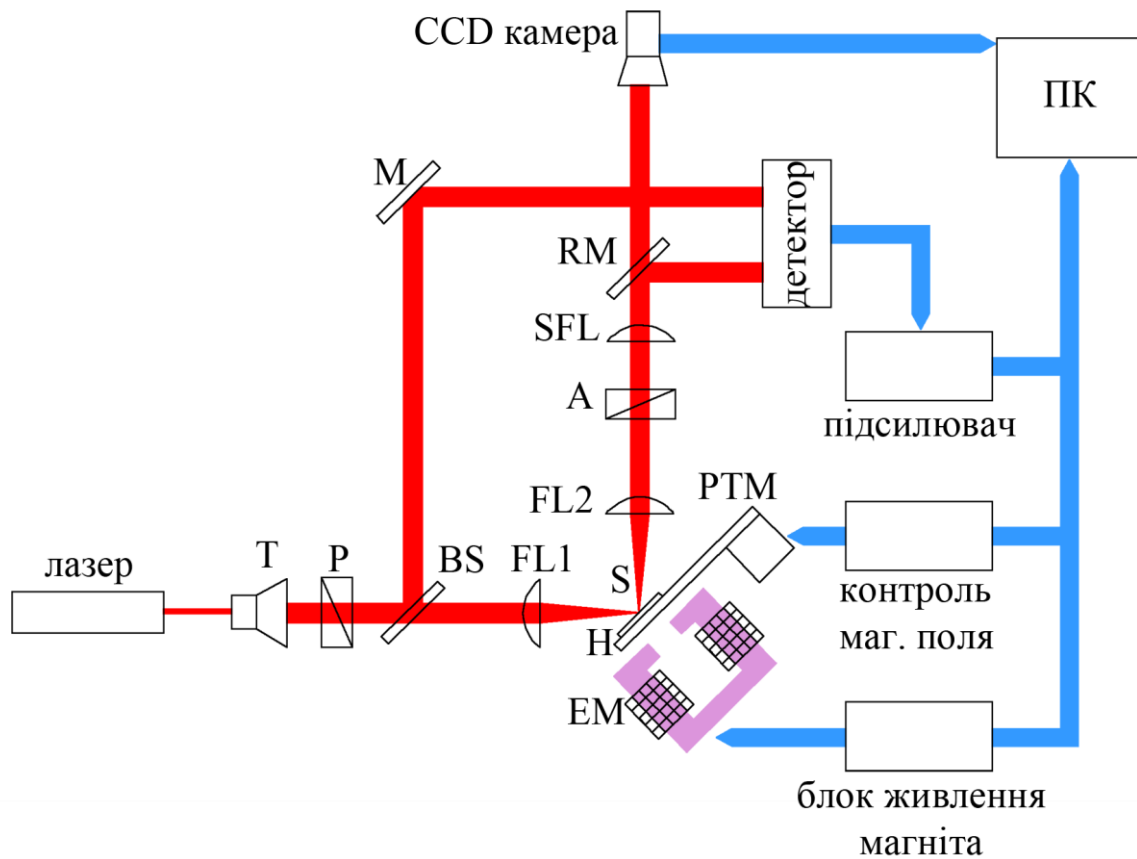


Рис. 2.21 Схематична конструкція та розміщення оптичних елементів автоматизованої установки для вимірювання магніто-оптичного ефекту Кера [111]: Т – телескоп; Р – поляризатор; М – дзеркало; BS – дільник променя; RM – рухоме дзеркало; А – аналізатор; SFL, FL1 та FL2 – фокусуєчі лінзи; S – зразок; Н – датчик Хола; EM – електромагніт; PTM – п'єзо столик

(рис. 2.22 а), що знаходиться в Інституті фізики Словацької академії наук, м. Братислава.

Схематична конструкція скануючого модулю та тримача зонду наведено на рис. 2.22 б, в. З використанням модулю АСМ прилад працює у двох режимах: контактному та напівконтактному (тепінг). Контактний режим дає кращу роздільну здатність, але при дослідженні наноструктурованих поверхонь на основі наночастинок спостерігаються спотворення зображення. У зв'язку з цим вимірювання топології наноструктурованих систем проводилося у напівконтактному режимі, що дозволило виключити вплив скануючого зонду на поверхню зразка та її видозміну у процесі руху голки по поверхні зразка. Область сканування складала 2×2 мкм з кількістю ліній/точок на лінії 512.

Дослідження морфології поверхні проводилося на прикладі наноструктурованих систем $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{FeO}(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ та $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{Fe}_3\text{O}_4(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ після відпалювання. У результаті були отримані зображення топології поверхні зразка, наведені на рис. 2.23, з яких видно, що після відпалювання топологія поверхні має розгалужений рельєф, що можна пояснити укрупненням наночастинок у ході термообробки. Поряд з цим, на АСМ-зображенні можна виділити окремі наночастинок. Система $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{FeO}(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ у порівнянні із $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{Fe}_3\text{O}_4(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ має меншу шорсткість, яка у першу чергу визначається розміром наночастинок.

2.4 Методика проведення термообробки спін-вентильних систем та масивів наночастинок

Для дослідження особливостей проходження дифузійних процесів твердофазних реакцій, а також впливу температурної обробки на оптичні та магніторезистивні властивості проводилося відпалювання у вакуумі.

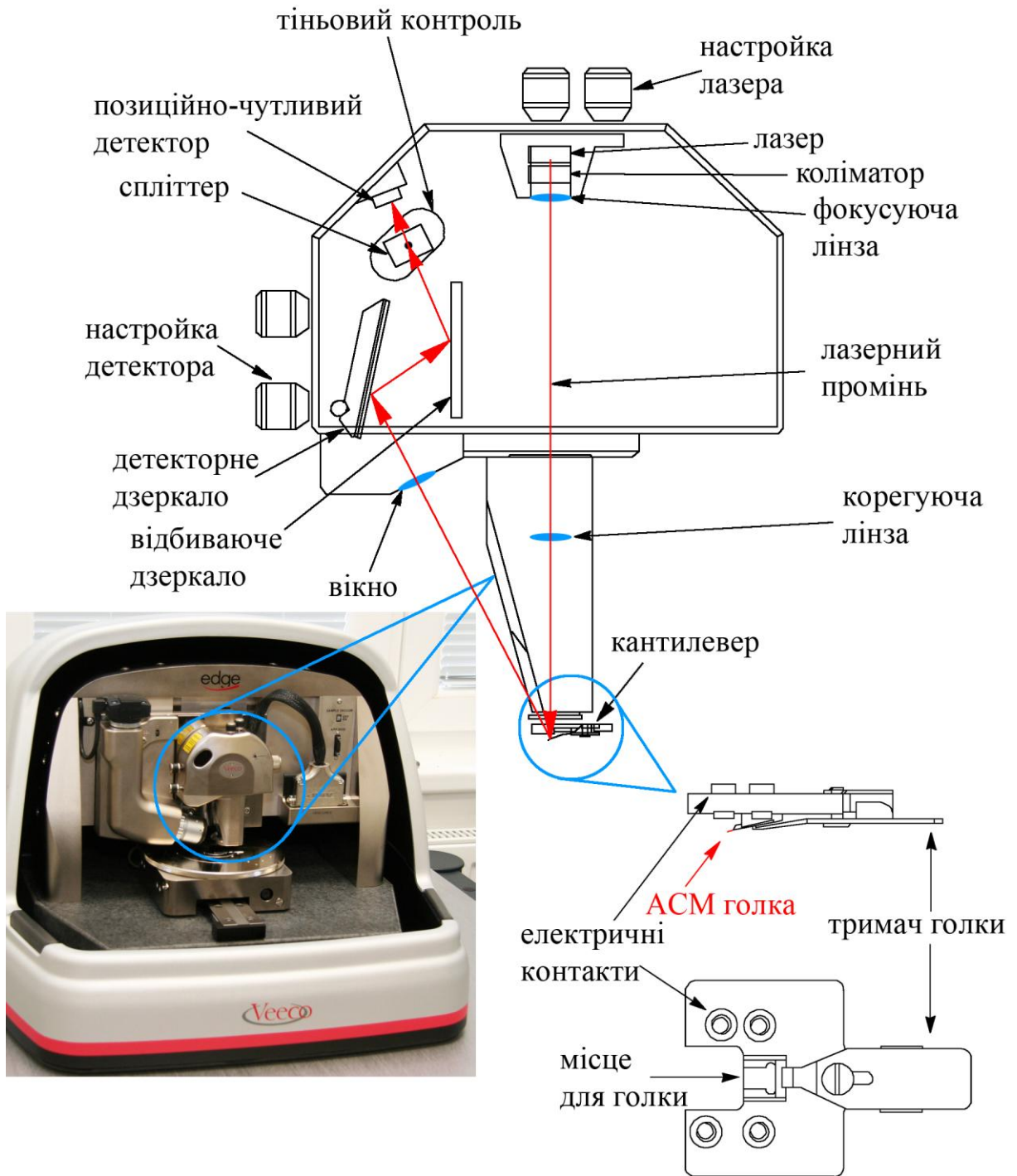


Рис. 2.22. Зовнішній вигляд (а), схематична конструкція скануючого модулю (б) та тримача зонду (в) атомно-силового мікроскопу Dimention Edge

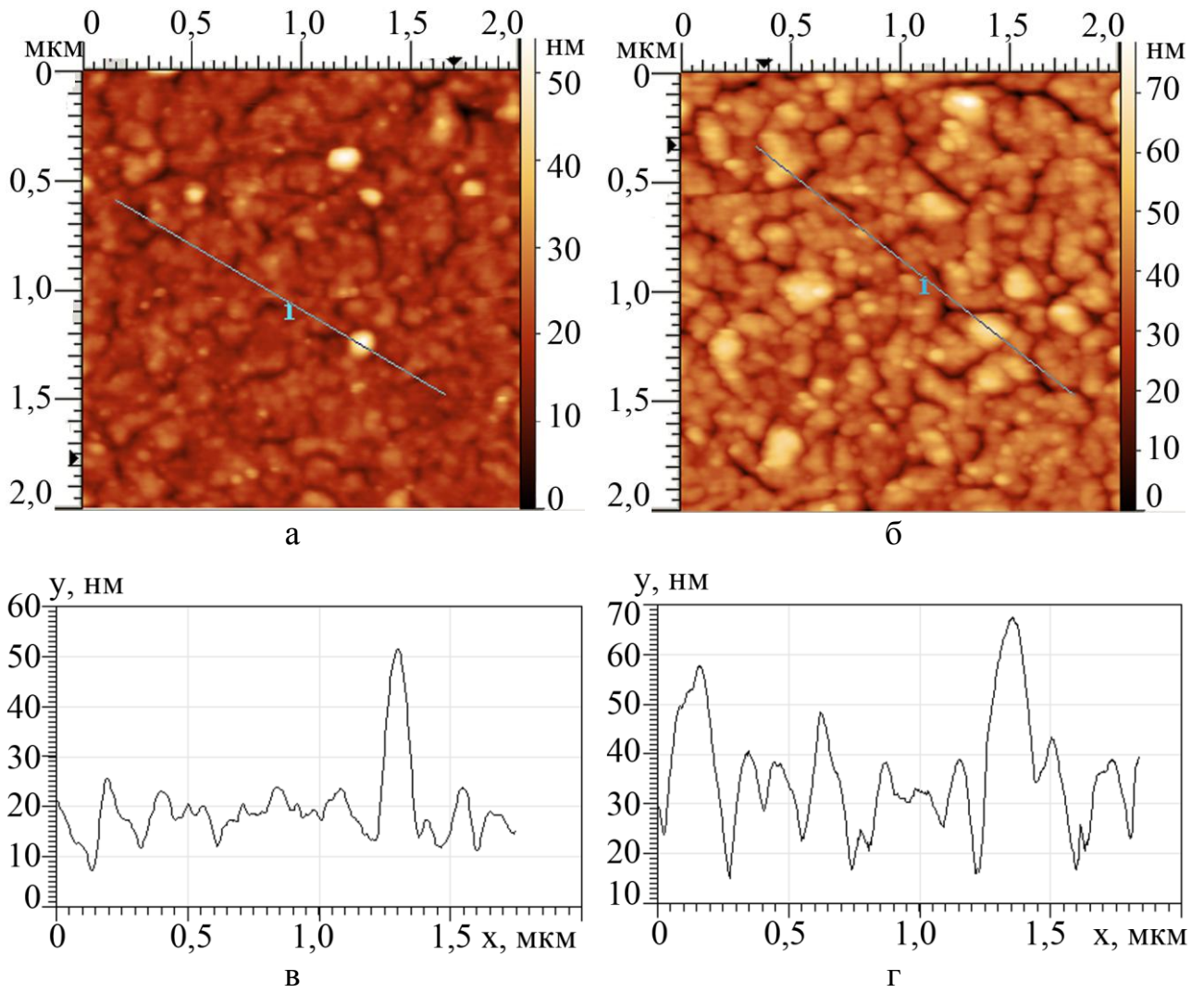


Рис. 2.23. Топологія поверхні та переріз по лінії 1 наноструктурованих систем після відпалювання до 900 К $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{FeO}(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ (а, в) та $\text{Au}(2 \text{ нм})/\text{Cu}(20 \text{ нм})/\text{Fe}_3\text{O}_4(\text{НЧ})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ (б, г)

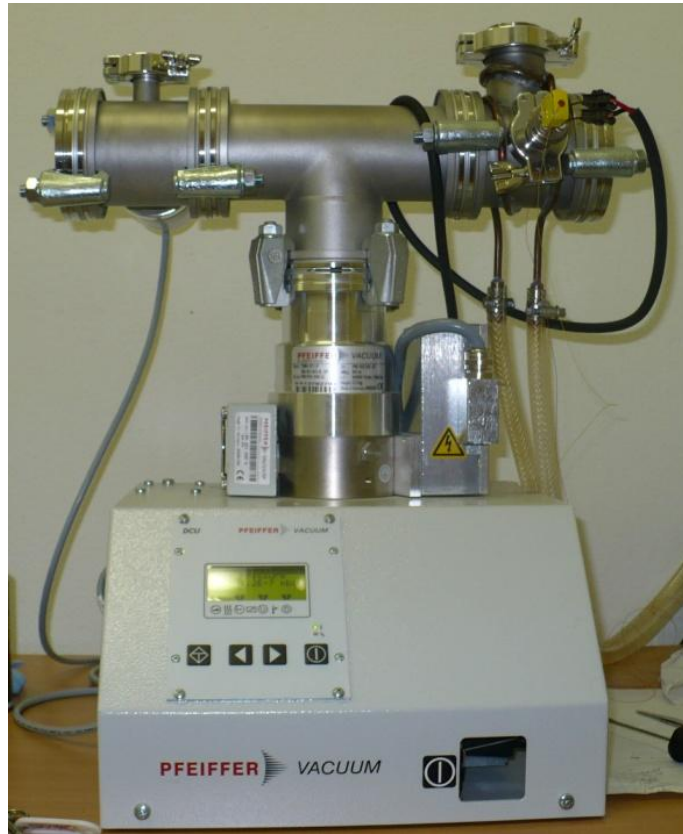


Рис. 2.24. Високовакумна камера Pfeiffer Vacuum на основі турбомолекулярного насоса

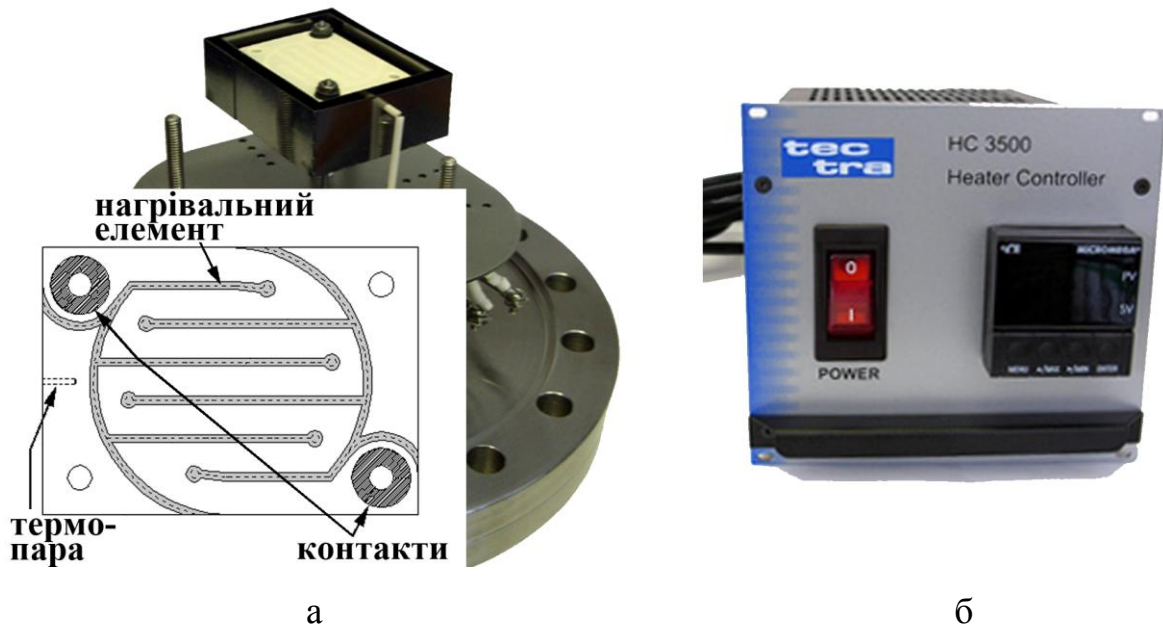


Рис. 2.25. Елементи системи відпалювання зразків: керамічний нагрівальний елемент (а) та контролер нагрівання/охолодження з ПІД-регулятором (б)

Термообробка зразків приладових спін-вентилів для дослідження їх оптичних та магніторезистивних властивостей проводилась у вакуумній камері Pfeiffer (рис. 2.24) при тиску залишкової атмосфери 10^{-7} Па. Для рівномірного нагрівання була використана система з керамічним нагрівальним елементом Testra HTR1001 (рис. 2.25, а) та контролером з пропорційно-інтегрально-диференціальним (ПІД) регулятором Testra HC3500 (рис. 2.25, б) [113].

Відпалювання зразків наноструктурованих приладових систем на основі НЧ оксидів Fe та зразків впорядкованих масивів НЧ проводились у вакуумній камері установки ВУП-5М при тиску залишкових газів 10^{-4} Па з використанням автоматизованої системи відпалювання, методика роботи якої детально описана у роботі [114] У якості нагрівача використовувався стандартний нагрівальний елемент, що входить до складу установки ВУП-5М.

В обох випадках процес нагрівання та охолодження проводились з постійною швидкістю 4-5 К/хв, що забезпечувало рівномірність проходження процесів дифузії та фазових перетворень.

Висновки до розділу 2

1. Для проведення комплексних досліджень магніторезистивних, оптичних та магнітооптичних властивостей, особливостей структурно-фазового стану, протікання дифузійних процесів та твердофазних реакцій у спін-вентильних та наноструктурованих приладових структурах на основі Co, Fe, Cr, Cu та наночастинок оксидів Fe необхідно використовувати наступні методи:
 - просвічуюча електронна мікроскопія;
 - електронографія;
 - атомно-силова мікроскопія;
 - нуль-еліпсометрія;
 - метод прямого вимірювання опору.

2. Використовуючи методику формування впорядкованих масивів НЧ з розчину, було проаналізовано вплив концентрації на отримання моношару 2-вимірного ансамблю НЧ оксидів Fe та досліджено особливості їх структурно-фазового стану у залежності від температури термообробки.
3. Виходячи з особливостей експериментальних досліджень, особливу увагу було приділено точності вимірювання, у зв'язку з чим було розроблено серію автоматизованих програмно-апаратних комплексів для дослідження оптичних (нуль-еліпсометр), магніторезистивних властивостей (вимірювання МО та аналіз впливу геометрії вимірювання на магнітні властивості), які спростили процес отримання експериментальних даних та дозволили проаналізувати зміни, що відбувалися у спін-вентильних та наноструктурованих приладових системах.

РОЗДІЛ 3

ДИFUЗІЙНІ ПРОЦЕСИ ТА ОПТИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ У СПІН-ВЕНТИЛЬНИХ ПРИЛАДОВИХ СИСТЕМАХ НА ОСНОВІ СО, FE, CR ТА CU

Як правило, для вивчення фазового стану, дифузійних процесів, характеру межі поділу та прецизійного визначення товщини окремих шарів багатошарових плівкових систем, широко застосовують методи рентгенівської рефлектометрії та дифракції [115-117], в яких також використовуються ГА при аналізі експериментальних даних. Але дослідження спін-вентильних систем на основі Со/Cu методом рентгенівської рефлектометрії призводить до великих похибок у знаходженні товщини шарів та величини шорсткості меж поділу у зв'язку з тим, що густини Со і Cu близькі за величиною. Нуль-елісометрія у нашому випадку представляє собою додатковий експериментальний метод при дослідженні тонких шарів Со та Cu, оскільки їх оптичні константи різні у видимому діапазоні. Результати досліджень оптичних властивостей та визначення оптичних констант кожного шару плівкової системи на прикладі плівок Со та Ag представлені у роботах [118, 119]

3.1 Розробка методики розв'язування оберненої задачі еліпсометрії з використанням генетичного алгоритму

При вивченні магніторезистивних властивостей спін-вентильних систем дуже важливим є питання розуміння структурно-фазового стану та процесів, які протікають при конденсації та термообробці. Одним із досить точних та неруйнівних методів, який дозволяє оцінити структурно-фазові перетворення, є метод еліпсометрії.

Еліпсометрія – це метод вивчення поверхні твердих тіл на основі даних стану поляризації світлового пучка, відбитого від поверхні та заломленого у ній. Падаюче на поверхню плоскополяризоване світло набуває при відбитті та

заломлені еліптичну поляризацію через утворення перехідного шару на межі поділу середовищ. Залежність між оптичними постійними шару та параметрами еліптично-поляризованого світла встановлюється на основі співвідношень Френеля. Вимірюваною величиною є головний азимут Ψ і різниця фаз Δ при відомому куті падіння θ . Основне рівняння еліпсометрії дозволяє за відомим експериментальним значенням Ψ та Δ знайти товщину та показник заломлення плівки досліджуваної системи. Метод нуль-еліпсометрії часто використовується для вивчення оптичних властивостей багатошарових плівкових систем [120], результатом таких досліджень, як зазначено вище, є тільки два значення – Ψ і Δ , на основі яких, розв'язуючи обернену задачу еліпсометрії, здійснюється спроба знайти велику кількість параметрів, що характеризують багатошарову плівкову структуру (кожен шар характеризують три параметри: товщина d та показники заломлення плівки $n+ik$). У зв'язку з тим, що при розв'язуванні оберненої задачі еліпсометрії, може існувати велика кількість розв'язків для пошуку найбільш імовірних та фізичних найкраще використовувати генетичний алгоритм.

Генетичний алгоритм (ГА) – це адаптивний метод пошуку, якій останнім часом широко використовується для розв'язування задач оптимізації. Основні принципи ГА були сформульовані Дж. Холандом у 1975р. і добре описані у багатьох роботах. Методика розрахунку за цим алгоритмом заснована на принципах природного відбору, тому можливий «розвиток» розв'язку реальної задачі. ГА працює з сукупністю «особин» – популяцією, кожна з яких є можливим розв'язком задачі. Особина оцінюється мірою «пристосованості» згідно того, наскільки добре відповідний їй розв'язок задачі. Найбільш пристосовані отримують можливість «відтворити» потомство. Це призводить до появи нових особин, які мають характеристики, ідентичні «батьківським». Найменш пристосовані особини з меншою ймовірністю зможуть відтворювати потомство, тому їх властивості поступово зникають із популяції у процесі «еволюції». Так з'являється нова популяція допустимих розв'язків. Таким чином, з покоління в покоління найкращі

характеристики розповсюджуються по всій популяції. Використання пристосованих особин призводить до того, що досліджуються найбільш перспективні ділянки діапазону пошуку. Тому популяція буде сходитися до оптимального розв'язку задачі. Робота ГА являє собою ітераційний процес, який продовжується до тих пір, поки не виповниться задане число поколінь (ітерацій) або не виконається інша умова зупинки. На кожному поколінні алгоритму реалізується відбір пропорційної пристосованості, кроссовер і мутація.

Основні правила і методи роботи генетичних алгоритмів викладені в роботі [121]. Такий важливий фактор, як пристосованість та його вплив на розв'язок задачі, описаний у роботі [122]. Реалізувати ГА можна за допомогою таких мов програмування, як C, C++, LabVIEW, Java, Matlab та ін. Основні правила та поради по використанню ГА, а також по їх реалізації на програмному забезпеченні, наведені у роботах [123-126].

Для отримання оптичних характеристик систем, що досліджувалися, оцінки ступеню збереження індивідуальності окремих шарів спін-вентильних систем та точного визначення товщини магнітних та немагнітних шарів ми проводили розв'язування зворотної задачі еліпсометрії – знаходження показника заломлення та товщини шарів. Іноді розв'язування цієї задачі проводять методом крокової мінімізації функціоналу [127, 128], який побудований з використанням строгого рівняння еліпсометрії. Проте цей метод має деякі математичні ускладнення: вибір нульового наближення, фільтрація хибних мінімумів функціоналу, вибір критерію зупинки при наближенні до абсолютного мінімуму. У роботі [129] пропонується більш ефективний метод чисельного розв'язку зворотної задачі еліпсометрії, який базується на техніці контурного інтегрування. Проте, у цьому випадку рівняння для еліпсометричної функції має наближений характер, тому з'являються додаткові систематичні похибки. Зазначені вище математичні ускладнення може вирішити ГА. Так, у роботах [130, 131] описуються його переваги перед градієнтним методом, оскільки ГА може знайти глобальний

мінімум і вийти із локального (рис. 3 [130] і рис. 2 [131]). У роботі [130] визначалася товщина наношарів метал-оксид-напівпровідник методом еліпсометрії. Для отримання результатів використовувався комбінований генетичний алгоритм (КГА), де за допомогою ГА проводилась підготовка даних, які потім використовувалися LM-алгоритмом (градієнтний метод Левенберга-Маквардта). Цей алгоритм зупиняється після заданої кількості генерацій. Перша генерація (необхідна кількість генів) створюється випадковим чином. Далі проходять вибрані модифікації (мутації). Коли з'являється останній ген, дані поступають до LM-алгоритму, де проходить оптимізація. Після останнього кроку LM-алгоритму розраховується середньоквадратична похибка (MSE) і порівнюється з заданою. Якщо отримана величина менша, ніж задана, то набір замінюється на новий. Так проходить процес відбору кращих даних. Все повторюється до тих пір, поки не буде досягнута необхідна кількість достовірних значень у заданому наборі. Головні параметри КГА – це ймовірність мутації, кількість генів у наборі, кількість генерацій, кількість кроків LM-алгоритму протягом першої генерації та протягом всієї еволюції. Цей метод менш чутливий до локальних мінімумів ніж градієнтний та дозволяє знаходити коректні розв'язки. Таким чином, ГА знаходить розв'язки там, де не зміг знайти градієнтний LM-алгоритм (табл. 1 [130]). Тому, можливе використання «простого» генетичного алгоритму. Якість його роботи залежить від декількох параметрів. Так, у роботі [132] були дослідженні шість ГА з різними механізмами селекції, кроссовером та коефіцієнтом мутації і визначено найбільш ефективну комбінацію цих параметрів для поставленої задачі.

3.2 Розробка програмного забезпечення з використанням генетичного алгоритму [123, 133]

Використовуючи ГА було розроблене програмне забезпечення [123] для знаходження показника заломлення та товщини шарів у багатошарових

плівкових спін-вентильних структурах Au/Co/Cu/Co/SiO₂/Si. Для розрахунку та аналізу оптичних параметрів були модифіковані і використані програмні бібліотеки ГА, що були вільно завантажені з офіційного сайту Інтернаціонального інституту комп'ютерних наук в Берклі, Каліфорнія [123].

Програмне забезпечення для розрахунку розроблялося в середовищі графічного програмування компанії National Instruments LabVIEW 8.5. Мова програмування LabVIEW за своєю суттю графічна і підтримує концепцію потоку даних (dataflow). Всі програмні конструкції в LabVIEW такі як цикли, структури «Event», «Case», масиви, кластери та ін. реалізуються у вигляді графічних піктограм. Зв'язок між елементами реалізується за допомогою провідників, по яким переміщуються дані згідно концепції, що покладена за основу роботи середовища розробки програмного забезпечення – команди виконуються тільки тоді, коли отримані усі вхідні данні. Графічний підхід до програмування в останні роки набув великого поширення, особливо серед науковців та інженерів, оскільки немає необхідності запам'ятовувати синтаксичні деталі, характерні текстовим мовам програмування. Також LabVIEW має велику перевагу при створенні паралельного програмного забезпечення з великою кількістю одночасно працюючих потоків, оскільки LabVIEW представляє собою двовимірну мову програмування з підтримкою паралелізму. Ця перевага є дуже суттєвою у зв'язку з поширенням багатоядерних процесорів, використанням кластерів, а головне з недоліками при використанні традиційних текстових мов програмування для створення паралельного програмного забезпечення. У роботі [133] було запропоновано підхід розробки веб-орієнтованого додатку для розрахунку експериментальних даних, отриманих методом еліпсометрії, з використанням кластеру. У зв'язку з тим, що використання ГА потребує великої кількості розрахункових ресурсів, розроблене програмне забезпечення дозволило паралельно використовувати всі логічні ядра багатоядерного мікропроцесору Core i7 930 компанії Intel, що показало істотне збільшення продуктивності розрахунку. Вибір мови програмування для реалізації даного проекту був однозначний, оскільки більш

гнучкого і вдалого інструментарію для створення мультипаралельних програм знайти на даний час важко.

Зовнішній вигляд вікна інтерфейсу користувача розробленого програмного забезпечення наведений на рис. Б.1. Масив кластерів (рис. 3.1 поз. 1) використовується для ініціалізації розрахункового стеку багатошарової плівкової системи та відображення результатів розрахунку. Існує можливість задавати матеріал шару із випадваючого списку серед заздалегідь завантажених елементів, його оптичні параметри заломлення n і k , товщину шару (d), діапазони пошуку $n_{min}-n_{max}$, $k_{min}-k_{max}$ і $d_{min}-d_{max}$ та необхідність пошуку параметрів вибраного компонента багатошарової плівкової системи. Група кнопок (поз. 2) дозволяє додавати або видаляти шари в розрахунковому стеку. Індикатор (поз. 3) показує кількість шарів, що приймають участь у розрахунку. Група кнопок (поз. 4) використовується для проведення операцій з файлами, налаштування параметрів, старту і зупинки розрахунку та ін. Індикатори (поз. 5) відображають експериментальні та розраховані значення Ψ і Δ , а індикатор (поз. 6) показує поточну похибку розрахунку. Графік (поз. 7) відображає процес знаходження розв'язку і поступове наближення результатів розрахунку до експериментальних значень Ψ і Δ . Додатково в опціях користувач може зазначити наступні параметри: кут падіння, довжину хвилі падаючого світла, розмір популяції, стратегію ГА (математичну модель розрахунку) – є можливість вибору із 10 різних стратегій, параметри кросоверу, вагового параметру (*weighting*) та задати формулу розрахунку параметру *cost function*. Архітектурно програма базується на шаблоні з використанням концепції кінцевого автомату станів (State Machine) на основі черги (Queue State Machine) (більш детально див. [101, 104]) та на трьох паралельно працюючих потоках (циклах): інтерфейсний потік відповідає за реакцію подій користувача та подій, що виникають у ході роботи програми («User Events»); потік підготовки та відображення даних; розрахунковий потік. Передача даних та синхронізація між паралельно працюючими потоками задається через функцію «User Events» та за допомогою черги (метод «Queue

by name»). Селектором вибору стану кінцевого автомату є кластер, що складається зі списку ітерації з визначеним типом даних («Enum Type Definition») та універсального контейнеру даних типу `variant`, що використовуються для передачі поточних даних у черзі між паралельно працюючими потоками.

Така архітектура дозволяє легко підтримувати, розширяти та масштабувати програму. При необхідності розрахунковий потік може бути легко модифікований та динамічно запущений паралельно на декількох ПК або логічних ядрах процесора, що дозволяє збільшити розрахункову популяцію та швидкодію програмного забезпечення практично лінійно у відповідності до кількості вільних для використання ядер процесора. Старт паралельних потоків та передача даних через функцію «User Events» реалізовано за допомогою сервера підпрограм (VI Server).

Блок-діаграма частини розрахункового потоку, що відповідає безпосередньо за розв'язок оберненої задачі еліпсометрії з використанням ГА, показана на рис. Б.2. Головна стратегія алгоритму – це пошук таких параметрів моделі, при яких параметр *cost function* буде мати мінімальне значення. На першому етапі необхідно згенерувати набори початкових випадкових популяцій у кількості зазначених користувачем лише для тих параметрів, для яких задана необхідність пошуку (рис. Б.1, поз. 1, кнопка із зображенням лампи жовтого кольору). Наприклад, на рис. Б.1 задано 14 параметрів для пошуку і в опціях користувачем задана необхідність генерувати 15 наборів популяцій. В результаті першого етапу отримується двовимірний масив 14x15 початкових випадкових згенерованих популяцій. Особливістю цього етапу є те, що початкові випадкові популяції параметрів можуть при необхідності генеруватися в вузькому діапазоні (*min-max*) заданого для кожного параметру окремо (рис. Б.1, поз. 1), у такому випадку значення згенерованих параметрів знаходяться поруч із можливими розв'язками і час на пошук кінцевого значення зменшується. Проте існує можливість задати довільні початкові параметри, що призводить до збільшення часу пошуку, але якщо точно

невідома модель досліджуваного об'єкта, то такий підхід буде найоптимальнішим. Далі сформований двовимірний масив параметрів передається у підпрограму розрахунку параметру *cost function*, яка знаходить окремо для кожної згенерованої популяції максимальну похибку і відхилення від заданої моделі, наприклад, загальне співвідношення запропоноване для знаходження величини *cost function* може бути представлене в такому вигляді:

$$cost\ function = A(|\Delta - \Delta_{експ}|)^{n_1} + B(|\Psi - \Psi_{експ}|)^{n_2} + C(|\Delta n|)^{n_3} + D(|\Delta k|)^{n_4} + E(|\Delta d|)^{n_5}, \quad (3.1)$$

де *cost function* – сумарна похибка і відхилення згенерованої популяції по відношенню до заданої моделі і зазначених експериментальних значень $\Psi_{експ}$ і $\Delta_{експ}$; Ψ , Δ , n , k , d – розрахункові параметри головного азимуту, різниці фаз, показника заломлення $n+ik$ та товщини шару; A , B , C , D , E та показники ступенів n_1 , n_2 , n_3 , n_4 , n_5 – вагові параметри, які задають величину внеску в сумарну *cost function* відхилення розрахункових параметрів Ψ і Δ від експериментальних значень $\Psi_{експ}$ і $\Delta_{експ}$ та відхилення розрахункових параметрів n , k і d від інтервалів $n_{min} - n_{max}$, $k_{min} - k_{max}$, $d_{min} - d_{max}$.

Далі серед усіх згенерованих популяцій вибирається найкраща (з мінімальним значенням *cost function*) і на основі неї ГА формує новий набір популяцій параметрів шляхом мутації, заміщення та рекомбінації. При цьому нові популяції потрапляють у підпрограму розрахунку *cost function* і далі ведеться розрахунок по колу. Критерієм зупинки розрахунку може бути зменшення *cost function* нижче граничного (наприклад менше 10^{-10} , у залежності від значень вагових параметрів, які входять у *cost function*) або зупинка за вимогою користувача.

Змінюючи вагові параметри *cost function*, існує можливість впливати на процес пошуку розв'язку і за необхідністю змінювати той чи інший розрахунковий параметр, що більше впливає на кінцеву сумарну *cost function*. Наприклад, якщо є впевненість в отриманих експериментальних значеннях

$\Psi_{експ}$ і $\Delta_{експ}$ то, можна задати параметри A та B на рівні, наприклад, 10^4 , а показники ступенів n_1 і n_2 вибрати в діапазоні 3-5. Параметри C , D , $n_{min} - n_{max}$, $k_{min} - k_{max}$ і показники ступенів n_3 і n_4 вибираються в залежності від того, чи точно відома модель розрахункового стеку багат шарової плівкової системи. Необхідно відмітити, що для розрахунку та знаходження параметрів спін-вентильних систем використовувалися табличні дані показника заломлення $n+ik$ для масивних зразків у залежності від довжини хвилі (дисперсійна залежність). Це обумовлює незначне природне розходження розрахункових значень $n+ik$ на рівні 5% для плівкових зразків від табличних значень для масивних зразків. З урахуванням зазначеного розходження необхідно вибрати діапазон зміни параметрів $n_{min} - n_{max}$ і $k_{min} - k_{max}$ на рівні 5% по відношенню до табличних значень у випадку точно відомої моделі розрахункового стеку, параметри C і D можуть мати значення, наприклад, 10^3 , а показники ступенів n_3 і n_4 вибрані в діапазоні 2-3. При виборі параметрів E , $d_{min} - d_{max}$ та показника ступені n_5 керуються подібною логікою. В залежності від того, відома товщина шарів чи, навпаки, її необхідно знайти, у випадку розрахунку спін-вентильних систем, діапазон $d_{min} - d_{max}$ вибирається широкий (до 100% по відношенню до прогнозованої товщини), параметр E мав значення 10^2 , а показник ступеня n_5 варіювався в діапазоні 2-3.

На рис. Б.3 наведена детальна схема реалізації ГА на прикладі стратегії /best/1/exp [124]. Архітектура розробленої підпрограми для розрахунку з використанням ГА (рис. Б.3) базується на двох циклах: зовнішньому «For Loop» та внутрішньому «While Loop», а чорні стрілки вказують на потік даних і порядок виконання коду. Вхідними параметрами підпрограми є двовимірний масив популяцій (рис. Б.3 поз. 1), масив «найкраща популяція», ваговий параметр (weighting parameter), параметр кросоверу (crossover parameter) та кількість нових популяцій. Зовнішній цикл «For Loop» здійснює послідовну вибірку популяцій (поз. 5) із загального двовимірного масиву популяцій (поз. 1). В даному випадку використовується властивість циклу «For Loop»

автоматичної індексації ітерацій по кількості елементів вхідних масивів (поз. 5.1) з подальшою передачею вибраного одновимірного масиву у внутрішній цикл «While Loop» (поз. 5.2) для здійснення його модифікації і рекомбінації. Також цикл «For Loop» на кожній ітерації здійснює випадкову вибірку з двовимірного масиву (поз. 1), двох одновимірних масивів популяцій (поз. 3) також з подальшою передачею їх у внутрішній цикл «While Loop», де на основі їх буде здійснюватись мутація поточної популяції. Кількість ітерацій циклу «For Loop» є рівною кількості рядків двовимірного масиву (поз. 1). Внутрішній цикл «While Loop» реалізує модифікацію поточної популяції (поз. 5, 8) на основі мутації значень найкращої популяції (поз. 4, 7.2) за допомогою двох, випадково вибраних циклом «For Loop», масивів популяцій (поз. 3). На першій ітерації циклу «While Loop» генерується випадкове число (поз. 6), яке вказує на стартову позицію масивів: поточна популяція (поз. 5), найкраща популяція (поз. 4) та двох випадково вибраних масивів (поз. 3), з яких в майбутніх ітераціях буде здійснюватись послідовна вибірка елементів, проведення арифметичних дій (мутація) (поз. 7-7.2) і запис нових елементів (поз. 8) за відповідними індексами у поточну популяцію (поз. 5). Цикл «While Loop» здійснює послідовне заміщення елементів масиву поточна популяція (поз. 5) до тих пір, поки не буде заміщений останній елемент масиву (якщо результатом виконання умови 9.1 буде «false»), або згенероване випадкове число буде більше за значення параметру *crossover* (не виконається умова 9.2). У результаті виконання обох циклів формується новий двовимірний масив популяцій, в якому у кожному рядку буде знаходитись послідовність випадкової довжини нових елементів, розрахованих на базі кращої популяції і двох випадково вибраних масивів.

Загальне співвідношення, що описує ГА стратегії /best/1/exp може бути представлено у такому вигляді:

$$temp[n_i, m_j] = best\ fit[m_j] + weighting (randk[m_j] - randj[m_j]), \quad (3.2)$$

де $temp[n_i, m_j]$ – новий двовимірний масив популяцій; $best\ fit[m_j]$ – найкраща популяція (з найменшим поточним значенням $cost\ function$); $weighting$ – ваговий параметр; $randk[m_j]$, $randj[m_j]$ – два випадково вибраних масиви.

Основні поради по підборі величини $weighting$ та $crossover$ параметрів при використанні ГА наведені в роботах [124, 125]; для розрахунку спін-вентильних систем були використанні наступні значення параметрів: $crossover=0,7874$; $weighting=0,9$; величина популяції=15; параметри $A=B\sim 10^4$; $C=D\sim 10^3$; $E\sim 10^2$; показники ступенів n_1 та n_2 були вибрані в межах 3-5; n_3, n_4 та n_5 – у межах 2-3; величина $cost\ function=10^{-12}$.

3.3 Вплив зміни товщини немагнітного прошарку на оптичні властивості спін-вентильних систем [123]

На рис. 3.1 наведені отримані експериментальні значення Δ і Ψ при дослідженні спін-вентильних систем Au/Co/Cu/Co/SiO₂/Si. Зразки для дослідження були отримані у одному технологічному циклі. Особливість спін-вентильних систем полягає у відмінності товщини внутрішнього шару міді, яка становила 6, 8, 10 та 12 нм. На рис. 3.1 б наведена модель розрахункового стеку багат шарової плівкової структури, яка використовувалась для пошуку розв'язків у розробленому нами програмному забезпеченні. Діапазон значень параметрів заломлення n і k , в яких здійснювався пошук розв'язків, складав 3%, а діапазон значень можливої товщини окремих шарів вибирався більш широкий. Як видно із рис. 3.1 а незначна зміна товщини шару Cu призводить до суттєвих змін отриманих експериментальних значень Δ і Ψ . Якщо врахувати точність визначення Δ і Ψ не гіршу за $0,01^\circ$, то можна стверджувати, що еліпсометричний метод добре підходить до прецензійного визначення товщини ультратонких плівок. У таблиці 3.1 представлені узагальнені результати розрахунку з використанням ГА, де добре видно, що всі розв'язки, знайдені за допомогою ГА – фізичні. Ймовірність того, що за допомогою ГА

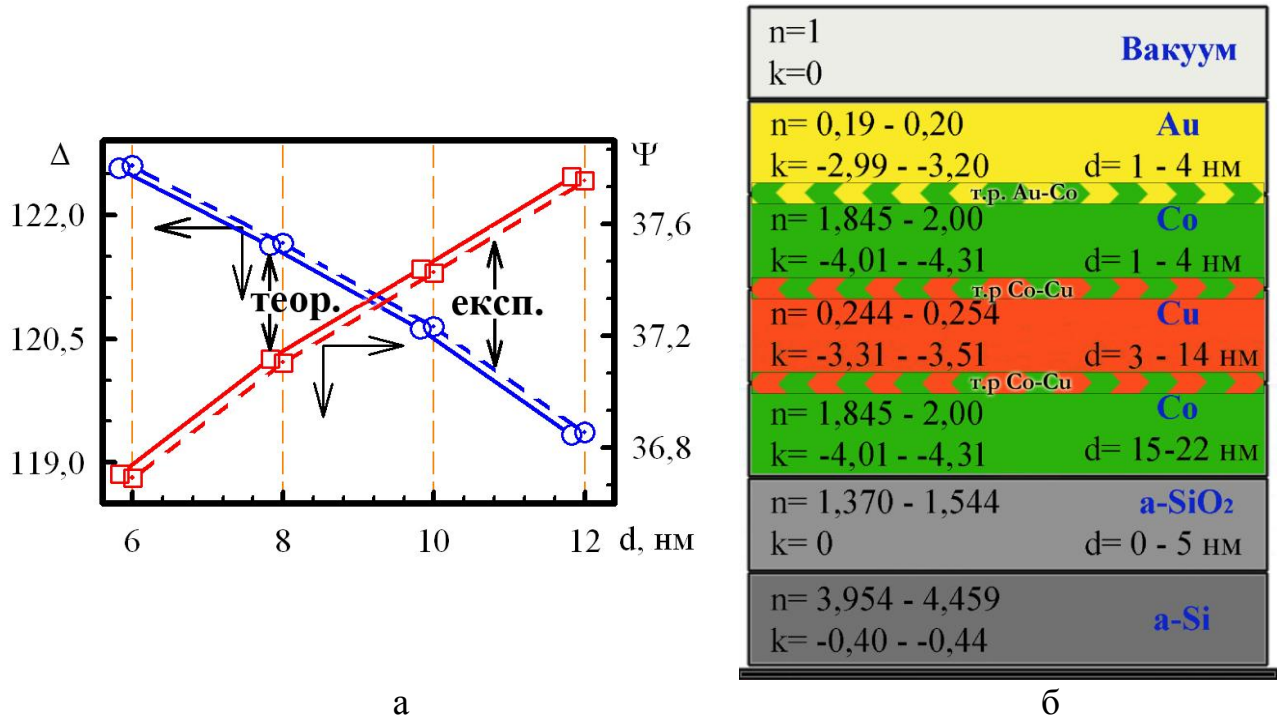


Рис 3.1. Експериментальні значення Δ і Ψ у залежності від товщини шару Cu у спіно-вентельній системі Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(6-12нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si (а) та схематичне представлення моделі досліджених багатошарових систем із зазначенням коридорів пошуку розв'язків (б)

Таблиця 3.1.

Результат роботи ГА по пошуку розв'язків в багатошаровій плівковій спіно-вентельній системі Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(6-12нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si

Матеріал шару	Табличні данні		Товщина d, нм	Розрахункові данні з використанням ГА		
	n	K		n	k	d, нм
1	2	3	4	5	6	7
Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(6нм)/Co(20нм)/SiO ₂ /Si, $\Delta_{\text{експ}}=122,587$, $\Psi_{\text{експ}}=36,692$						
Au	0,197	-3,090	3	0,196±0,01	-3,269±0,1	2,58±0,2
Co	1,952	-4,158	3	1,974±0,03	-4,384±0,2	2,9±0,5
Cu	0,249	-3,410	6	0,239±0,01	-3,552±0,1	5,55±0,3
Co	1,952	-4,158	20	1,942±0,01	-4,179±0,2	19,1±0,5
a-SiO ₂	1,457	0	-	1,420±0,07	0	3,3±0,5
a-Si	4,206	-0,422	-	4,420±0,1	-0,426±0,02	-

Продовження таблиці 3.1.

1	2	3	4	5	6	7
Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(8нм)/Co(20нм)/SiO ₂ /Si, $\Delta_{\text{експ}}=121,650$, $\Psi_{\text{експ}}=37,104$						
Au	0,197	-3,090	3	0,202±0,01	-3,156±0,1	2,08±0,1
Co	1,952	-4,158	3	1,920±0,05	-4,381±0,2	3,48±0,2
Cu	0,249	-3,410	8	0,249±0,01	-3,559±0,1	7,06±0,2
Co	1,952	-4,158	20	1,977±0,06	-4,236±0,1	19,2±0,5
a-SiO ₂	1,457	0	-	1,398±0,08	0	2,1±0,5
a-Si	4,206	-0,422	-	4,423±0,1	-0,411±0,02	-
Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(10нм)/Co(20нм)/SiO ₂ /Si, $\Delta_{\text{експ}}=120,639$, $\Psi_{\text{експ}}=37,426$						
Au	0,197	-3,090	3	0,198±0,01	-3,271±0,05	2,03±0,2
Co	1,952	-4,158	3	1,942±0,1	-4,390±0,05	3,21±0,2
Cu	0,249	-3,410	10	0,250±0,01	-3,607±0,02	9,09±0,2
Co	1,952	-4,158	20	2,009±0,05	-4,050±0,1	19,1±0,5
a-SiO ₂	1,457	0	-	1,395±0,08	0	2,3±0,5
a-Si	4,206	-0,422	-	4,449±0,2	-0,43±0,02	-
Au(3нм)/Co(3нм)/Cu(12нм)/Co(20нм)/SiO ₂ /Si, $\Delta_{\text{експ}}=119,360$, $\Psi_{\text{експ}}=37,754$						
Au	0,197	-3,090	3	0,196±0,01	-3,250±0,05	2,00±0,2
Co	1,952	-4,158	3	1,970±0,1	-4,330±0,05	3,65±0,2
Cu	0,249	-3,410	12	0,249±0,01	-3,605±0,02	11,25±0,2
Co	1,952	-4,158	20	2,060±0,05	-4,120±0,1	19,71±0,5
a-SiO ₂	1,457	0	-	1,410±0,08	0	1,5±0,5
a-Si	4,206	-0,422	-	4,293±0,2	-0,441±0,02	-

можна знайти нефізичний розв'язок зростає зі збільшенням кількості параметрів, для яких здійснюється пошук, та у випадку задавання надто широких діапазонів пошуку параметрів плівкових систем.

Необхідно звернути увагу на цікаву поведінку ГА у випадку задавання хибного діапазону зміни, наприклад, товщини. Як правило у цьому випадку ГА не зможуть знайти розв'язок, що є ще одним підтвердженням переваги ГА для пошуку фізичних рішень. Як видно з таблиці 3.1, всі знайдені значення товщини, як правило менші ніж товщини, які були визначені за допомогою метода кварцового резонатора у процесі конденсації спін-вентилів, що пояснюється доволі великою його похибкою (на рівні 10-20%).

3.4 Врахування дифузійних процесів та фазоутворення [136, 137]

Використання запропонованого програмного забезпечення на базі ГА для обробки експериментальних даних, отриманих методом еліпсометрії, при аналізі багатошарових плівкових систем також може дати змогу проводити дослідження, наприклад, дифузійних процесів та проходження твердофазних реакцій [138, 139] у системах, аналіз яких іншими методами ускладнений або неможливий. Тому з використанням даних, отриманих методом нуль-еліпсометрії, було реалізовано знаходження показника заломлення та товщини шарів у багатошарових спін-вентельних приладових структурах Au/Co/Cu/Co/SiO₂/Si із використанням генетичного алгоритму, а також вивченні особливостей дифузійних процесів, межі поділу, утворення проміжних шарів та особливості фазового стану багатошарових плівкових систем із спіновим розсіюванням електронів у ході термічної обробки [136].

Для вивчення особливостей дифузійних процесів, утворення проміжних шарів та для розрахунку їх оптичних параметрів у спін-вентильних системах Au/Co/Cu/Co/SiO₂/Si в залежності від температури відпалювання було використано наступні співвідношення [140]:

$$n_l = \frac{(N_g + 1 - l) \cdot n_i + l \cdot n_j}{(N_g + 1)} \quad (3.3)$$

$$k_l = \frac{(N_g + 1 - l) \cdot k_i + l \cdot k_j}{(N_g + 1)} \quad (3.4)$$

де l – номер проміжного підшару ($l=1, \dots, N_g$);

N_g – загальна кількість підшарів;

n_i і k_i та n_j і k_j – оптичні параметри верхнього (i) та нижнього (j) плівкового шару.

Співвідношення (3.3) і (3.4) описують зміну оптичних параметрів у проміжному шарі багат шарової плівкової системи і дозволяють промодельовати утворення проміжних шарів між компонентами плівкової системи. Розмиття інтерфейсу при дифузійних процесах розглядається як сукупність шарів, оптичні параметри яких змінюються від верхнього шару до нижнього. Граничні значення констант n_i , n_j , k_i , і k_j задаються, виходячи з матеріалу компонент плівкової системи.

3.5 Зміна оптичних параметрів спін-вентильної системи в широкому інтервалі температур

З метою з'ясування впливу термовідпалювання на магніторезистивні властивості приладових спін-вентильних систем, нами досліджувалась серія зразків, особливістю яких було різне значення товщини шару Cu , що варіювалась у межах від 6 до 12 нм.

У ході досліджень була проведена серія еліпсометричних вимірювань спін-вентильних систем у залежності від температури обробки у вакуумній установці Pfeiffer Vacuum при тиску залишкових газів 10^{-7} Па. Відпалювання проводилося з використанням нагрівального елемента Testra HTR1001 та контролера з ПІД-регулятором Testra HC3500. Температура відпалювання змінювалась від 450 до 900 К з кроком 150 К. Нагрівання та охолодження

проводилося зі швидкістю 4-5 К/хв. і при цьому ПІД регулятор дозволив реалізувати лінійну характеристику зміни температури. Для проведення експериментальних досліджень був використаний описаний у п. 2.2.4 нуль-еліпсометр, що при точності вимірювання Δ і Ψ не гірше $0,01^\circ$, може гарантувати похибку розрахункового значення ефективної товщини багат шарової структури на рівні 0,01 нм.

Узагальнені експериментальні результати наведені на рис. 3.2, де прослідковується залежність оптичних параметрів Δ і Ψ спін-вентильних систем Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(6-12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si від температури відпалювання та товщини проміжного шару Cu.

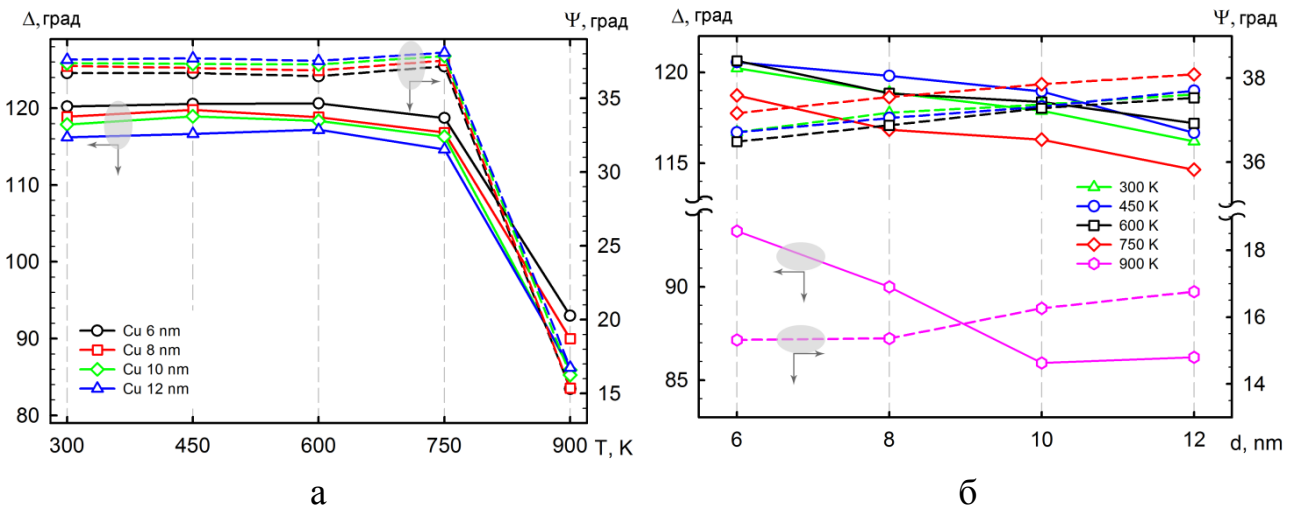


Рис. 3.2. Залежності зміни експериментальних кутів Δ і Ψ спін-вентильних систем від температури відпалювання (а) та товщини проміжного шару Cu (б)

Із залежностей видно, що при збільшенні температури відпалювання від 450 до 750 К спостерігається плавна зміна оптичних параметрів, що свідчить про незначні дифузійні процеси та твердофазні реакції, які проходили у даних системах. Зі збільшенням температури відпалювання до 900 К відбувається різка зміна еліпсометричних кутів Δ (більше 20%) і Ψ (більше 50%), що свідчить про значні зміни у структурно-фазовому стані спін-вентильних систем.

На рис. 3.2 б наведено залежності кутів Δ і Ψ від товщини шару Cu у спін-вентиліях, з яких видно, що метод нуль-еліпсометрії є дуже чутливим і зміна товщини шару Cu на 2 нм у невідпаленому зразку призводить до зміни оптичних параметрів Δ на $1,34^\circ$ (3,35%) і Ψ на $0,29^\circ$ (2,44%). З рис. 3.2 б також можна бачити, що при збільшенні товщини шару Cu від 6 до 12 нм зміна оптичних параметрів Δ та Ψ практично не відбувається для діапазону температур відпалювання 300-750 К, що також може бути підтверджено розрахованими даними з таблиці 3.2.

Таблиця 3.2

Зміна оптичних параметрів Δ і Ψ у спін-вентильних системах при збільшенні товщини шару Cu з 6 до 12 нм

Температура, К \ Параметр	300	450	600	750	900
$\Delta_\Delta, \%$	3,35	3,22	2,85	3,45	7,26
$\Delta_\Psi, \%$	2,44	2,71	2,86	2,48	9,44

У випадку збільшення температури відпалювання до 900 К та зміни товщини проміжного шару Cu (від 6 нм до 12 нм) відбувається більш помітна зміна оптичних параметрів (Δ на $2,25^\circ$ (7,26%) і Ψ на $0,48^\circ$ (9,44%)), ніж у випадку менших температур відпалювання та товщини прошарку Cu. Оскільки у спін-вентильних системах Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(6-12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si об'ємна частка Co привалює, то суттєві зміни оптичних параметрів Δ та Ψ при температурі відпалювання 900 К свідчать про те, що збільшення товщини проміжного шару Cu призводить до утворення твердого розчину (Cu, Co) більшої об'ємної частини, що і впливає на оптичні характеристики досліджуваних спін-вентилів. При цьому при температурі 900 К утворюється твердий розчин у всьому об'ємі зразка, що також спостерігався авторами у роботі [117].

Зміна еліпсометричних кутів до та після відпалювання відбувається не

лише за рахунок збільшення товщини всієї системи, а й за рахунок зміни концентрації твердого розчину у процесі відпалювання, яка незначна до температури 750 К.

Аналізуючи експериментальні результати, представлені на рис. 3.2, нами була здійснена спроба промоделювати та знайти точні значення параметрів, що характеризують тверді розчини, які є проміжними шарами між компонентами спін-вентильних систем. На рис. 3.3 показана модель процесу утворення проміжних шарів твердого розчину у процесі термічного відпалювання в залежності від температури. Дана модель була використана як алгоритм роботи розробленого програмного забезпечення для розрахунку параметрів проміжних шарів багатошарових плівкових систем. Суть розрахунків за допомогою розробленого програмного забезпечення зводилась до розв'язку оберненої задачі еліпсометрії із використанням моделі Парата [141] та ГА.

За отриманими експериментальними даними розраховувались оптичні параметри та товщина кожного шару багатошарових систем. Також була здійснена спроба моделювання системи, у якій присутні проміжні шари між компонентами спін-вентильної системи. Оптичні параметри такої системи задавалися згідно розрахунків за співвідношеннями (3.3) та (3.4). У результаті розрахунків знаходилися точні значення оптичних параметрів та товщина як для сконденсованих шарів, так і для утворених шарів твердих розчинів.

У випадку, коли для розрахунку використовувати модель без утворення проміжних шарів, то спостерігається відхилення параметрів n і k від значень для масивних зразків у межах 5-7% без термообробки та 10-15% після відпалювання до температури 450 К, що свідчить про те, що в системах ймовірно не зберігається індивідуальність шарів.

При подальшому збільшенні температури відпалювання, збільшується відхилення значень параметрів моделі без проміжних шарів. Розраховуючи модель з урахуванням утворення проміжних шарів, відхилення значень оптичних параметрів для зразків без відпалювання та після термообробки до

температури 450 К складає 3-5%. Зі збільшенням температури до 750 К спостерігається незначне збільшення відхилення значень оптичних параметрів.

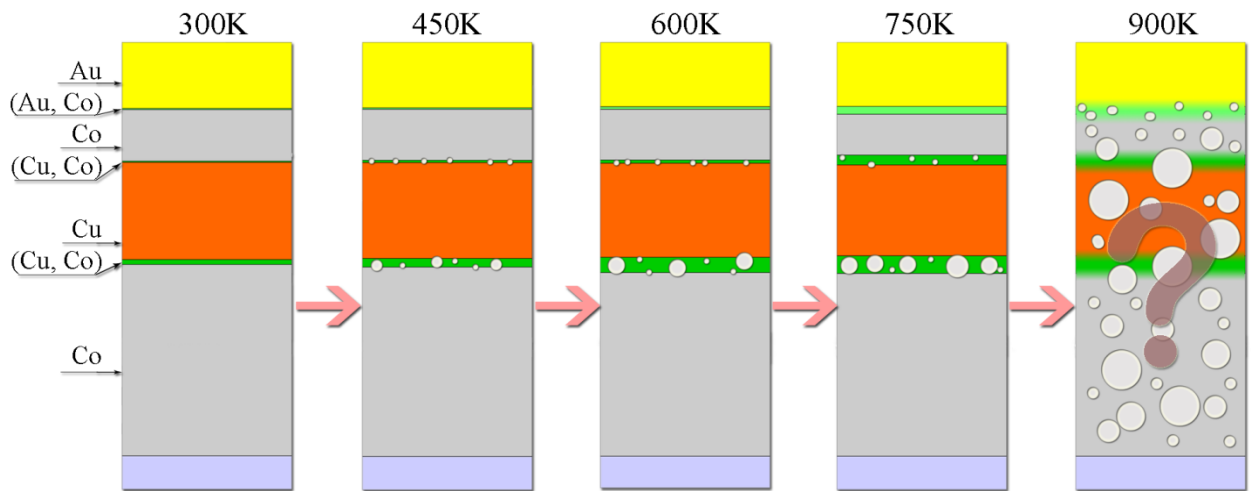


Рис. 3.3. Модель утворення проміжних шарів гранульованих твердих розчинів (Cu, Co) з необмеженою розчинністю та (Au, Co) з обмеженою розчинністю у процесі термічного відпалювання. Світлими точками позначені гранули Co

На рис. 3.4, 3.5 наведено залежності змін оптичних параметрів n і k від температури відпалювання для спін-вентильних систем:

- Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si,
- Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(8 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si,
- Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(10 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si,
- Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si.

Якщо проаналізувати різницю між розрахунковими та експериментальними даними, в залежності від температури відпалювання (до 750 К) то можна зробити висновок про добру кореляцію результатів розрахунку у рамках запропонованої моделі (див. рис. 3.2) з табличними значеннями оптичних констант n і k .

Можна припустити, що при збільшенні кількості проміжних шарів, як показано в роботі [140], охарактеризувати розмиття інтерфейсів між окремими

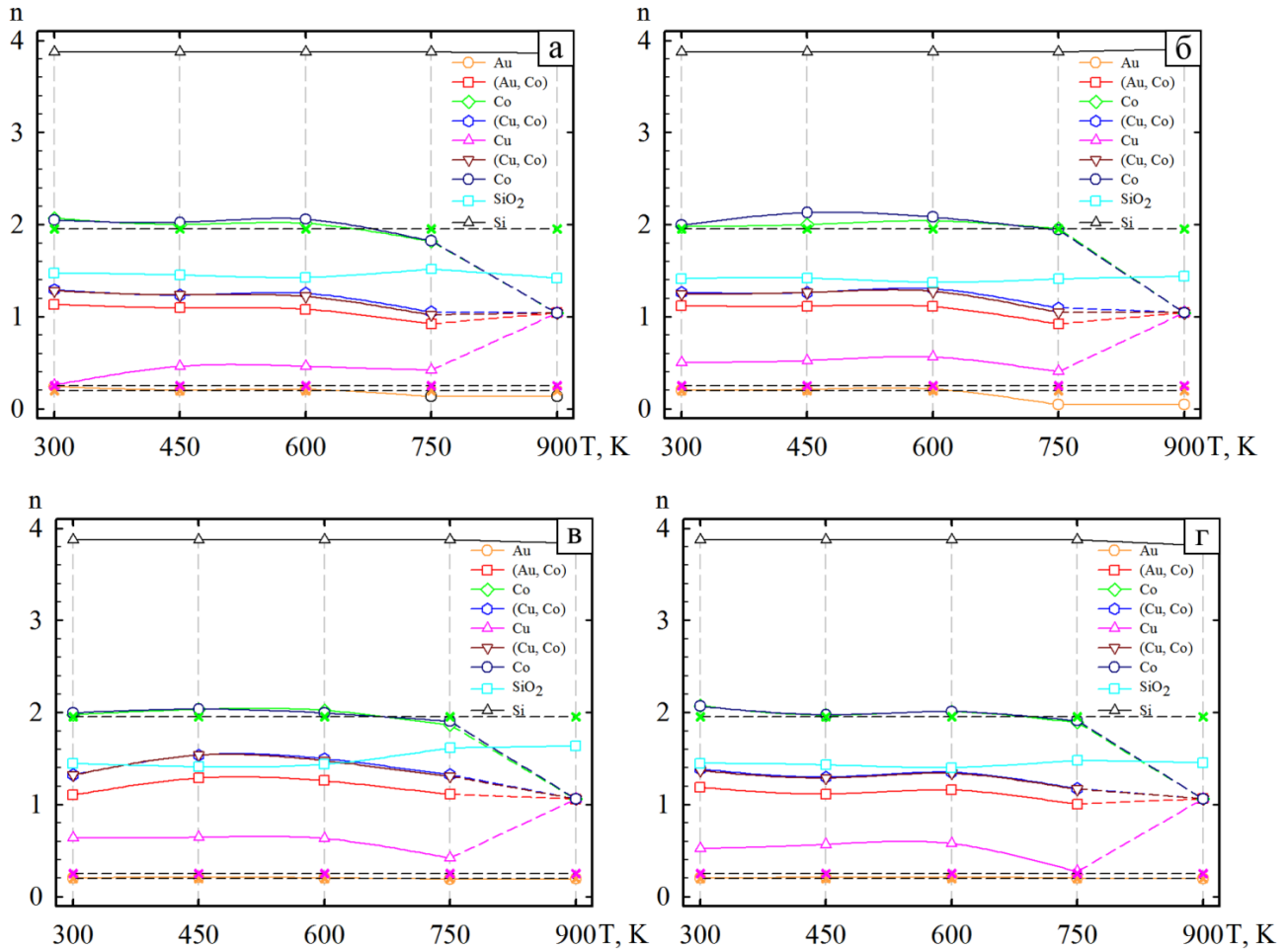


Рис. 3.4. Залежності оптичного параметра n від температури відпалювання для спін-вентильних систем:

а – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

б – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(8 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

в – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(10 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

г – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si.

Пунктиром показані лінії табличних значень параметрів для масивних зразків Au, Co і Cu

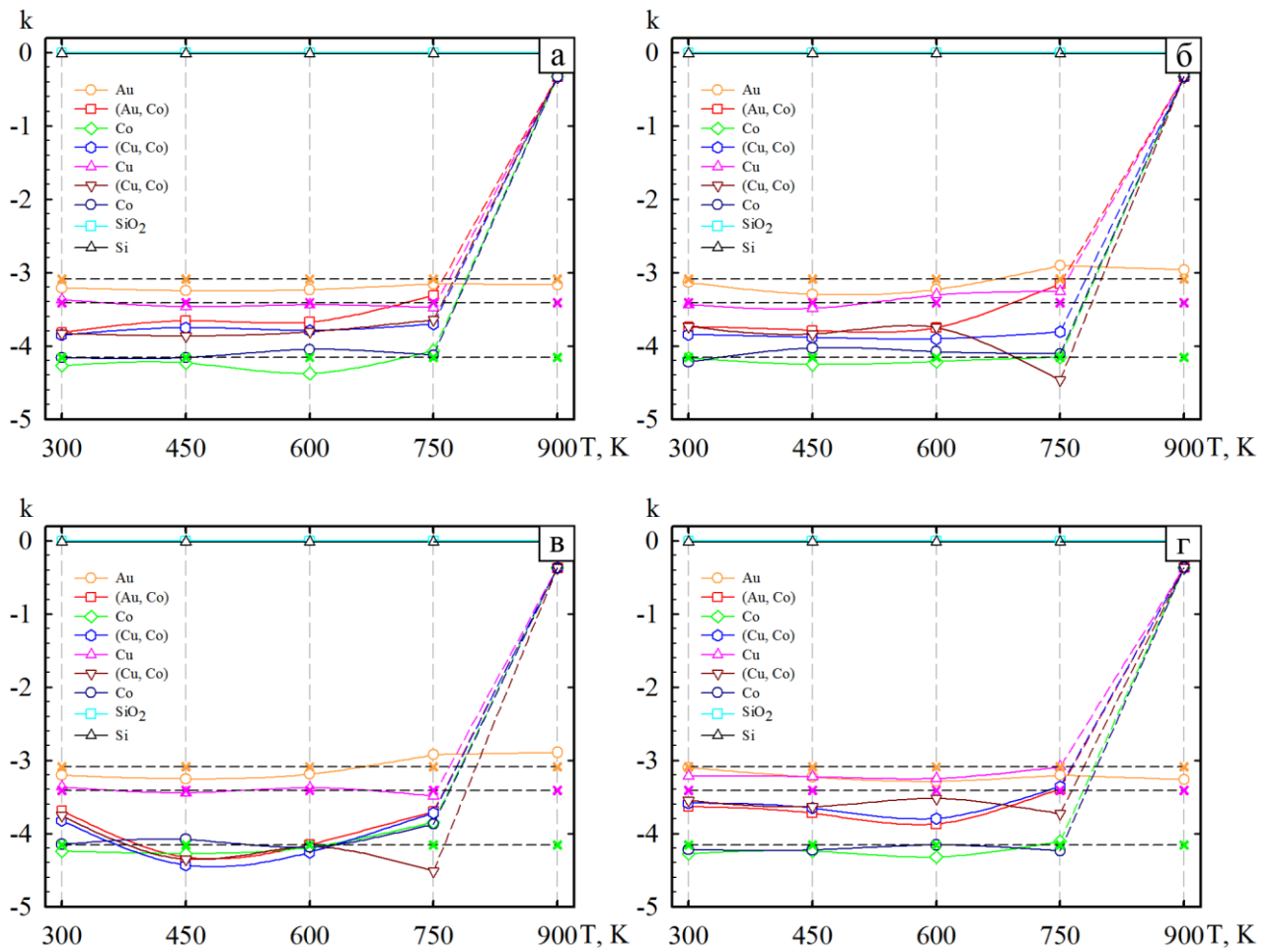


Рис. 3.5. Залежності оптичного параметра k від температури відпалювання для спін-вентильних систем:

а – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

б – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(8 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

в – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(10 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si;

г – Au(4 нм)/Co(3 нм)/Cu(12 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si.

Пунктиром показані лінії табличних значень параметрів для масивних зразків Au, Co і Cu

шарами у процесі термічної обробки. При цьому відбувається наближення значень оптичних параметрів основних компонент спін-вентильних систем до табличних значень для масивних зразків.

Незначна зміна оптичних параметрів при дослідженні систем без термообробки є наслідком проходження дифузії атомів компонент систем ще на етапі конденсації у результаті конденсаційно-стимульованої дифузії. При проведенні термообробки відбувається збільшення товщини проміжних шарів, що є доказом проходженні більш інтенсивних дифузійних процесів (термічно-стимульована дифузія).

Суттєва відмінність отриманих даних від табличних значень для масивних зразків означає, що модель для розрахунку без урахування проміжних шарів була задана помилково. І навпаки, введення проміжного шару дає кращу кореляцію отриманих даних, хоча і спостерігається значне відхилення розрахованих значень для температури відпалювання 900 К. Після термообробки зразків до температури 900 К можна припустити, що утворюється твердий розчин у всьому об'ємі спін-вентильних систем, як і показують автори [117].

При охолодженні твердий розчин розпадається, але не поновлюються інтерфейси поділу окремих компонент систем. Про це свідчить різка зміна експериментальних даних еліпсометричних вимірювань. Це також підтверджується дослідженнями структурно-фазового стану авторами роботи [117]. У зв'язку з цим методика для моделювання та розрахунку системи при температурі відпалювання 900 К мала відмінність. Для цього формувалась система $Au(4)/X/SiO_2/Si$, де X – це твердий розчин (Cu, Co), який утворився у результаті відпалювання. У ході розрахунків була здійснена оцінка оптичних параметрів даного твердого розчину, причому встановлено, що збільшення товщини шару міді призводить до зміни оптичних параметрів n на 2%, а k на 10%. У результаті досліджень, були розраховані чотири спін-вентильні системи ($Au(4\text{ нм})/Co(3\text{ нм})/Cu(6, 8, 10, 12\text{ нм})/Co(20\text{ нм})/SiO_2/Si$) для п'яти

Таблиця 3.3

Результати розрахунку товщини шарів у спін-вентильних системах з використанням моделі проміжних шарів

Система; d, Å	Шар	300К	450К	600К	750К	900К
Au(4)/Co(3)/Cu(10)/ Co(20)/SiO ₂ /Si	Au	38,272	36,429	35,700	34,582	33,890
	Au-Co	1,102	2,698	3,365	7,298	327,647
	Co	29,911	30,372	29,764	24,866	
	Co-Cu	1,630	2,344	2,992	6,343	
	Cu	95,844	93,261	91,396	90,768	
	Cu-Co	7,000	14,996	17,708	35,301	
	Co	190,281	181,438	177,809	162,379	
	SiO ₂	19,669	19,669	19,669	19,669	19,669
Au(4)/Co(3)/Cu(12)/ Co(20)/SiO ₂ /Si	Au	38,272	37,203	35,559	33,299	32,538
	Au-Co	1,036	2,308	4,309	10,026	348,283
	Co	29,911	29,604	28,891	21,977	
	Co-Cu	2,708	3,906	5,696	16,777	
	Cu	114,741	110,187	107,321	92,072	
	Cu-Co	5,697	5,636	13,815	42,217	
	Co	190,281	191,976	185,23	164,453	
	SiO ₂	19,669	19,669	19,669	19,669	19,669

температур відпалювання (300, 450, 600, 750 і 900 К).

Узагальнені результати наведені у таблиці 3.3, проаналізувавши які можна відмітити, що в спін-вентильних системах спостерігається збільшення товщини проміжних шарів зі збільшенням температури відпалювання, а також зміна товщини проміжного шару (Cu, Co) зі збільшенням товщини шару Cu у спін-вентильних системах, який приймає участь в утворенні твердого розчину.

З отриманих результатів можна зробити висновок про збереження індивідуальності шарів спін-вентильної системи до температури відпалювання 750 К, але спостерігається розмиття інтерфейсів та утворення проміжних шарів твердих розчинів Co-Cu/Co-Au максимальною товщиною 4 нм. При збільшенні температури відпалювання до 900 К індивідуальність шарів не зберігається, а відбувається утворення твердого розчину (Cu, Co) у всьому об'ємі спін-вентильної системи.

3.6 Вплив дифузійних процесів на оптичні та магніто-оптичні властивості багат шарових плівкових систем на основі Fe та Cr [135, 143]

Як можна бачити з результатів дослідження, описаних в підрозділі 3.4, дифузійні процеси, що проходять між компонентами спін-вентильних систем з утворенням проміжних шарів твердих розчинів, впливають на оптичні параметри плівкової системи в цілому. У зв'язку з цим було проведено дослідження впливу дифузійних процесів на магніто-оптичні властивості структур, в яких вже на стадії конденсації протікають активні процеси дифузії [143]. Як зразок для дослідження було вибрано плівкову систему Cr(5 нм)/Fe(5 нм), у якій ефективна товщина феромагнітного шару співрозмірна з ймовірним діаметром НЧ, що в подальшому може проектуватися на системи, в яких, як феромагнітний шар, будуть використовуватися наноструктуровані поверхні впорядкованих масивів НЧ магнітних матеріалів. Для вивчення магніто-оптичних властивостей було

використано метод магнітооптичний ефект Керра (МОКЕ). Це магнітна характеристика плівкових систем, яка залежить від структури зразка. Ефект полягає у зміні поляризації світла при відбитті від поверхні речовини при накладенні зовнішнього магнітного поля [142]. Вимірюючи ступінь поляризації, можна отримати інформацію про ступінь намагніченості, рухливості доменної структури та магнітної анізотропії у досліджуваних системах.

Для дослідження дифузійних процесів у системі на основі Fe та Cr методом МОКЕ були проведені вимірювання ефекту намагніченості до та після термічної обробки. Відпалювання проводилося у вакуумі при тиску залишкових газів 10^{-7} Па.

З метою вивчення дифузійних процесів, які протікають в процесі термообробки, проводилося дослідження оптичних параметрів плівкових систем Cr/Fe за допомогою метода нуль-еліпсометрії до та після відпалювання до температур 400, 500, 600 і 700 К. У результаті були отримані експериментальні значення Δ і Ψ (рис. 3.6), а за допомогою розробленого програмного забезпечення [135], проведено розрахунок оптичних параметрів і товщини кожного шару даної багат шарової системи.

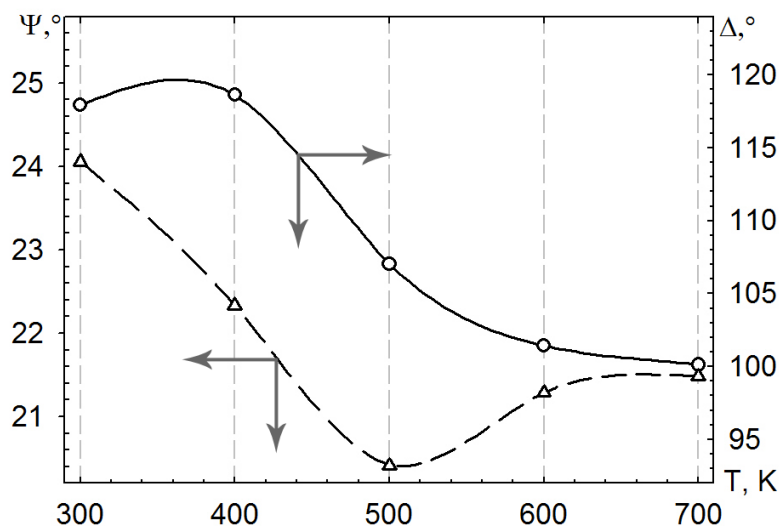


Рис. 3.6. Залежність зміни кутів поляризації від температури відпалювання

Як видно з рис. 3.6, на якому наведено температурні залежності кутів поляризації, термічна обробка впливає на оптичні властивості системи, що досліджувалась, про що свідчить зміна $\Delta i \Psi$.

Розв'язуючи обернену задачу еліпсометрії, з використанням ГА було розраховано параметри для кожного шару плівковою системи. У табл. 3.4 наведені результати розрахунків, які підтверджують зміну оптичних властивостей плівкової системи, а також показують, що в ході термічної обробки компоненти системи дифундують, утворюючи проміжний шар твердого розчину (Fe, Cr) у всьому об'ємі плівкової системи. За характерною зміною величини кутів поляризації у ході термообробки можна визначити, що дифузійні процеси починаються відразу після першого циклу відпалювання, і при подальшому нагрівання проявляється більш інтенсивний характер протікання твердофазних реакцій. Після відпалювання вище температури 600 К не спостерігається значних змін оптичних характеристик, що свідчить про завершення процесів дифузії та утворення стабільного твердого розчину (Fe, Cr) у всьому об'ємі плівкової системи.

При дослідженні структурно-фазового стану, що проводилося методом просвічуючої електронної мікроскопії у режимах світлого поля та дифракції електронів, після проведення термообробки спостерігається незначне збільшення кристалітів. У ході відпалювання електронорами не змінюються – в обох випадках спостерігаються лінії, що відповідають відбиттям від кристалографічних площин (110), (200), (211), (220), (310), (222) та (321), хоча після нагрівання все ж фіксується слабка лінія оксиду Fe_3O_4 , що відповідає кристалографічній площині (311). Виходячи з даних, отриманих методом нуль-еліпсометрії, можна стверджувати, що вже після відпалювання при температурі 400 К утворюється твердий розчин (Fe, Cr) з кристалічною решіткою типу ОЦК (рис. 3.7, вставка) і, як видно з таблиці 3.5, з параметром $a=0,289$ нм.

У результаті дослідження плівкової системи методом МОКЕ були отримані гістерезисні криві для кутів повороту зразка 0 , 45 та 90° у площині

Таблиця 3.4

Результати розрахунку параметрів плівкової системи з використанням ГА

Матеріал шару		Табл. дані	300 К	400 К	500 К	600 К	700 К
		$\Delta_{\text{експ}}, ^\circ$	117,93	118,62	107,04	101,45	100,13
		$\Psi_{\text{експ}}, ^\circ$	24,06	22,33	20,41	21,29	21,49
Au	n	0,197	0,18	0,207	0,203	0,190	0,197
	k	-3,09	-3,0	-3,150	-2,985	-3,165	-3,134
	d,нм	5,0	5,1	5,1	5,0	5,0	5,0
Cr	n	3,569	3,248	3,678	3,653	3,747	3,738
	k	-4,362	-4,707	-4,420	-4,148	-4,517	-4,580
	d,нм	5,0	4,4	4,2	3,6	2,9	2,8
(Cr, Fe)	n	-	0,201	0,209	0,231	0,230	0,231
	k	-	-0,554	-0,538	-0,558	-0,567	-0,564
	d,нм	-	1,1	1,4	3,1	4,4	4,7
Fe	n	2,293	2,089	2,373	2,382	2,407	2,355
	k	-3,178	-3,436	-3,318	-3,022	-3,053	-3,077
	d,нм	5,0	4,7	4,5	3,4	2,8	2,6

Таблиця 3.5

Результати розшифрування електронограми від Cr(5 нм)/Fe(5 нм)

№ лінії	Без відпалювання			Після відпалювання T=700 К			
	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a, нм
1	0,202	110	Fe, Cr	0,248	311	Fe ₃ O ₄	0,289
2	0,143	200	Fe, Cr	0,201	110	(Fe, Cr)	
3	0,116	211	Fe, Cr	0,145	200	(Fe, Cr)	
4	0,101	220	Fe, Cr	0,118	211	(Fe, Cr)	
5	0,091	310	Fe, Cr	0,103	220	(Fe, Cr)	
6	0,084	222	Fe, Cr	0,091	310	(Fe, Cr)	
7	0,077	321	Fe, Cr	0,084	222	(Fe, Cr)	
8				0,078	321	(Fe, Cr)	
a ₀ (Fe, Cr)=0,289 нм, a ₀ (Fe ₃ O ₄)=0,840 нм							

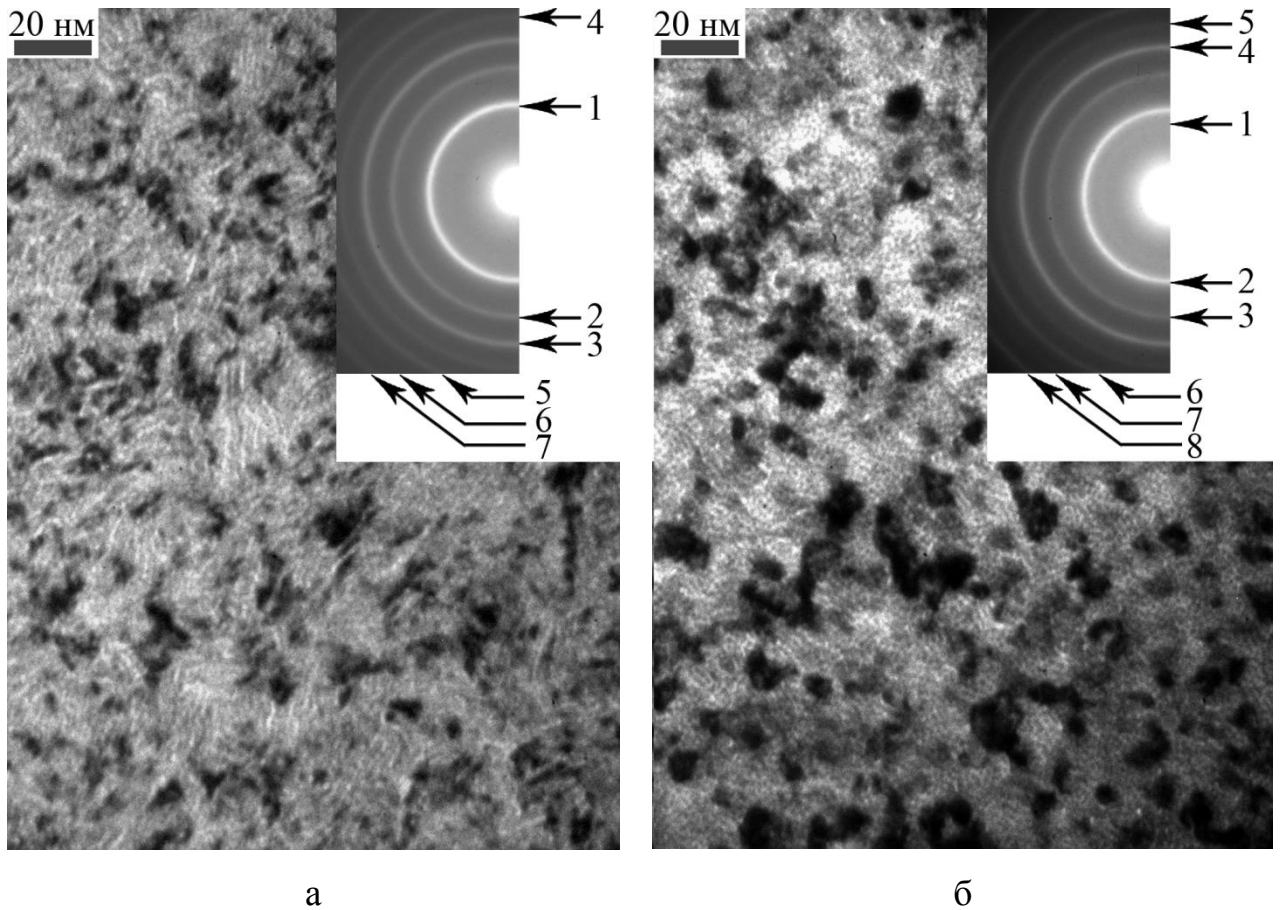


Рис. 3.7. Мікроструктура та електронограма системи Cr(5 нм)/Fe(5 нм) до відпалювання (а) та після термообробки при $T=700\text{K}$ (б)

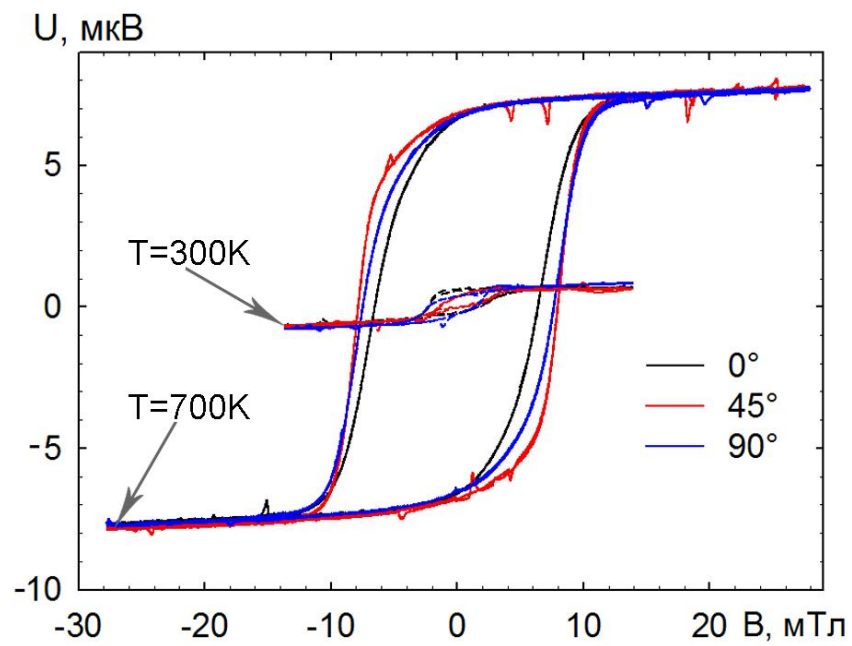


Рис. 3.8. МОКЕ для системи Cr(5 нм)/Fe(5 нм)/П до (300 К) та після відпалювання (700 К).

магнітного поля до та після термообробки (рис. 3.8), з яких видно, що після термообробки спостерігається значне збільшення коерцитивності системи, що також підтверджує інтенсивне протікання дифузійних процесів в об'ємі зразка.

Як видно з рис. 3.8, після відпалювання до $T=700$ К спостерігається також збільшення амплітуди сигналу на детекторі фотопомножувачі, що може вказувати на збільшення внеску феромагнітного матеріалу, що відбувається при рекристалізації, коли при збільшенні кристалів відбувається перехід від суперпарамагнітного до феромагнітного стану.

Висновки до розділу 3

1. Розроблено програмне забезпечення для розрахунку параметрів спінівентильних систем за розв'язком оберненої задачі еліпсометрії з використанням генетичного алгоритму, що дозволило з великою точністю визначити оптичні характеристики та товщину кожного окремого шару багатошарової плівкової системи.

2. Проаналізовано вплив зміни товщини немагнітного прошарку Cu та термообробки на оптичні властивості спінівентильних систем та встановлено, що незначне збільшення товщини (з кроком 2 нм) проміжного шару багатошарової плівкової системи з урахуванням точності методу призводить до суттєвих змін кутів поляризації (Δ на $1,076^\circ$, а Ψ на $0,354^\circ$).

3. Запропонована модель розрахунку оптичних параметрів та товщини як окремих, так і проміжних шарів багатошарової плівкової системи, що враховує дифузійні процеси та твердофазні реакції, які проходять у системі під час температурної обробки.

4. Розраховані оптичні параметри та товщини окремих проміжних шарів гранульованих твердих розчинів (Cu , Co) спінівентильних систем та показано, що до температури відпалювання 750 К не відбувається істотних змін оптичних характеристик систем, що досліджувалися, що свідчить про

неінтенсивні дифузійні процеси, а термообробка 900 К призводить до значних змін експериментальних даних, отриманих методом нуль-еліпсометрії, що може бути пояснене порушенням інтерфейсів шарів та формуванням гранульованого твердого розчину у всьому об'ємі спіні-вентилів.

5. Проаналізовано вплив дифузійних процесів та твердофазних реакцій на оптичні та магнітооптичні властивості плівкових систем на основі Fe та Cr і показано, що процес фазоутворення закінчується після відпалювання до температури 600 К, про що свідчить несуттєва зміна оптичних параметрів. Показано, що після термообробки при 700 К, виходячи з даних, отриманих методом МОКЕ, значно збільшується коерцитивність системи, що теж вказує на проходження дифузійних процесів та фазоутворень. У зв'язку з тим, що після відпалювання до температури 700 К відбувається формування т.р. у всьому об'ємі системи, у ході експериментальних досліджень було виміряно коерцитивність твердого розчину (Fe, Cr).

РОЗДІЛ 4
МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ
НАНОСТРУКТУРОВАНИХ ТА СПІН-ВЕНТИЛЬНИХ СИСТЕМ НА
ОСНОВІ ПЛІВОК CO, CU І AU ТА НАНОЧАСТИНОК
ОКСИДІВ FE

4.1 Магніторезистивні властивості спін-вентильних систем на основі Co і Cu або Au

Явище гігантського магнітоопору (ГМО) детально досліджено на прикладі різних плівкових систем (Fe/Cr [1], Co/Cu [144-146], Co/Au [147], Co/Ag [146-148], Co/Ru [149], Ni/Cu [150] та ін.), але значний інтерес викликає дослідження ГМО у спін-вентильних системах [151, 152]. Величина ефекту залежить від багатьох факторів, зокрема від геометрії вимірювання, шорсткості поверхні, структурно-фазового стану та ступеню збереження індивідуальності окремих шарів. Істотний вплив на магніторезистивні властивості плівкових систем має величина кута α між напрямом зовнішнього магнітного поля і площиною протікання струму. Виділяють дві основні геометрії прикладеного магнітного поля (див. рис. 2.12): FIP – лінії магнітної індукції паралельні площині плівкової системи (див. рис. 2.12 а) і FPP – лінії індукції перпендикулярні до зразка (див. рис. 2.12 б) та дві геометрії пропускання струму через плівкову систему: CIP – напрям пропускання струму паралельний площині зразка і CPP – напрям струму перпендикулярний до площини плівкової системи.

У зв'язку з тим, що при дослідженні явища ГМО та МО необхідно з високою точністю вимірювати опір спін-вентильних систем, що має величину 5-20 Ом у продольній (CIP) геометрії та 1-3 Ом у поперечній (CPP) геометрії, а його зміни лежать в межах 1-10%, для отримання високоточних результатів та вірної інтерпретації використовують автоматизовані комплекси для проведення експериментальних досліджень. Приклади таких комплексів, особливості їх проектування та використання описані у роботах [153, 154].

4.1.1 Вплив геометрії протікання струму на магніторезистивні властивості спін-вентильних систем [155, 156]

У ході експерименту були досліджені спін-вентильні приладові системи з CPP геометрією протікання струму, експериментальні результати яких представлені на рис. 4.1. Особливості формування даних систем детально описано у п. 2.2.2.

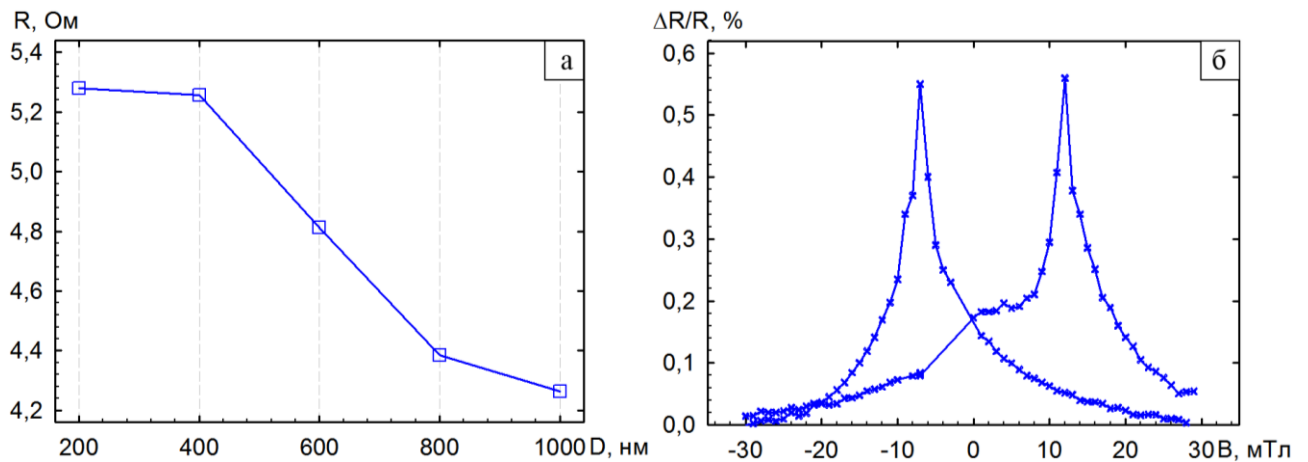


Рис. 4.1. Залежність опору від діаметру (а) та зміна магнітоопору (б) спін-вентильних систем з CPP геометрією

На рис. 4.1 а наведено залежність опору від діаметру сформованих систем, з якої видно, що збільшення діаметру стовпчикової структури від 200 до 1000 нм призводить до зменшення опору на 20%, що пояснюється збільшенням геометричних розмірів спін-вентилів і, як результат, зменшенням впливу поверхневого розсіювання електронів провідності. Дане дослідження дозволило підібрати оптимальні геометричні параметри багат шарової плівкової системи для її використання як чутливого елемента приладів спінтроники. Результати вимірювання зміни магнітоопору у таких системах наведено на рис. 4.1 б величина M_0 0,56% при полі коерцетивності 12 мТл.

4.1.2 Вплив геометрії магнітного поля на магніторезистивні властивості спін-вентильних систем

У ході експериментального дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних систем було вивчено плівкові системи з СІР геометрією протікання струму: Au(1 нм)/Co(3 нм)/**Au**(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (спін-вентиль №1); Au(1 нм)/Co(3 нм)/**Cu**(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (спін-вентиль №2); Au(1 нм)/Co(20 нм)/**Au**(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (спін-вентиль №3); Au(1 нм)/Co(20 нм)/**Cu**(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (спін-вентиль №4) в залежності від напрямку дії зовнішнього магнітного поля. Зразки представляють собою спін-вентильні системи, особливість яких полягає у відмінності матеріалу немагнітного прошарку (Cu або Au) та різниці товщини верхнього й нижнього магнітного шару Co (3 або 20 нм). На рис. 4.2 схематично зображено структуру зразків, які досліджувалися, де стрілками показані зміни компонент багатoshарових плівкових систем (шар Cu замінювався Au, товщини верхнього змінювалась на товщину нижнього магнітного шару і навпаки).

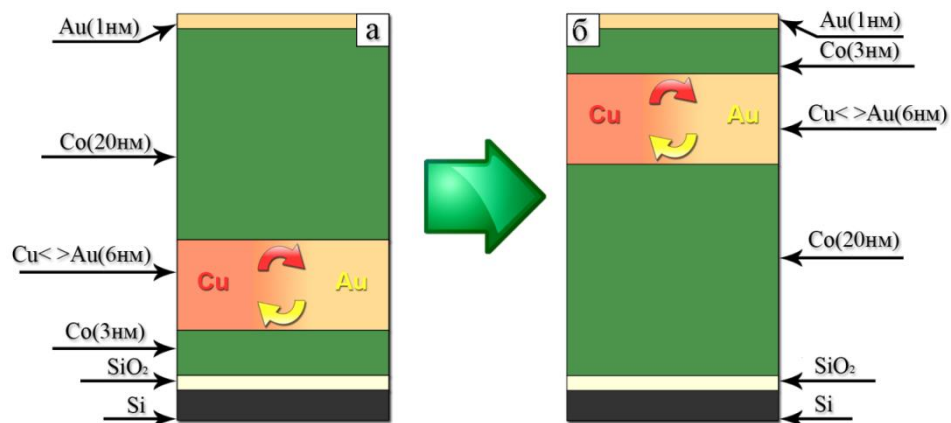


Рис. 4.2. Схематичне зображення структури досліджуваних спін-вентильних систем (стрілками показано зміни компонент багатoshарових плівкових систем), що відповідає зразкам: Au(1)/Co(20)/**Au(Cu)**(6)/Co(3)/SiO₂/Si (а); Au(1)/Co(3)/**Au(Cu)**(6)/Co(20)/SiO₂/Si (б)

Вивчення магніторезистивних властивостей спін-вентильних систем проводилося при переході від перпендикулярної до поперечної геометрії вимірювання. У результаті дослідження було отримано експериментальні залежності зміни магнітоопору від величини прикладеного зовнішнього магнітного поля при його дії під кутами $\alpha=0-90^\circ$ з кроком 10° (рис. 4.3). З рис. 4.3 видно, що суттєва зміна МО відбувається при наближенні до перпендикулярної геометрії прикладання магнітного поля, коли площина плівкової системи знаходиться під кутом $\alpha=90^\circ$ до напрямку дії зовнішнього магнітного поля. На рис. 4.4 наведено залежності зміни МО від індукції магнітного поля при її дії в інтервалі кутів $80^\circ, 85-90^\circ$ з кроком 1° . Виходячи з даних, наведених на рис. 4.3 та 4.4, узагальнені результати максимального значення зміни МО при відповідному полі коерцитивності та куті між площиною зразка та напрямом ліній магнітної індукції наведено у таблиці 4.1.

Таблиця 4.1

Узагальнені результати зміни МО для спін-вентильних систем

Система	МО, %	B_c , мТ	α , град
Au(1)/Co(3)/Au(6)/Co(20)/SiO ₂ /Si	0,8	2,76	50
Au(1)/Co(3)/Cu(6)/Co(20)/SiO ₂ /Si	0,77	2,88	30
Au(1)/Co(20)/Au(6)/Co(3)/SiO ₂ /Si	1,48	3,94	20
Au(1)/Co(20)/Cu(6)/Co(3)/SiO ₂ /Si	2,13	68,47	90

Характерними особливостями отриманих результатів дослідження є те, що величина зміни МО практично не залежить від кута α в інтервалі $\alpha=0-70^\circ$. У діапазоні $70-90^\circ$ величина МО різко зменшується у випадку спін-вентелів №1, 2 та 3 або навпаки – різко збільшується для спін-вентилів №4. Це ілюструється залежностями МО від величини B при різних кутах її орієнтації відносно площини підкладки (рис. 4.5 а). У випадку коерцитивності (рис. 4.5 б), то вона також практично не залежить від кута α в інтервалі $\alpha=0-70^\circ$, що пов'язано з наявністю осі легкого намагнічування у цьому інтервалі значень кута α , яка дозволяє намагнічувати та перемагнічувати спін-вентильні

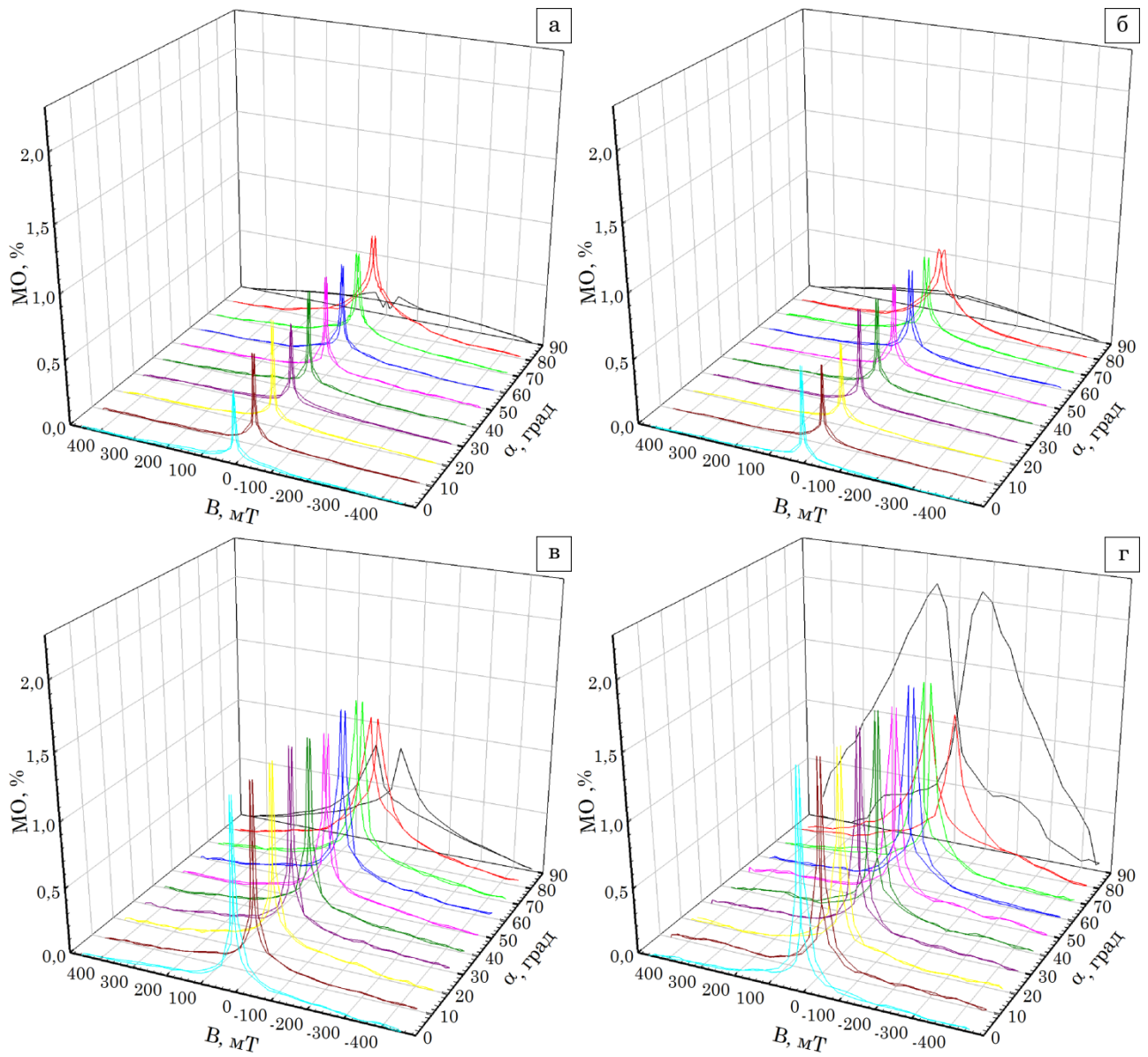


Рис. 4.3. Експериментальні залежності зміни МО від індукції магнітного поля при кутах її дії $0-90^\circ$ для спін-вентилів: №1 (а), №2 (б), №3 (в), №4 (г)

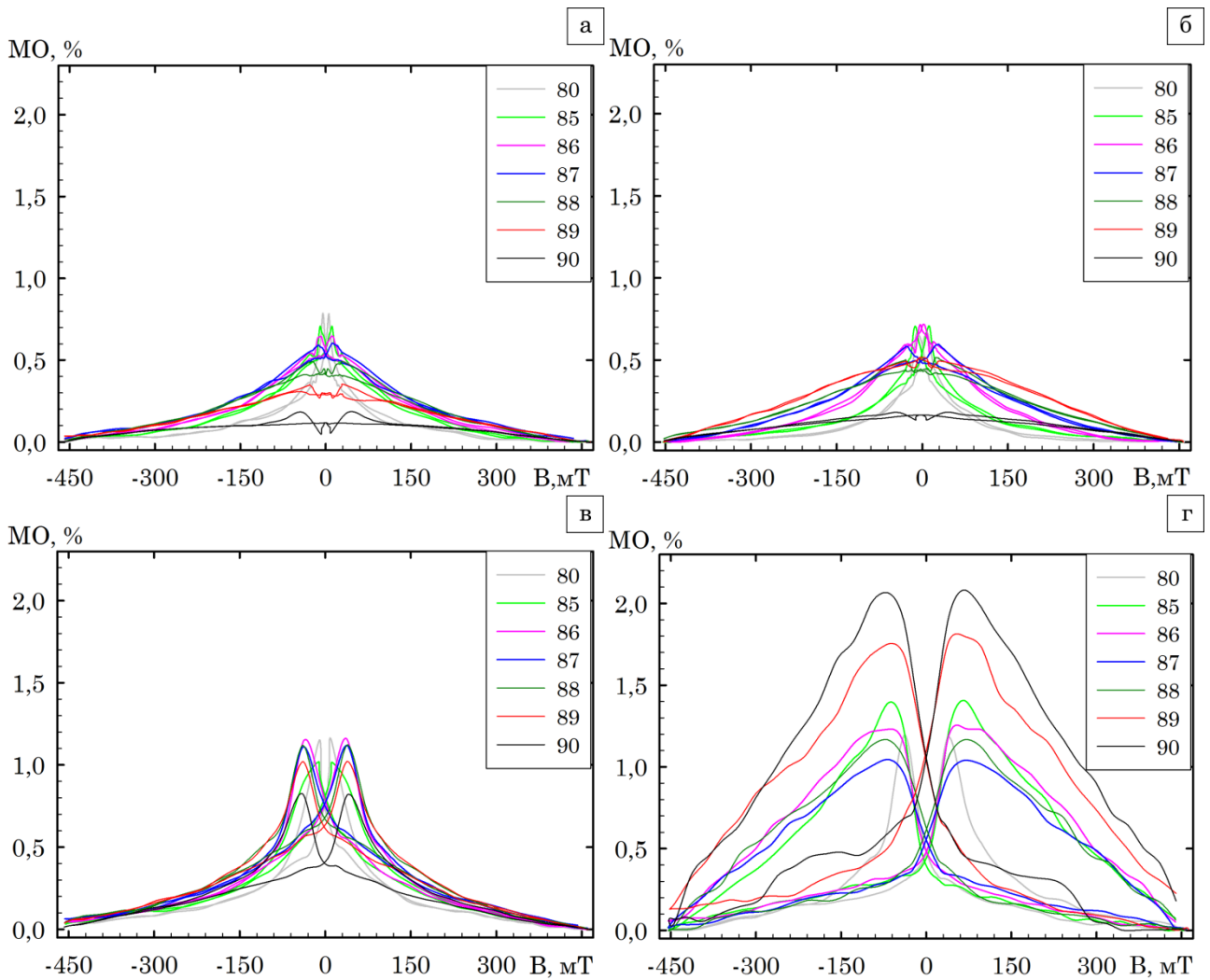


Рис. 4.4. Експериментальні залежності зміни МО від індукції магнітного поля при кутах її дії 80-90° для спін-вентилів: №1 (а), №2 (б), №3 (в), №4 (г)

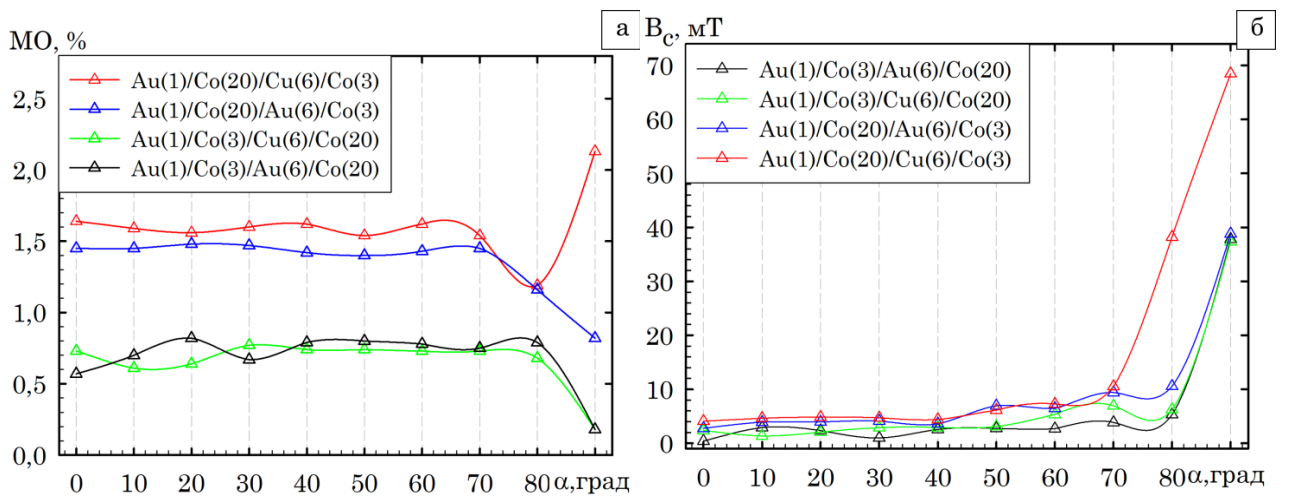


Рис. 4.5. Залежності зміни МО (а) та коерцитивної сили (б) від кута дії зовнішнього магнітного поля для спін-вентильних систем

системи при малому полі. Різке зростання коерцитивної сили в інтервалі $\alpha=70-90^\circ$ у всіх чотирьох типах спінів-вентилів можна пояснити магнітною анізотропією шару Co у площині підкладки. Для вірної інтерпретації отриманих результатів необхідно підкреслити, що спінів-вентилі №1 і 2 мають класичну структуру, в якій нижній «закріплюючий» феромагнітний шар Co(20 нм) більш магнітожорсткий у порівнянні із верхнім магнітом'яким шаром Co(3 нм), який починає перемагнічуватися при меншому значенні індукції зовнішнього магнітного поля у порівнянні із шаром Co(20 нм). Різка зміна МО якраз і відбувається в інтервалі значень індукції, коли починають перемагнічуватися шари Co(3 нм) і Co(20 нм), що відбувається, скоріше за все, в інтервалі $\alpha=70-90^\circ$. Перестановка цих шарів місцями у спінів-вентиліях №1 і 3 не призводить до зміни характеру залежності МО і V_c від кута α за виключенням спінів-вентиліа №4. Особливість його структури полягає в тому, що шар Co(3 нм) межує із шаром Cu(6 нм), утворюючи твердий розчин т.р. (Cu, Co) із необмеженою розчинністю і елементами гранульованого стану ще на етапі конденсації багат шарової плівкової системи, як це описано у роботах [155, 162]. Особливість перемагнічування шару т.р. і призводить до «аномальної» залежності МО від α . При заміні шару Cu(6 нм) на Au(6 нм) також стабілізується т.р. (Au, Co), але з дуже обмеженою розчинністю [155-163], що у значній мірі не впливає на процес перемагнічування шару Co(3 нм). У випадку закріплюючого шару Co(20 нм), він розчиняється лише частково, зберігаючи до певної міри свою індивідуальність і не призводить до значного впливу на зміну МО спінів-вентильних систем.

4.1.3 Вплив температурної обробки на магніторезистивні властивості спінів-вентильних систем

У ході експериментальних досліджень були отримані залежності зміни магнітоопору та величини коерцитивної сили для спінів-вентильних систем:

Au(1 нм) /Co(3 нм) /Au(6 нм) /Co(20 нм) /SiO₂/Si, Au(1 нм) /Co(3 нм) /Cu(6 нм) /Co(20 нм) /SiO₂/Si, Au(1 нм) /Co(20 нм) /Au(6 нм) /Co(3 нм) /SiO₂/Si, Au(1 нм) /Co(20 нм) /Cu(6 нм) /Co(3 нм) /SiO₂ /Si від прикладеного зовнішнього магнітного поля та різних геометрія його дії. На рис. 4.3 та 4.4 приведені експериментальні залежності зміни МО від зовнішнього магнітного поля В при його дії під деяким фіксованим значенням без відпалювання.

На рис. В.1 – В.8 наведено залежності зміни МО від кута α для спін-вентильних систем Au(1) /Co(3) /Au(6) /Co(20) /SiO₂/Si (див. рис. В.1, В.2), Au(1) /Co(3) /Cu(6) /Co(20) /SiO₂/Si (див. рис. В.3 та В.4), Au(1) /Co(20) /Au(6) /Co(3) /SiO₂ /Si, (див. рис. В.5. та В.6), Au(1) /Co(20) /Cu(6) /Co(3)/SiO₂/Si (див. рис. В.7 та В.8) для температур відпалювання 450-900 К. За експериментальними результатами були побудовані узагальнені кутові залежності МО (рис. 4.6). Із залежностей видно, що відпалювання до температур 450-750 К не призводить до істотних змін величини МО, але при нагріванні до 900 К має місце суттєва зміна МО для систем Au(1) /Co(20) /Au(6) /Co(3) /SiO₂ /Si (близько 0,8%) та Au(1) /Co(20) /Cu(6) /Co(3) /SiO₂ /Si (близько 1,2%). Для інших систем відпалювання до 900 К не впливає на величину МО.

Для спін-вентильної системи Au(1)/Co(20)/Cu(6)/Co(3)/SiO₂/Si нагрівання до температури 900 К призводить не лише до зміни величини МО, а і до зміни форми гістерезисної кривої (див. рис. В.7, д та В.8, д). Зміна форми кривої спостерігається при наближенні до перпендикулярної геометрії дії магнітного поля (40-90°)

Узагальнені результати кутових залежностей коерцитивної сили від температури відпалювання наведено на рис. 4.7, з яких видно, що термообробка при температурі 900 К істотно впливає лише на систему Au(1) /Co(20) /Cu(6) /Co(3) /SiO₂ /Si. Для інших систем зміна B_C спостерігається при наближенні до FPP геометрії (85-90°) і складає Au(1) /Co(3) /Au(6) /Co(20) /SiO₂ /Si – 70 мТл; Au(1) /Co(3) /Cu(6) /Co(20) /SiO₂ /Si – 82 мТл; Au(1) /Co(20) /Au(6) /Co(3) /SiO₂ /Si – 90 мТл.; та Au(1) /Co(20)/Cu(6)/ Co(3)/SiO₂/Si – 70 мТл.

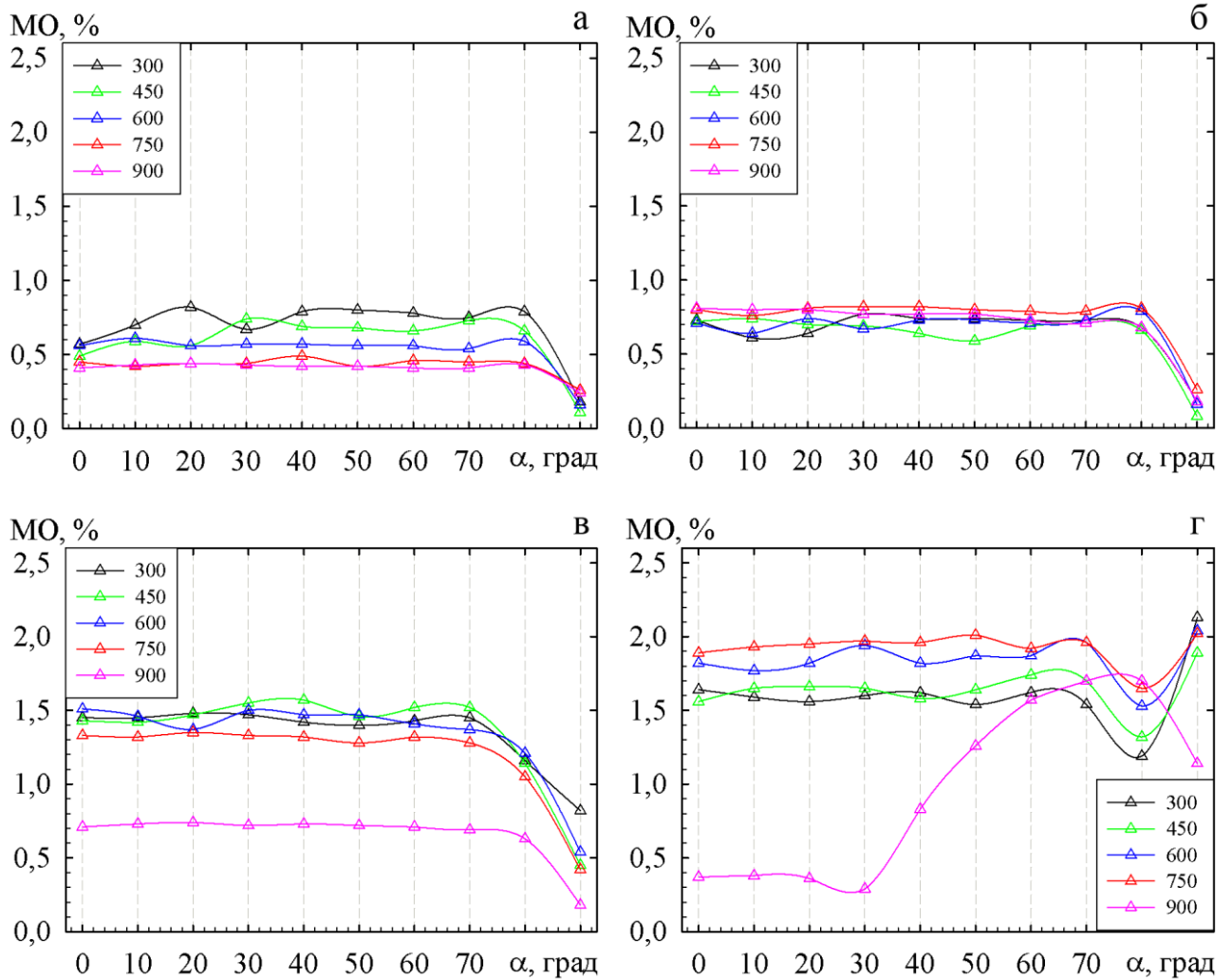


Рис. 4.6. Температурні залежності величини зміни магнітоопору від кута α для спін-вентильних систем:

Au(1 нм)/Co(3 нм)/Au(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (а),

Au(1 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (б),

Au(1 нм)/Co(20 нм)/Au(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (в),

Au(1 нм)/Co(20 нм)/Cu(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (г)

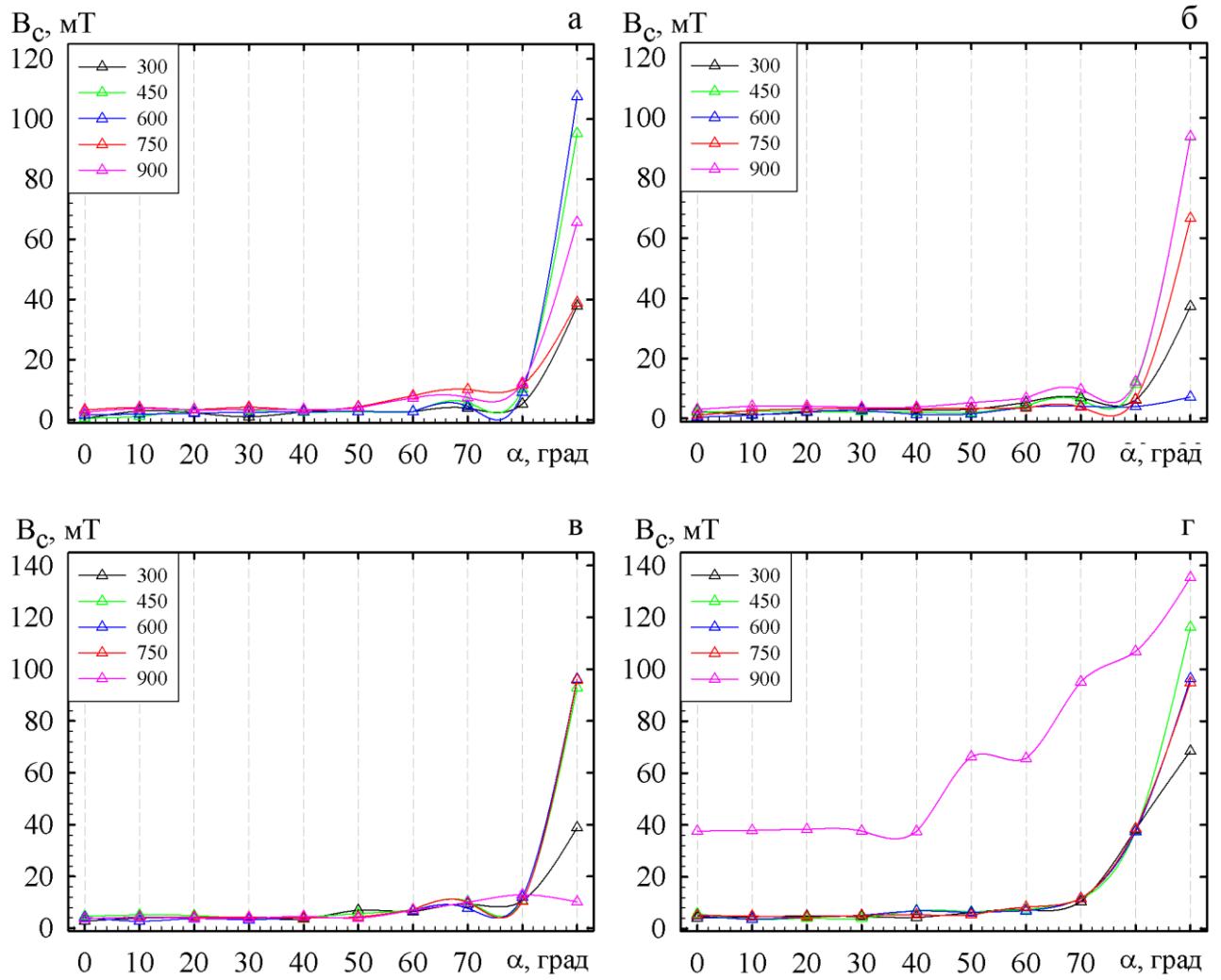


Рис. 4.7. Температурні залежності величини поля коерцитивності від кута α для спін-вентильних систем:

Au(1 нм)/Co(3 нм)/Au(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (а),

Au(1 нм)/Co(3 нм)/Cu(6 нм)/Co(20 нм)/SiO₂/Si (б),

Au(1 нм)/Co(20 нм)/Au(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (в),

Au(1 нм)/Co(20 нм)/Cu(6 нм)/Co(3 нм)/SiO₂/Si (г)

У наших спін-вентиліях немагнітний прошарок Cu або Au має межі як з магнітним шаром Co товщиною 20 нм, так і з шаром товщиною 3 нм. Відміна полягає лише в розміщенні магнітних шарів. Таким чином ймовірність утворення твердого розчину Co-Cu або Co-Au у процесі термічного відпалювання однакова в усіх варіаціях.

4.2 Магніторезистивні властивості наноструктурованих систем на основі наночастинок оксидів Fe [164]

4.2.1 Структурно-фазовий стан впорядкованих масивів наночастинок

Одним з найпоширеніших типів магнітних НЧ є оксиди заліза: вюстит (FeO), магнетит (Fe₃O₄), маггеміт (γ -Fe₂O₃) і гематит (α -Fe₂O₃). Дані НЧ мають структуру типу шпінелі [61-63] та є феромагнітними при температурі нижче 858 К.

Нами було розроблено методику отримання впорядкованих двомірних ансамблів магнітних НЧ FeO і Fe₃O₄, дослідження їх структурно-фазового стану в широкому діапазоні температур, а також було здійснено вивчення магніторезистивних властивостей у системах, що містять феромагнітні НЧ в парамагнітній чи антеферромагнітній матриці.

Для дослідження структурно-фазового стану та контролю формування впорядкованих масивів НЧ були проведені мікроскопічні зображення та дифракційні картини НЧ FeO (рис. 4.8) та Fe₃O₄ (рис. 4.9) після отримання та проведення термообробки. З рис. 4.8 а видно, що після нанесення НЧ FeO розміщуються рівномірно на підкладці, формуючи моношар впорядкованого масиву, та мають середній розмір $\bar{D} = 5,7$ нм, причому різниця в розмірах мінімальна і лежить у діапазоні $D = 4 - 8$ нм (рис. 4.10 а). Після відпалювання до температури 750 К (див. рис. 4.8 б) не спостерігається значних змін мікроструктури, форми та розмірів НЧ, при цьому середній розмір $\bar{D} = 6,2$ нм, а $D = 4 - 10$ нм (рис. 4.10 б).

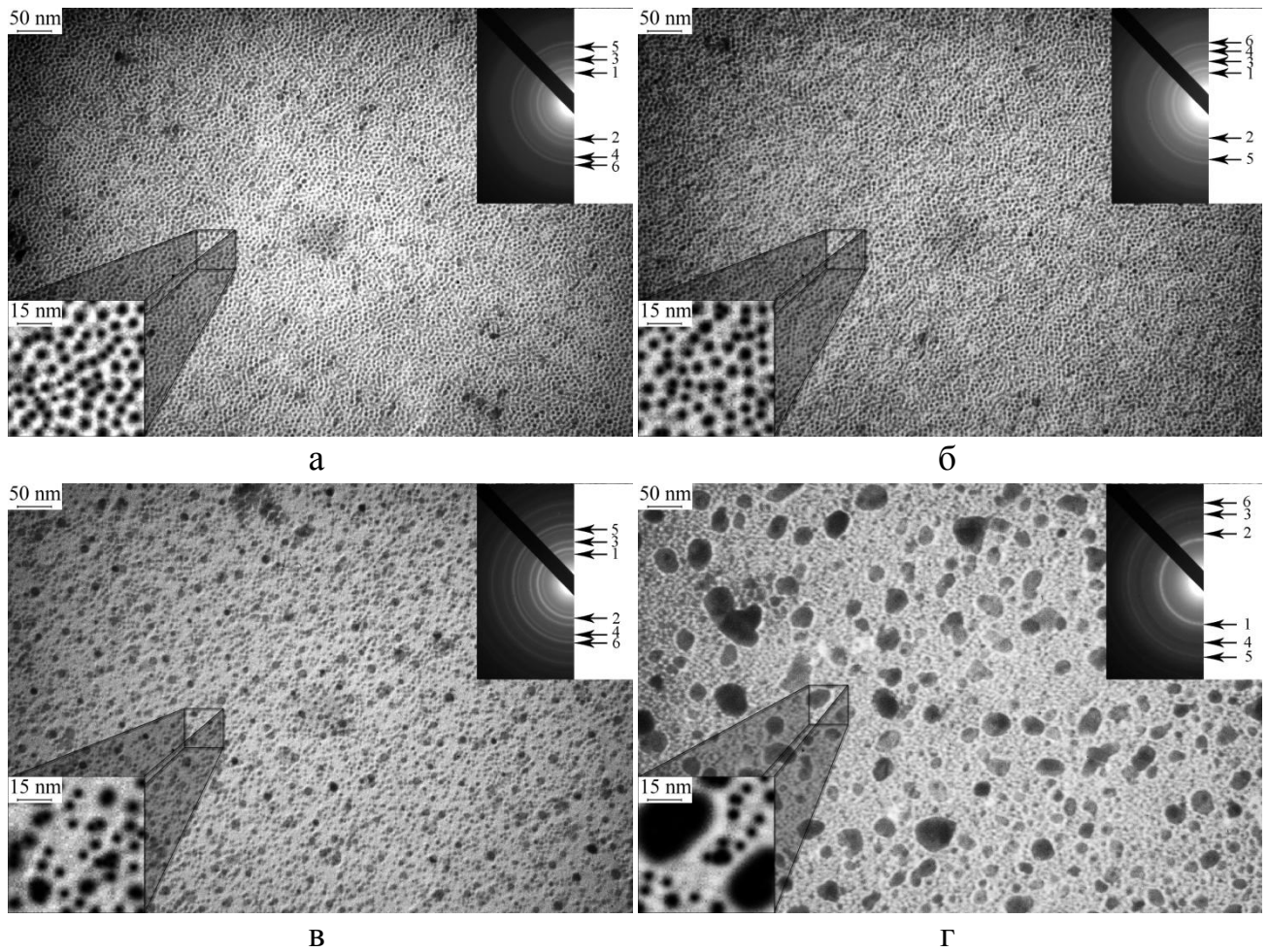


Рис. 4.8. Мікроструктура, електронограма та розподіл за розміром впорядкованих масивів НЧ FeO без відпалювання (а) та після термообробки до температур 750 (б), 900 (в), 1200 К (г). Стрілками на електронограмах показані номери ліній в таблиці 4.2

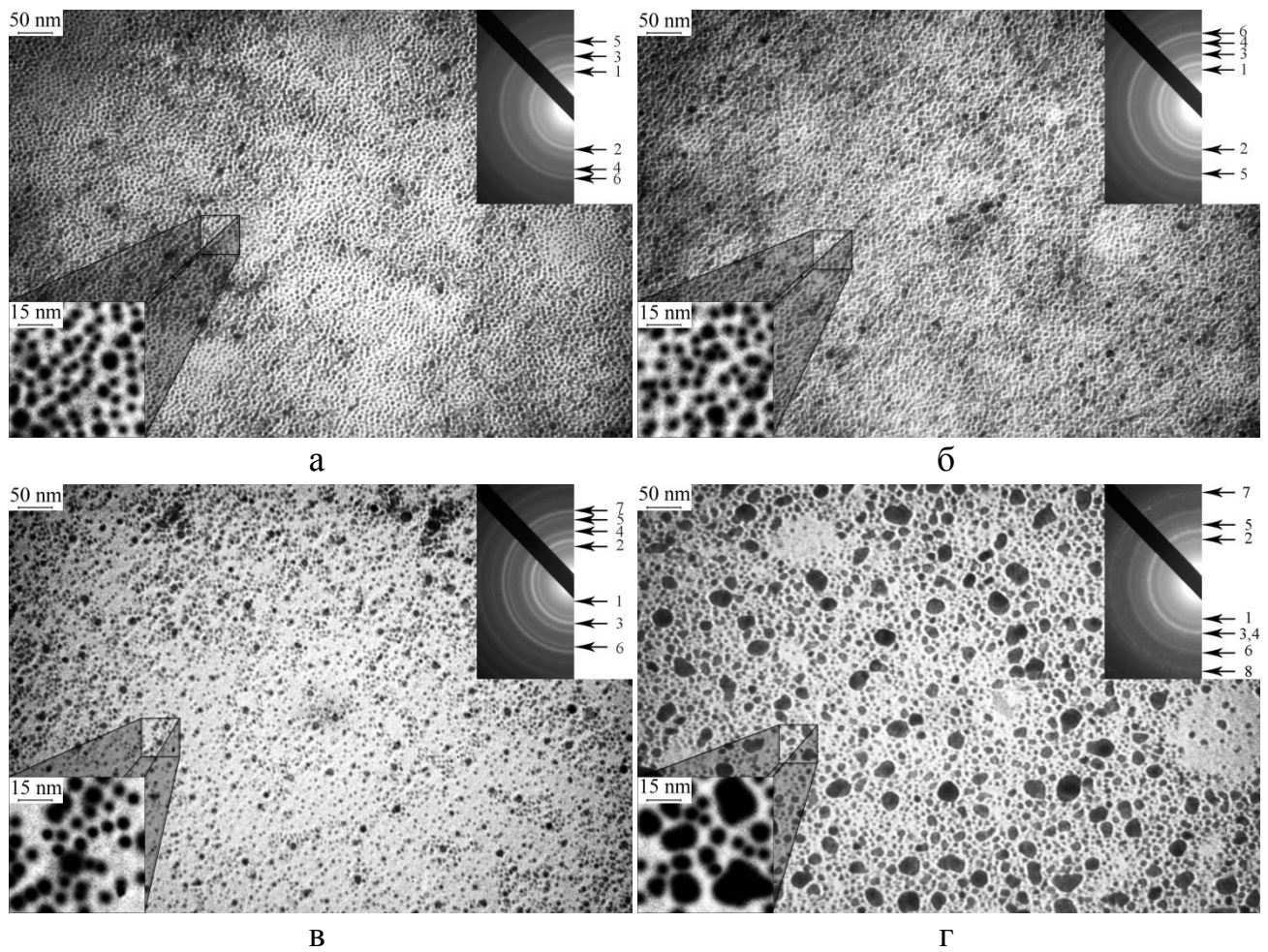


Рис. 4.9. Мікроструктура, електроннограма та розподіл за розміром впорядкованих масивів НЧ Fe_3O_4 без відпалювання (а) та після термообробки до температур 750 (б), 900 (в), 1200 К (г). Стрілками на електроннограмах показані номери ліній в таблиці 4.3

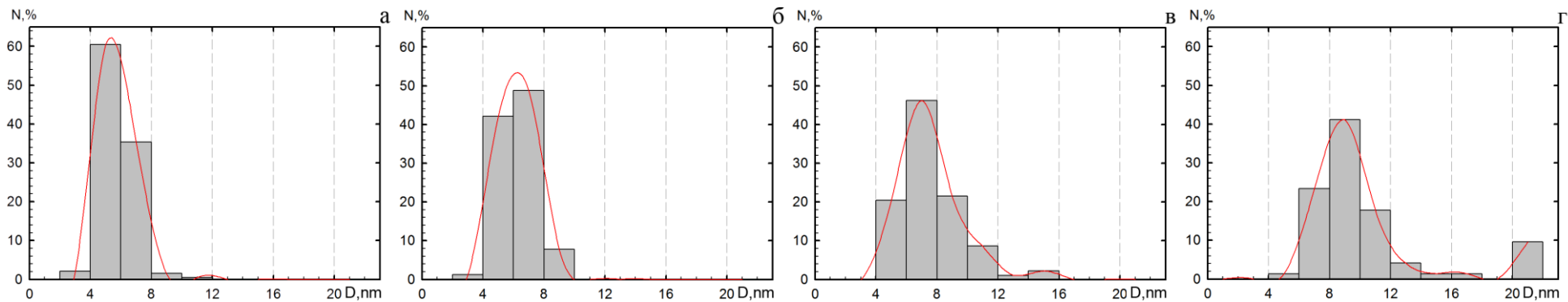


Рис. 4.10. Розподіл за розміром впорядкованих масивів НЧ FeO до (а) та після термообробки до температур 750 (б), 900 (в), 1200 К (Г)

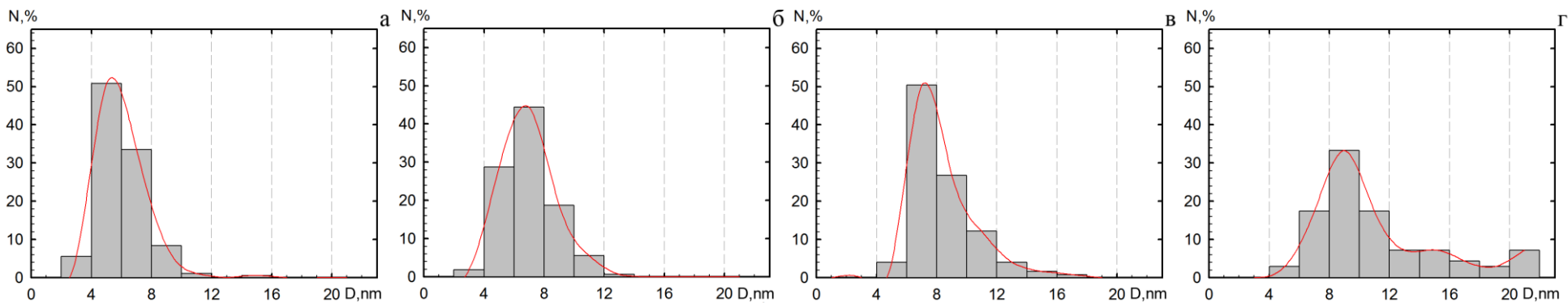


Рис. 4.11. Розподіл за розміром впорядкованих масивів НЧ FeO до (а) та після термообробки до температур 750 (б), 900 (в), 1200 К (Г)

Відпалювання до температури 900 К (див. рис. 4.8 в) призводить до укрупнення НЧ до $\bar{D} = 7,5$ нм, а діапазон розподілу за величиною збільшується і складає $D = 4 - 12$ нм (див. рис. 4.10 в). Після відпалювання до 1200 К (див. рис. 4.8 г) спостерігається подальша коагуляція НЧ з $\bar{D} = 10,9$ нм і з'являються частинки з розміром $D = 20 - 30$ нм (див. рис. 4.10 г). У випадку НЧ Fe_3O_4 після нанесення (див. рис. 4.9, а) спостерігається також впорядковане розміщення моношарового масиву частинок на підкладці, як і у випадку НЧ FeO , та при цьому середній розмір складає $\bar{D} = 6,0$ нм, а інтервал розмірів $D = 2 - 10$ нм (рис. 4.11 а). Після відпалювання до температури 750 К (див. рис. 4.9 б) реєструється також незначне збільшення $\bar{D} = 6,8$ нм та $D = 4 - 12$ нм (див. рис. 4.11 б). Відпалювання до 900 К (див. рис. 4.16, в) аналогічно НЧ FeO призводить до укрупнення НЧ Fe_3O_4 з $\bar{D} = 8,4$ нм и $D = 4 - 14$ нм (див. рис. 4.11 в). Після подальшого нагрівання до 1200 К (див. рис. 4.8 г) можна бачити, що з'являються частинки різного розміру з $\bar{D} = 11,6$ нм, а інтервал розмірів НЧ розширюється і складає $D = 4 - 40$ нм (див. рис. 4.11 г).

Узагальнені результати залежності середнього розміру НЧ FeO та Fe_3O_4 від температури відпалювання наведені на рис. 4.12. Як можна бачити, для обох кривих спостерігається характерна зміна при температурі між 750 та 900 К.

У ході дифракційних досліджень були отримані зображення у режимі дифракції електронів. На рис. 4.8 і 4.9 (вставки) наведені результати, де стрілками вказані лінії від кристалографічних площин. Як табличні дані для порівняння були використані параметри решітки: $a_0 = 0,428$ нм (FeO); $a_0 = 0,840$ нм (Fe_3O_4); $a_0 = 0,504$ нм і $c_0 = 1,375$ нм ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$); $a_0 = 0,840$ нм ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$); $a_0 = 0,286$ нм ($\alpha\text{-Fe}$) [166, 168]. Результати розшифрування отриманих електронограм наведено у табл. 4.2 та 4.3, із яких видно, що НЧ мають гранецентровану кубічну решітку типу шпінелі. Представлені на електронограмах максимуми відповідають кристалографічним площинам

(111), (220), (311), (400), (422), та (511). Можна бачити, що у обох типах НЧ відразу після їх препакування на підкладці до відпалювання спостерігається значне зменшення міжплощинних відстаней та параметру решітки у порівнянні з табличними значеннями для масивних зразків, що свідчить про стиснення кристалічної решітки у НЧ. Аналогічні результати були отримані авторами роботи [91], де також спостерігалось зменшення параметрів решітки наночастинок магнетиту.

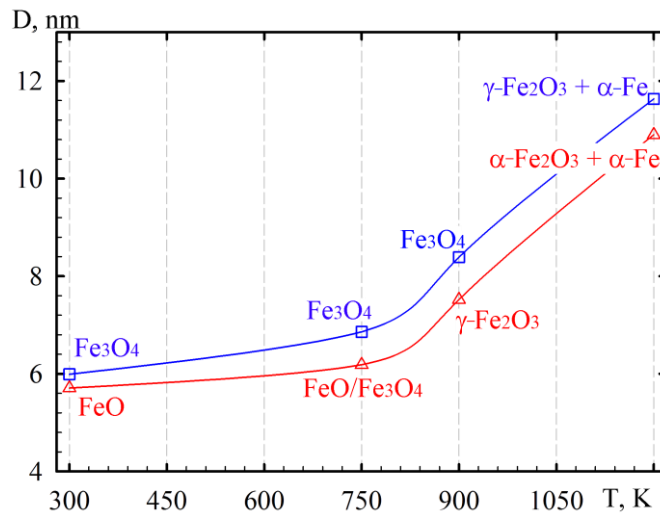


Рис. 4.12. Залежність середнього розміру НЧ оксидів заліза від температури відпалювання

У зв'язку з цим не можна у значній мірі інтерпретувати якій саме фазі відповідають значення d_{hkl} . Також на присутність декількох фаз вказує розмиття ліній, але у випадку НЧ Fe₃O₄ лінії є більш чіткими і при подальшому відпалюванні з'являються лінії з d_{hkl} , що відповідають табличним значенням магнетиту та лінії характерні ОЦК фазі α -Fe.

У випадку НЧ FeO допалювання лінії нечіткі та розмиті, що може вказувати на існування кількох оксидних фаз (Fe₃O₄ та FeO). Після відпалювання до 750 K спостерігаються величина d_{hkl} , що характерні лініям магнетиту, після відпалювання до температури 900 K спостерігається окиснення до фази γ -Fe₂O₃, а після 1200 K спостерігаються лінії від фази α -

Fe_2O_3 та лінії, що характерні фазі $\alpha\text{-Fe}$. Таке перетворення можна описати рівнянням:



де стрілками показані процеси окиснення у ході термічної обробки.

Узагальнені результати залежності міжплощинних відстаней від температури відпалювання (T_g) наведено на рис. 4.13, де пунктирними лініями показані табличні значення d_{hkl} для масивних зразків, а точками – розраховані з електронограм.

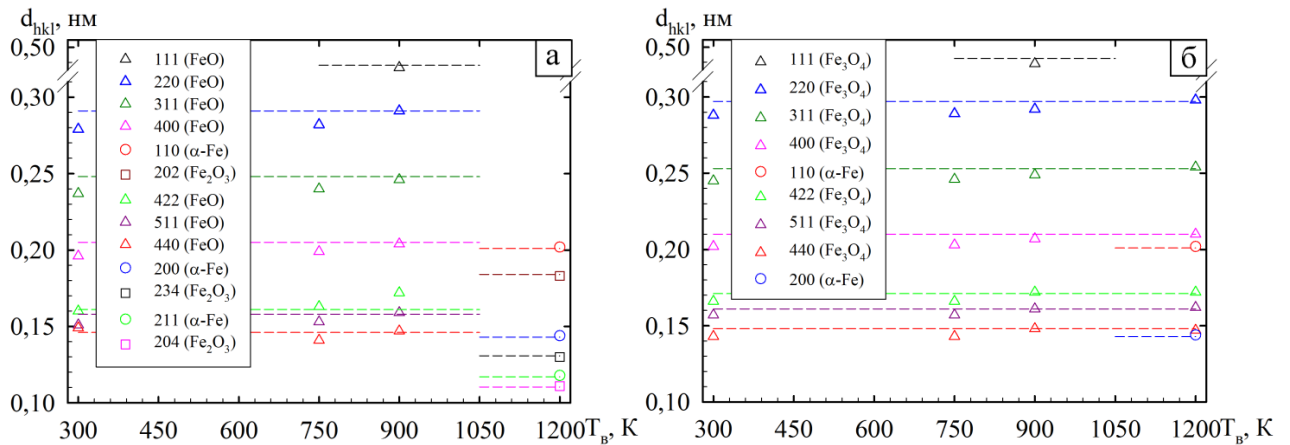


Рис. 4.13. Залежність міжплощинних відстаней d_{hkl} від температури відпалювання T_g для НЧ FeO (а) та Fe_3O_4 (б), пунктирними лініями показані табличні значення параметру d_{hkl} для масивних зразків

З рисунка видно, що зі зростанням T_g спостерігається поступове збільшення параметрів кристалічної решітки і наближення їх до табличних значень для обох типів частинок. При відпалюванні НЧ FeO до 900 К фіксується поява оксидної фази $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, а при 1200 К – фази $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ та $\alpha\text{-Fe}$ (див. рис. 4.13 а). Для НЧ Fe_3O_4 фіксується поява оксиду $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ та $\alpha\text{-Fe}$ при нагріванні до 1200 К (див. рис. 4.13 б). Узагальнюючи отримані результати розшифрування дифракційних картин, наведених у таблиці 4.2, можна зробити

висновок, що термообробка призводить до розпаду оксиду заліза FeO на оксид Fe₃O₄ та α-Fe, ліній від якого після відпалювання до температури 900 К на електронограмах не спостерігається. Розпад відповідно діаграмі стану [167] проходить при температурі $T_g = 833$ К за рівнянням:



Після розпаду можливе подальше окиснення до маггеміту γ-Fe₂O₃ з ГЦК структурою типу шпінелі та параметром решітки $a=0,840$ нм, що, як показано авторами роботи [165] ідентично параметру решітки магнетиту і на електронограмах неможливо однозначно розділити дві фази. На нашу та думку авторів роботи [165] процес окиснення проходить у процесі дифузії катіонів заліза Fe²⁺ від центру частинок до поверхні, де катіони вступають в реакцію з киснем залишкової атмосфери, формуючи тонкий шар маггеміту, який збільшується внаслідок збільшення швидкості дифузії при температурній обробці зразків. Подальше нагрівання призводить до окиснення до гематиту α-Fe₂O₃ з параметрами гексагональної решітки $a = 0,504$ нм та $c = 1,375$ нм [167].

У випадку НЧ Fe₃O₄ (табл. 4.3) нагрівання призводить до зміни параметру решітки, а після відпалювання до $T_g = 900$ К – до окиснення до маггеміту γ-Fe₂O₃. При подальшому нагріванні до 1200 К спостерігається лише фаза α-Fe без перетворення в гематит.

4.2.2 Магніторезистивні властивості наноструктурованих елементів спінівентильних систем

У ході дослідження магніторезистивних властивостей системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/FeO(НЧ)/SiO₂/Si були отримані залежності

Таблиця 4.2

Результати розшифрування електронogram від НЧ FeO

Температура відпалювання, К													
	300			750			900			1200			
№ лін.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	
1	0,279	220	FeO	0,282	220	FeO/Fe ₃ O ₄	0,291	220	γ-Fe ₂ O ₃	0,202	110	α-Fe	
2	0,237	311	FeO	0,240	311	FeO/Fe ₃ O ₄	0,246	311	γ-Fe ₂ O ₃	0,183	024	α-Fe ₂ O ₃	
3	0,196	400	FeO	0,199	400	FeO/Fe ₃ O ₄	0,204	400	γ-Fe ₂ O ₃	0,145	300	α-Fe ₂ O ₃	
4	0,16	422	FeO	0,163	422	FeO/Fe ₃ O ₄	0,172	422	γ-Fe ₂ O ₃	0,144	200	α-Fe	
5	0,151	333	FeO	0,153	333	FeO/Fe ₃ O ₄	0,159	333	γ-Fe ₂ O ₃	0,129	119	α-Fe ₂ O ₃	
6	0,149	440	FeO	0,141	440	FeO/Fe ₃ O ₄	0,147	440	γ-Fe ₂ O ₃	0,101	220	α-Fe	
			$\bar{a}=0,795$ нм				$\bar{a}=0,797$ нм				$\bar{a}=0,825$ нм		
											$\bar{a}=0,500$ нм		
											$\bar{c}=1,365$ нм		
											$\bar{a}(\alpha\text{-Fe})=0,287$ нм		
$a_0(\text{FeO})=0,428$ нм [166]; $a_0(\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3)=0,504$ нм, $c_0(\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3)=1,375$ нм [166] $a_0(\text{Fe}_3\text{O}_4)=0,840$ нм [166]; $a_0(\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3)=0,840$ нм [166]; $a_0(\alpha\text{-Fe})=0,286$ нм [166]													

(рис. Г.1 та Г.2) зміни магнітоопору до (а) і після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 (д) для декількох фіксованих напрямів дії магнітного поля відносно зразка, магнітного поля, направлено вздовж протікання струму та перпендикулярного площині зразка $\alpha=0$ та 90° відповідно[164].

На рис. Г.3 та Г.4 наведені аналогічні залежності для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/Fe₃O₄(НЧ)/SiO₂/Si, які ілюструють внесок в електричний опір розсіювання електронів на феромагнітних частинках з урахуванням напрямку їх спінів. Максимальний МО спостерігається при довільному напрямі намагніченості феромагнітних частинок. Зі збільшенням величини зовнішнього магнітного поля вектори намагніченості феромагнітних частинок орієнтуються вздовж напрямку ліній магнітного поля. У результаті спінова складова розсіювання електронів провідності зменшується, магнітоопір приймає мінімальне значення. Таким чином, крива магнітоопору має немонотонний характер, містить один максимум, причому несиметрична відносно нього через залишкову намагніченість системи. При цьому криві магнітоопору для магнітних полів протилежного знаку є дзеркальними і симетричними відносно осі ординат.

Враховуючи експериментальні залежності (див. рис. Г.1 – Г.4) були побудовані кутові залежності магнітоопору (а) і коерцитивної сили (б), які наведені на рис. 4.14 та 4.15. Як можна бачити, коерцитивна сила для обох систем збільшується з ростом температури відпалювання (див. рис. 4.14 б та 4.15 б). Це зумовлено концентраційним ефектом. Як видно з рис. 4.10 та 4.11, з підвищенням температури відпалювання НЧ укрупнюються, а їх число зменшується (гістограми зміщуються вправо, площа під ними зменшується). Ці зміни відбуваються в області розмірів, коли частинки залишаються однодоменними і переважно знаходяться в суперпарамагнітному стані. Лише невелика кількість частинок (в правій частині гістограми) знаходиться у феромагнітному стані. Їх концентрація збільшується при збільшенні

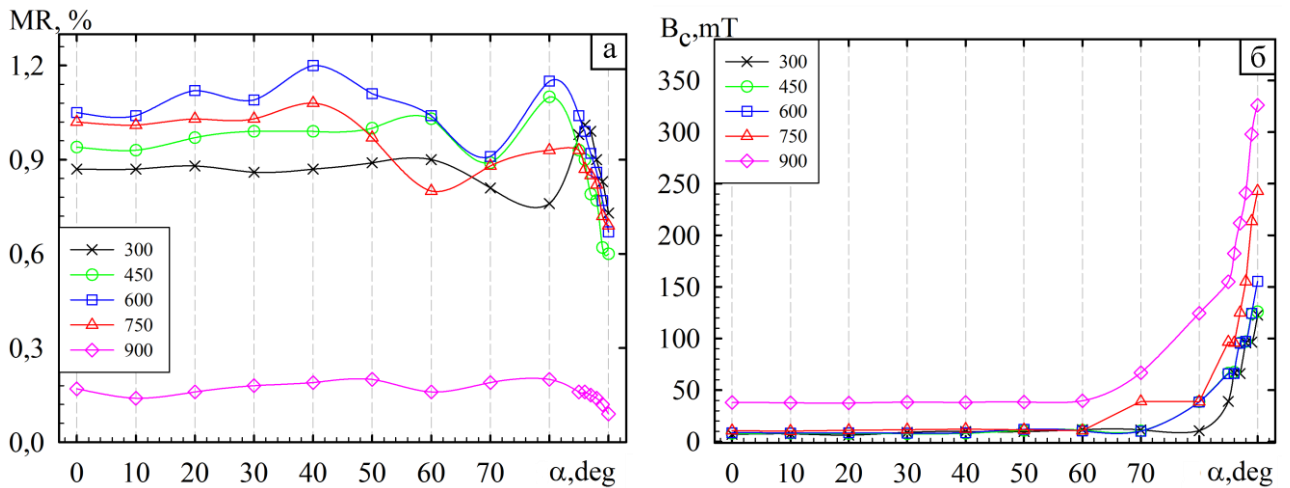


Рис. 4.14. Кутові залежності зміни МО (а) та поля коерцитивності (б) при відпалюванні для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/FeO(НЧ)/SiO₂/Si

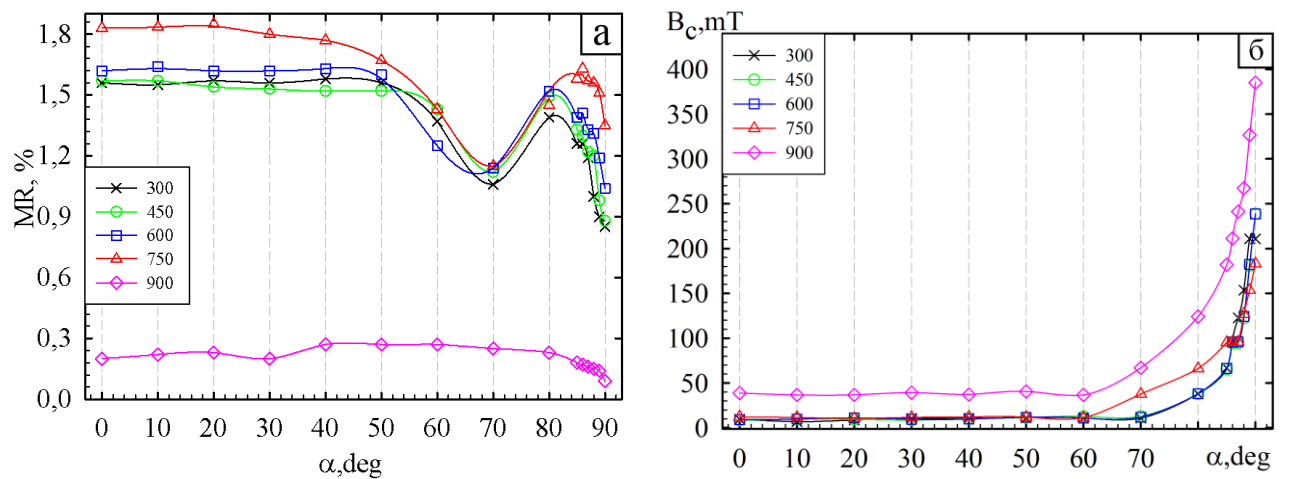


Рис. 4.15. Кутові залежності зміни МО (а) та поля коерцитивності (б) при відпалюванні для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/Fe₃O₄(НЧ)/SiO₂/Si

температури відпалювання. При цьому відстані між НЧ зменшуються і вони взаємодіють між собою через свої магнітні поля розсіювання. У нашому випадку частинки однодоменні, а значить магнітний потік замикається поза ними. Протяжність таких полів розсіювання становить величину порядку розмірів доменів. Якщо перемагнічування носить когерентний характер, то магнітні моменти частинок повертаються паралельно один одному. Цей процес вимагає великих полів, ніж у випадку окремої частинки, тобто як наслідок коерцитивна сила збільшується.

Зміна коерцитивної сили НЧ при відпалюванні не пов'язана з їх розмірною залежністю. Вона збільшується зі зменшенням числа доменів, але в наших дослідженнях ми припускаємо, що феромагнітні частинки завжди залишалися однодоменними. Виходячи з електронно-мікроскопічних досліджень можна зробити висновок про те, що цей ефект не пов'язаний з кристалографічною анізотропією, анізотропією форми частинок, утворенням ланцюжків частинок, наприклад, внаслідок декоруювання феромагнітними частинками атомних сходинок сколу монокристалічної підкладки.

Коерцитивна сила для обох систем найбільш різко змінюється в діапазоні кутів $60^\circ < \alpha < 90^\circ$ (приймає максимальне значення при $\alpha = 90^\circ$). МО характеризується немонотонною кутовою залежністю (рис. 4.14 та 4.15).

Кутові залежності коерцитивної сили і магнітоопору пов'язані з наявністю осей легкого намагнічування. Ми припускаємо, що використання монокристалічної підкладки та проведення відпалювання зумовлює переважну орієнтацію феромагнітних частинок в парамагнітній матриці. Напрямок осі легкого намагнічування α визначається «провалом» (локальним мінімумом) на кутових залежностях магнітоопору. Для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/FeO(НЧ)/SiO²/Si без відпалювання $\alpha = 80^\circ$, відпалювання при T=450 і 600 К призводить до зміщення осі легкого намагнічування до 70° , і подальша термообробка при 750 і 900 К спричиняє зміщення осі до 60° (див. рис. 4.14, а). Цей зсув добре корелює з фазовими переходами у ході відпалювання зразка: $\text{FeO} \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \alpha\text{-Fe}$ (див. табл. 4.2 та

верхню криву на рис. 4.12).

Для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/Fe₃O₄(НЧ)/SiO₂/Si без відпалювання, а також при відпалюванні при 450, 600 і 750 К «провал» (локальний мінімум) на кутових залежностях магнітоопору спостерігається при одному і тому ж значенні $\alpha^*=70^\circ$. Також не змінюється і фаза Fe₃O₄ після відпалювання аж до температури 750 К (див. таблицю 4.3 та нижню криву на рис. 4.12).

Окремо необхідно описати результати відпалювання при температурі 900 К, оскільки для обох розглянутих систем воно призводить до суттєвого зменшення магнітоопору. Через його невелике значення (незначне перевищення над шумом) не можна однозначно виділити характерні області на кутових залежностях МО. Процесом, що призводить до зменшення магнітоопору в цілому, може бути утворення оксидного непровідного приповерхневого шару міді (CuO₂ або CuO) та формування тривимірної структури НЧ, як це схематично показано на рис. 4.16.

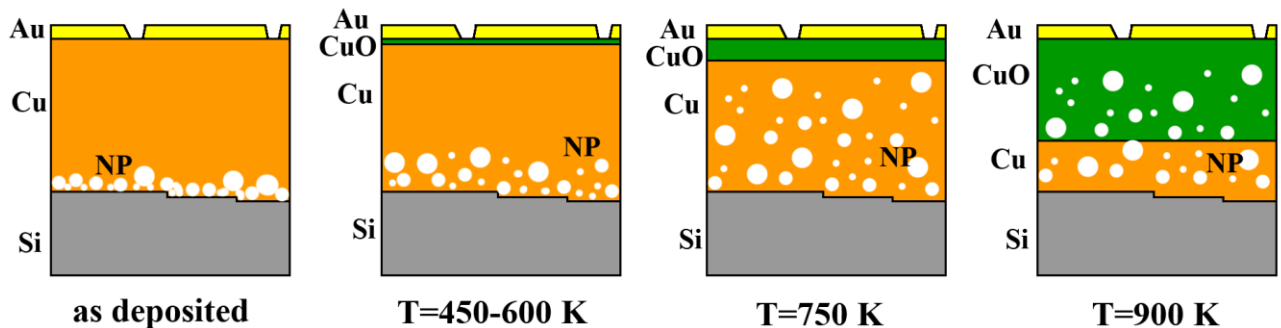


Рис. 4.16. Схематична модель формування тривимірної системи НЧ у немагнітній провідній та діелектричній матрицях

Висновки до розділу 4

1. Проведені вимірювання МО спін-вентильних приладових систем на основі Co та Cu дозволяють оцінити вплив зміни немагнітного прошарку (Cu або Au) та товщини магнітних шарів на величину МО та коерцитивності.

2. Встановлено, що у випадку немагнітного прошарку Cu MO має перевагу лише при більшій товщині (20 нм) «незакріпленого» шару Co. В інших випадках матеріал немагнітного прошарку не вносить суттєвих змін.
3. Встановлено, що при використанні «незакріпленого» шару Co більшої товщини ніж «закріпленого» спостерігається значний приріст величини MO на 0,68% при використанні немагнітного прошарку Au та на 1,36% у випадку Cu, але при цьому спостерігається аномальна залежність від напряму дії магнітного поля, що пояснюється утворенням твердого розчину з необмеженою розчинністю (Co, Cu) та з обмеженою розчинністю (Co, Au).
4. Проведення структурно-фазових досліджень та вимірювання MO наноструктурованих систем на основі НЧ оксидів Fe без відпалювання та після термообробки при різних температурах у залежності від геометрії вимірювання дозволило встановлено залежність MO від фазових перетворень оксидів Fe, що відбуваються у системі Me/НЧ/П. У результаті проходження твердофазних реакцій спостерігається поступова зміна величини MO близько ~30% для НЧ FeO та ~20% для Fe₃O₄. У ході термообробки 900 К спостерігається суттєве зменшення MO для обох типів НЧ, що може бути пов'язано з утворенням тривимірного ансамблю НЧ у непровідній діелектричній матриці

ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі розв'язана задача стосовно встановлення особливостей магніторезистивних та оптичних властивостей спін-вентильних приладових систем на основі плівок Co, Fe, Cr, Cu(Au) та структурних особливостей формування наноструктурованих елементів спін-вентильних систем на основі наночастинок оксидів Fe і впливу дифузійних процесів та твердофазних реакцій на їх робочі характеристики (магнітоопір та коерцитивність). У роботі отримані такі наукові і практичні результати.

1. Методами нуль-еліпсометрії та МОКЕ вивчено вплив дифузійних процесів та фазоутворення на оптичні та магнітооптичні властивості спін-вентильних приладових систем на основі плівок Co, Fe, Cr та Cu:

– проаналізовано вплив зміни товщини немагнітного прошарку Cu та термообробки на оптичні властивості спін-вентильних систем та встановлено, що незначне збільшення товщини (із кроком 2 нм) проміжного шару багатошарової плівкової системи з урахуванням чутливості методу призводить до суттєвих змін кутів поляризації (Δ на $1,076^\circ$, а Ψ на $0,354^\circ$), що дає можливість з високою точністю оцінити оптичні параметри та товщину окремих шарів спін-вентильної системи;

– запропонована методика, що враховує дифузійні процеси та твердофазні реакції, які відбуваються у системі під час температурної обробки, для розрахунку оптичних параметрів та товщини як окремих, так і проміжних шарів багатошарової плівкової системи;

– установлено, що у плівкових системах на основі Fe і Cr суттєва зміна оптичних параметрів і коерцитивності відбувається при температурах більше 600 К, що пояснюється формуванням твердого розчину (Fe, Cr) по усій товщині плівкової системи.

2. Уперше розраховані оптичні параметри та товщини окремих проміжних шарів гранульованих твердих розчинів (Cu, Co) спін-вентильних

систем та показано, що до температури відпалювання 750 К не відбувається істотних змін оптичних характеристик систем, що свідчить про неінтенсивні дифузійні процеси; термообробка при 900 К призводить до значних змін експериментальних даних, отриманих методом нуль-еліпсометрії, що пояснюється розмиттям інтерфейсів та формуванням гранульованого твердого розчину по усьому об'єму спіні-вентилів.

3. Проаналізовано вплив матеріалу немагнітного прошарку та конфігурації магнітних шарів спіні-вентильних систем на магніторезистивні властивості:

– встановлено, що у випадку немагнітного прошарку Cu МО збільшується лише при відносно великій товщині (20 нм) «незакріпленого» шару Co; в інших випадках матеріал немагнітного прошарку не вносить суттєвих змін у величину магнітоопору;

– при використанні «незакріпленого» шару Co більшої товщини (20 нм), ніж «закріпленого» (3 нм), спостерігається значний приріст величини МО на 0,68% при використанні немагнітного прошарку Au та на 1,36% у випадку Cu, але при цьому спостерігається аномальна залежність від напрямку дії магнітного поля, що пояснюється утворенням твердого розчину з необмеженою розчинністю (Cu, Co) та з обмеженою розчинністю (Au, Co).

4. Методом просвічуючої електронної мікроскопії вивчено особливості формування впорядкованих масивів наночастинок та їх структурно-фазового стану. Визначено оптимальні умови формування впорядкованого моношару наночастинок з середнім розміром 6 нм. У ході термообробки проаналізовано фазові перетворення, що відбуваються у НЧ.

5. Досліджено вплив фазових перетворень в оксидах Fe, що відбуваються у системі металева плівка/НЧ/підкладка, на магнітоопір наноструктурованих систем на основі НЧ оксидів Fe без відпалювання та після термообробки при різних температурах залежно від геометрії вимірювання. У результаті проходження твердофазних реакцій спостерігається поступова

зміна величини МО (до 30% при НЧ FeO та до 20% при НЧ Fe₃O₄). Після термообробки при 900 К спостерігається суттєве зменшення МО для обох типів НЧ, що може бути пов'язано з утворенням 3-вимірного ансамблю НЧ у непровідній діелектричній матриці.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Baibich M.N. Magnetoresistance of (001) Fe/(001) Cr Giant magnetic superlattices / Baibich M.N., Broto J.M., Fert A. et al. // Phys. Rev. Lett.– 1988.– V.61, № 21.– P.2472–2475.
2. Нобелівська премія з фізики 2007р. – http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/2007/index.html
3. Balkonyi I. Electrodeposited multilayer films giant magnetoresistance (GMR): Progress and problems / I. Balkonyi, L.Peter // Progress in Materials Science.– 2010.– V.55.– P.107-245.
4. Гігантський магнітоопір – http://ru.wikipedia.org/wiki/Гигантское_магнетосопротивление#cite_note-9
5. O’Handley RC. Modern magnetic materials – principles and applications.– New York:Wiley, 2000.–P.250
6. Grunberg P. Layered magnetic structures in research and application//Acta Mater, 2000.–V.48.–P.51-239.
7. Проценко С.І. Феноменологічна модель електрофізичних властивостей гранульованих плівкових сплавів / Проценко С.І., Однодворець Л.В., Чешко І.В. // Вісник СумДУ. Серія «Фізика, математика, механіка».– 2008.– №1.– С.22-27.
8. Чешко І.В. Магнітооптичні та магніторезистивні властивості плівкових функціональних елементів на основі Со і Сu та Au / Чешко І.В., Проценко С.І., Шіфаловіч П. // Вісник СумДУ. Серія «Фізика, математика, механіка».– 2008.– №2.– С.106-110.
9. X. Tang Polarized current changes the exchange bias in current-in-plane spin valve / X. Tang, H.-W. Zang, H. Su, Y.-L. Jing, Z.-Y. Zhong //J. Magn. Magn. Mater.– 2009.– V.321.– P. 1851-1855.
10. D.Z. Yang Training the recovery behaviors of exchange bias in FeNi/Cu/CoFeMn spin valves at high field sweep rates / D.Z. Yang,

- A. Kapelrud, M. Saxegaard, E. Wahlstrom // *J. Magn. Magn. Mater.*– 2012.– V.324.– P. 3223-3226.
11. Третьяк О.В., Львов В.А., Барабанов О.В. Фізичні основи спінової електроніки. – Київ: КНУ, 2002. – 314 с.
 12. G. Li. Spin valve sensors for ultrasensitive detection of supermagnetic nanoparticles for biological application / G. Li, S. Sun., R.J. Wilson, R.L. White, N. Pourmand, S.X. Wang // *Sensor Actuator.*– 2006.– V.126.– P. 98-106.
 13. Y. Fuji Formation of a nanobarrel structure in CPP-GMR spin-valve films / Y. Fuji, H. Yuasa, H. Fukuzawa // *J. Magn. Magn. Mater.*– 2010.– V.322.– P. 1449-1451.
 14. J-W. Yoo Tunneling vs. giant magnetoresistance in organic spin-valve / J-W. Yoo, H.W. Jang, V.N. Prigodin, C. Kao, C.B. Eom, A.J. Epstein // *Synthetic Met.*– 2010.– V.160.–P. 216-222.
 15. Berkowitz A.E. Giant magnetoresistance in heterogeneous Cu–Co alloys / Berkowitz A.E., Mitchell J.R., Carey M.J., Young A.P., Zhang S., Spada F.E., et al. // *Phys. Rev. Lett.*– 1992.– V68.– P.3745-3748.
 16. Xiao J.Q. Giant magnetoresistance in nonmultilayer magnetic systems / Xiao J.Q., Jiang J.S., Chien C.L. // *Phys. Rev. Lett.*– 1992.– V68.– P.3749-3752.
 17. Li X.G. Preparation, oxidation and magnetic properties of Fe-Cr ultrafine powders by hydrogen plasma-metal reaction / Li X.G., Chiba A., Takahashi S., Ohsaki K.// *J. Magn. Magn. Mater.*– 1997.– V.173, №1. – P.101–108 .
 18. Ю.И.Петров О некоторых особенностях приготовления ультрамалых частиц неорганических соединений методом «газового испарения» / Ю.И.Петров, Э.А.Шафрановский // *Изв. АН. Сер. Физ.*– 2000.– Т. 64, №8.– С. 1548-1557.
 19. Cox D.M. Magnetic behavior of free-iron and iron oxide clusters/ Cox D.M., Tevor D.J., Whetten R.L., Rohléng E. A., Kaldor A.// *Phys. Rev.B.*– 1985.– V.32, № 11.–P. 7290-7298 .

20. Heer W.A. Spin relaxation in small free iron clusters/ W.A.de Heer, P.Milani, A.Chatelain // *Phys. Rev. Lett.*– 1990.– V. 65.–P. 488-491.
21. Fendrych F. Preparation of Nanostructured Magnetic Films by the Plasma Jet Technique/ Fendrych F., Kraus L., Chayka O., Lobotka P., Vavra I., Tous J., Studnicka V., Frait G.// *Chemical monthly.*– 2002.–V.133, №6.–P.773-784.
22. Jungand J.H. Optical properties of self-assembled Cu₂O nanocrystals embedded in a polyimide layer/ J.H. Jungand, T.W. Kim, M.S. Songand, Y.-H. Kim, K.H. Yoo // *J. Appl. Phys.*– 2007.–V.101.– P. 093708.
23. Yang J.Y. Cobalt metal nanoparticles embedded in SiO₂ dielectric layer for the application of nonvolatile memory/ J.Y. Yang, K.S. Yoon, W.J. Choi, Y.H. Do, J.H. Kim, C.O. Kim, J.P. Hong // *Curr. Appl Phys.*– 2007.–V.7, № 2.– P. 147–150.
24. Ю.А. Михайлин. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы. – СПб.: Профессия, 2006. – 624 с.
25. В.А. Кузнецов О пределе измельчения кристаллов / В.А. Кузнецов, А.Г. Либсон, Д.М. Саков // *Журнал физ. химии.*– 1993.– Т.67, №4.– С. 782-786.
26. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling // *Prog.Mater. Sci.*– 2001.– V. 46, № 1.– P. 1.
27. Hansen M.F.Exchange-spring permanent magnet particles produced by spark-erosion/ M.F.Hansen,K.S.Vecchio, F.T.Parker, F.E.Spada,A.E.Berkowitz // *Appl. Phys. Lett.*– 2003.–V.82.– P.1574.
28. Mathur S. Phase-Selective Deposition and Microstructure Control in Iron Oxide Films Obtained by Single-Source/ S.Mathur, M.Veith, V.Sivakov, H.Shen, V.Huch, U.Hartmann, H.B.Gao// *CVD Chem. Vap. Deposition.*– 2002.– V.8, №6.– P.277.

29. T.Hyeon Synthesis of Highly Crystalline and Monodisperse Maghemite Nanocrystallites without a Size-Selection Process / T.Hyeon, S.S.Lee, J.Park, Y.Chung, H.B.Na.// *J. Am. Chem. Soc.*– 2001.– V.123, N51.– P. 12798-12801.
30. J.S.Yin Preparation of self-assembled cobalt nanocrystal arrays / J.S.Yin, Z.L.Wang // *Nanostruct. Mater.*–1999.–V.11.–P. 845-852.
31. K.S.Suslick Sonochemical Synthesis of Iron Colloids / K.S.Suslick, M.Fang, T.Hyeon // *J. Am. Chem. Soc.*– 1996.– V. 118.– P. 11960-11961.
32. Prozorov T. Effect of surfactant concentration on the size of coated ferromagnetic nanoparticles/ T.Prozorov, G.Kataby, R.Prozorov, A.Gedanken.// *Thin Solid Films.*– 1999.–V. 340, № 1–2.– P.189-193.
33. Sun S. Synthesis of monodisperse cobalt nanocrystals and their assembly into magnetic superlattices (invited)/ S.Sun, C.B.Murray// *J. Appl. Phys.*–1999/–V. 85,№ 8.– P.4325-4331.
34. K.-L.Tsai Nanoscale metal particles by homogeneous reduction with alkalides or electrides / K.-L.Tsai, J.L.Dye // *J. Am. Chem. Soc.*–1991.– V. 113, N5.– P. 1650-1652.
35. Murray C.B. Colloidal synthesis of nanocrystals and nanocrystal superlattices IBM / C.B.Murray, S.Sun, W.Gaschler, H.Doyle, T.A.Betley, C.R.Kagan // *J. Res. Dev.*–2001.– V. 45, № 1.– P. 47-56.
36. C.B.Murray Monodisperse 3d transition-metal (Co, Ni, Fe) nanoparticles and their assembly into nanoparticles superlattices / C.B.Murray, S.Sun, H.Doyle. T.A. Betley // *MRS Bull.*– 2001.– V. 26.– P. 985-991.
37. Б.Г.Ершов Наночастицы металлов в водных растворах: электронные, оптические и каталитические свойства / Б.Г.Ершов // *Рос. хим. журн.*– 2001.– Т. XLV, №3.– С. 20-30.
38. C. Petit C. Physical properties of self-assembled nanosized cobalt particles/ C. Petit, M.P.Pileni // *Appl. Surf. Sci.*– 2000.–V.162-163.– P. 519-528.

39. Pileni M.P. Nanosized Particles Made in Colloidal Assemblies// *Langmuir*.- 1997.-V.13.- P. 3266-3276 .
40. Chen J.P. Magnetic properties of nanophase cobalt particles synthesized in inversed micelles/ J.P.Chen, C.M.Sorensen, K.J.Klabunde, G.C.Hadjipanayis// *J. Appl. Phys.*-1994.-V.76, № 10.-P.6316-6319.
41. Petit C. Cobalt Nanosized Particles Organized in a 2D Superlattice: Synthesis, Characterization, and Magnetic Properties / C.Petit, A.Taleb, M.P.Pileni// *J. Phys. Chem. B.*-1999.- V.103, № 11.-P.1805-1810.
42. Губин С.П. Магнитные наночастицы: методы получения, строение, свойства / С.П. Губин, Ю.А.Кокшаров, Г.Б.Хомутов, Г.Ю.Юрков // *Успехи химии.*- 2005.- Т. 74, №6.- С. 539-574.
43. Uhlmann D.R.The future of sol-gel science and technology/ D.R.Uhlmann, G.Teowee, J.Boulton // *J. Sol-Gel Sci. Technol.*- 1997.- V.8, № 1-3, P.1083-1091.
44. Bose P. X-ray characterization of nanocrystalline Ni₃Fe/ P.Bose, S.Bid, S.K.Pradhan, M.Pal, D.Chakravorty// *J. Alloys Compd.*-2002.-V. 343, № 1-2, P.192- 198.
45. Елисеев А.А. Функциональные наноматериалы. (Под ред. Ю.Д. Третьякова)/ Елисеев А.А., Лукашин А.В.- М.: ФИЗМАТЛИТ, 2010. - 456 с.
46. Khomutov G.B. Two-dimensional synthesis of anisotropic nanoparticles // *Colloids Surf., A.*-2002.- V.202, № 2-3.- P. 243-267.
47. Khomutov G.B. Formation of nanoparticles and one-dimensional nanostructures in floating and deposited Langmuir monolayers under applied electric and magnetic fields / G.B.Khomutov, S.P.Gubin, V.V.Khanin, Yu.A.Koksharov, A.Yu.Obydenov, V.V.Shorokhov, E.S.Soldatov, A.S.Trifonov // *Colloids Surf., A.*- 2002.-V.198 - 200.-P. 593 - 604.

48. Khomutov G.B. The design, fabrication and characterization of controlled-morphology nanomaterials and functional planar molecular nanocluster-based nanostructures/ G.B. Khomutov, V.V. Kislov, S.A. Pavlov, R.V. Gainutdinov, S.P. Gubin, A.Yu. Obydenov, A.N. Sergeev-Cherenkov, V.V. Shorokhov, E.S. Soldatov, A.L. Tolstikhina, A.S. Trifonov//Surf. Sci.–2003.–V. 532 – 535.– P. 287-293 .
49. Khomutov G.B. Interfacially formed organized planar inorganic, polymeric and composite nanostructures// Adv. Colloid Interface Sci.– 2004.–V. 111, № 1-2.– P. 79 -116 .
50. Khomutov G.B. Formation and organization of planar polymeric and nanocomposite nanostructures on liquid and solid surfaces/ G.B. Khomutov, R.V. Gainutdinov, S.P.Gubin, V.V.Kislov, A.A.Rakhnyanskaya, A.N.Sergeev-Cherenkov, A.L.Tolstikhina // Surf. Sci.–2004.–V. 566 – 568, № 1.–P. 396 – 401.
51. Sun S. Monodisperse FePt Nanoparticles and Ferromagnetic FePt Nanocrystal Superlattices / S.Sun, C.B.Murray, D.Weller, L.Folks, A.Moser//Science.– 2000.–V.287, № 5460.–P.1989 -1992.
52. Chen M. Synthesis of spherical FePd and CoPt nanoparticles / M.Chen, D.E.Nikles // J. Appl. Phys.–2002.–V. 91, №10, P.8477.
53. Ely T.O. Nanoscale Bimetallic $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ Particles Dispersed in Poly(vinylpyrrolidone): Synthesis from Organometallic Precursors and Characterization/ T.O.Ely, C.Pan, C.Amiens, B.Chaudret, F.Dassenoy, P.Lecante, M.J.Casanove, A.Mosset, M.Respaud, J.-M.Broto// J. Phys. Chem. B.–2000.– V. 104, № 4.– P. 695- 702 .
54. Kalskaa B. Co/CoO core-shell nanoparticles temperature-dependent magneto-optic studies/ B. Kalskaa, P. Fumagalli, M. Hilgendorff, M. Giersig// Materials Chemistry and Physics.–2008.–V.112 , № 3.–P.1129- 1132.

55. Spasova M. Temperature dependence of exchange anisotropy in monodisperse cobalt nanoparticles with a cobalt oxide shell/ M. Spasova, U. Wiedwald, M. Farle, T. Radetic, U. Dahmen, M. Hilgendorff, M. Giersig// *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.–2004.–V. 272–276, № 2.– P. 1508-1509
56. Chitu L. Structure and self-assembling of Co nanoparticles/ L.Chitu, Y.Chushkin, S.Luby, E.Majkova, A.Šatka, J.Ivan, L.Smrčok, A.Buchal, M.Giersig, M.Hilgendorff// *Materials Science and Engineering C*.–2007.– V. 27, № 1.– P. 23-28.
57. Chitu L. Effect of magnetic field on self-assembling of colloidal Co magnetic nanoparticles/ L.Chitu, Y.Chushkin, S.Luby, E.Majkova, G.Leo, A.Satka, M.Giersig, M.Hilgendorff// *Applied Surface Science*.–2006.–V.52,№ 15.– P. 5559-5562
58. Chitu L. Structure and magnetic properties of CoFe₂O₄ and Fe₃O₄ nanoparticles/ L. Chitu, M.Jergel, E.Majkova, S.Luby, I.Capek, A.Satka, J.Ivan, J.Kovac, M.Timko// *Materials Science and Engineering C*.–2007.–V.27, №5-8.– P. 1415-1417.
59. Bianco L.Del Grain-boundary structure and magnetic behavior in nanocrystalline ball-milled iron/ L.Del Bianco, A.Hernando, E Bonetti, E.Navarro// *Phys.Rev. B*.–1997.–V.56, № 14.– P. 8894- 8901
60. Gheisari M. Preparation and investigation of magnetic properties of wustite nanoparticles/ M. Gheisari, M. Mozaffari, M. Acet, J. Amighian// *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.–2008.–V. 320, № 21.– P.2618-2621.
61. Sun S. Monodisperse MFe₂O₄ (M = Fe, Co, Mn) Nanoparticles / Sun S., Zeng H., Robinson D.B., Raoux S., Rice P.M., Wang S.X., Li G. // *J. Am. Chem. Soc.*– 2004.– V.126.– P. 273
62. Yin M. Influence of Capping Groups on the Synthesis of γ -Fe₂O₃ Nanocrystals/ M. Yin, A. Willis, F. Redl, N.J. Turro, S.P. O'Brien// *J. Mater. Res.*–2004.– V.19, № 4.–P.1208- 1215.

63. R.M. Cornell, U. Schwertmann, *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrence and Uses*, Wiley-VCH, Weinheim, 2003, p. 175.
64. Yang Ta-I Magneto-dielectric properties of polymer– Fe₃O₄ nanocomposites/ Ta-I Yang, Rene N.C. Brown, Leo C. Kempel, Peter Kofinas// *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.– 2008.–V. 320, № 21.–P. 2714-2720
65. M.I. Baraton. *Synthesis, Functionalization, and Surface Treatment of Nanoparticles*. Am. Sci. Publ., Los-Angeles, CA, 2002
66. Zhang Tai-Ming Synthesis and magnetic properties of iron nanoparticles confined in highly ordered mesoporous carbons/ Tai-Ming Zhang, Dong-Lin Zhao, Li Yin, Zeng-Min Shen // *Journal of Alloys and Compounds*.–2010.–V.508, № 1.–P. 147-151
67. Kumfer Benjamin M. Gas-phase flame synthesis and properties of magnetic iron oxide nanoparticles with reduced oxidation state/ Benjamin M. Kumfer, Kozo Shinoda, Balachandran Jeyadevan, Ian M. Kennedy// *Journal of Aerosol Science*.–2010.–V. 41, № 3.– P.257-265
68. Ying Xiong Synthesis and magnetic properties of iron oxide nanoparticles/C and a-Fe/iron oxide nanoparticles/C composites/ Ying Xiong, Jing Ye, Xiaoyu Gu, Qianwang Chen// *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*.–2008.–V. 320, № 3-4.–P. 177-112
69. Amyn S. Teja Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles/ Amyn S. Teja, Pei-Yoong Koh// *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials* .–2009.–V.55, №1-2.– P.22-45
70. Na Fan Formation, characterization and magnetic properties of carbon-encapsulated iron carbide nanoparticles/ Na Fan, Xicheng Ma , Zhicheng Ju, Jing Li// *Materials Research Bulletin*.–2008.–V. 43, №.6.– P.1545-1554

71. Xia Zhan Synthesis and magnetic properties of Cu-coated Fe composite nanoparticles/ Xia Zhang, Baosheng Wang, Xinxin Xu// Applied Surface Science.–2010.–V.256, № 13.– P. 4109-4113
72. Goikolea E. Magnetic and structural characterization of silver-iron oxide nanoparticles obtained by the microemulsion technique/ E. Goikolea, M. Insausti, L. Lezama, I. Gil de Muro, J.S. Garitaonandia// Journal of Non-Crystalline Solids.–2008.–V. 354, №47-51.– P. 5216-5218.
73. Baoliang Lv Preparation and magnetic properties of spindle porous iron nanoparticles/ Baoliang Lv, Yao Xu, Dong Wu, Yuhan Sun// Materials Research Bulletin.– 2009.–V. 44, № 5.– P. 961-965
74. Morales M.A. In situ synthesis and magnetic studies of iron oxide nanoparticles in calcium-alginate matrix for biomedical applications/.A. Morales, P.V. Finotelli, J.A.H. Coaquira, M.H.M. Rocha-Leão, C. Diaz-Aguila, E.M. Baggio-Saitovitch, A.M Rossi// Materials Science and Engineering C.–2008.–V. 28, № 2.– P. 253-257
75. J.L.Dormann Magnetic relaxation in fine-particle systems / J.L.Dormann, D.Fiorani, E.Tronc // Adv. Chem. Phys.– 1997.– V. 98.– P. 283-494
76. D.Leslie-Pelecky D.Magnetic Properties of Nanostructured Materials/ D.Leslie-Pelecky, R.D.Rieke. // Chem.Mater.–1996.– V. 8, №8.– P. 1770 - 1782
77. R.Skomski Nanomagnetism / R.Skomski // J. Phys.: Condens.Matter.– 2003.– V.15.– P. R841-R896.
78. Kim D. Characterization and MRI study of surfactant-coated superparamagnetic nanoparticles administered into the rat brain/ D. Kim, Y. Zhang, J. Kehr, T. Klason, B. Bjelke, M. Muhammed//J. Magn. Magn. Mater.– 2001.– V. 225, №1-2.–P.256-261

79. A.K. Giri A.K. Photomagnetism and structure in cobalt ferrite nanoparticles/ A.K. Giri, E.M. Kirkpatrick, P. Moongkhamklang, S.A. Majetich//Appl. Phys. Lett.–2002.– V. 80, № 13.– P.2341-2344.
80. Кулаков А.Б. Коэрцитивность гомогенизированных ансамблей анизотропных наночастиц γ -Fe₂O₃ / А.Б. Кулаков, И.П. Лаврентьев, В.И. Петин // ЖТФ.– 2011.– Т.81, №2.– С.82-88.
81. Толочко О.В. Структура и магнитные свойства наночастиц на основе железа в оксидной оболочке / Толочко О.В., Ли Д.-В., Чой Ч. Дж., Ким Д., Ариф М. // Письма в ЖТФ.– 2005.– Т.31, №18.– С.30-36.
82. Кулаков А.Б. Коэрцитивность гомогенизированных ансамблей анизотропных наночастиц γ -Fe₂O₃ / Кулаков А.Б., Лаврентьев И.П., Петин В.И. // ЖТФ. 2011.– Т.81, №2.– С.82-88.
83. Іващенко М.М. Сучасні технології отримання наноструктурованих поверхонь: micro/nanopatterning, nanoparticles, nanosphere lithography / Іващенко М.М., Демиденко М.Г. // Матеріали науково-практичної конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету.– Суми: СумДУ, 2008.– С. 107.
84. Демиденко М.Г. Дослідження наноструктурованих поверхонь наночастинок кобальту та острівцевих багаточарових структур / Демиденко М.Г., Проценко С.І. // Тези доповідей «Міжнародної конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики Еврика-2008».– Львів:ЛНУ ім. І. Франка, 2008.– С. С11.
85. Демиденко М.Г. Формування впорядкованих масивів магнітних наночастинок Fe₃O₄, FeO, FeNi та FeCr як чутливих елементів спін-вентилів / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Шафаріч Р. // Тези доповідей «Міжнародної конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та

- експериментальної фізики Еврика-2010».– Львів:ЛНУ ім. І. Франка, 2010.– С. А12.
86. Демиденко М.Г. Формування впорядкованих масивів наночастинок FeO як чутливих елементів спін-вентилів / Демиденко М.Г., Проценко С.І. // Тези доповідей Міжнародної конференції молодих учених і аспірантів «ІЕФ-2011».– Ужгород: Інститут електронної фізики НАН України, 2011.– С.100.
87. Зленко В.О. Одержання малих частинок Co та Ni методом диспергування / Зленко В.О., Проценко С.І. // Металлофиз. новейшие технол.– 2011.– Т.33, № 4.– С. 495-500.
88. V.O. Zlenko, S. I. Protsenko, *Nanosystems, Nanomaterials, Nanotechnologies*, 9(3) (2011) 607.
89. Sh. Sun Monodisperse MFe_2O_4 ($M = Fe, Co, Mn$) Nanoparticles / Sh. Sun, H. Zeng, D.B. Robinson, S. Raoux, Ph.M. Rice, Sh.X. Wang, G. Li // *J. Am. Chem. Soc.*– 2004.– V. 126, N1.– P. 273-279.
90. Проценко С.И Программное обеспечение для распознавания и анализа дифракционных картин полученных методом просвечивающей электронной микроскопии/ Проценко С.И, Костюк Д.Н.// Сборник трудов конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии NationalInstruments». – М.: РУДН, 2010. – С.88-90.
91. Забіла Є.О. Методика вивчення тензорезистивних властивостей плівок Cr при відносно малих і великих деформаціях / Забіла Є.О., Проценко І.Ю. // УФЖ – 2005.– Т.50, №7.– С.729-736.
92. L. J. van der Paw A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape // *Philips Res. Repts.*–1958.–V.13, N1.–P.1-9.

93. Проценко С.І. Застосування технології автоматизації лабораторного практикуму у сучасному навчальному процесі / Проценко С.І., Демиденко М.Г., Зленко В.О. // Матеріали всеукраїнської науково-практичної конференції «Сучасне навчальне обладнання: інновації, технології, досвід».– Суми: Сумський обласний Інститут післядипломної педагогічної освіти, 2010.– С.69-71.
94. Katranas G.S. Simulation and measurement of bilayer sensor characteristics/ G.S. Katranas, T. Meydan, A. Ovaria, F. Borza, M. Yasin, C. Malvicino, H. Pfutzner, M. Vazquez, M. Rohne, B. Marquardt// Sens. Actuators A.–2006.–V. 129, № 1-2.–P. 43-46.
95. Shi D. Development of an online machining process monitoring system: Application in hard turning/ Shi D., Gindy N.N.// Sens. Actuators A.–2007.–V. 135, № 2.–P. 405-414
96. Демиденко М.Г. Разработка программного обеспечения для проведения точных измерений магнитосопротивления в спин-вентильных структурах / Демиденко М.Г., Проценко С.И. // Сборник трудов «Восьмой международной научно-практической конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments».– Москва: Российский университет дружбы народов, 2009.– С. 294-296.
97. Travis J. LabVIEW for everyone second edition / Travis J.– Prentice Hall, 2002.– 539p.
98. Великодний Д.В. Тензоэффект в двухслойных пленках Cu/Cr и Fe/Cr / Великодний Д.В., Проценко С.И., Проценко И.Е. // ФИП.–2008.– Т. 6, № 1-2.–С.37-42.
99. Fornaro P. A Remote Controllable and Programmable Atomic Force Microscope based on LabView/ P. Fornaro, M. Guggisberg, T. Gyalog, Ch. Wattinger, E. Meyer and H.-J. Guntherodt. – Huethig GmbH; 2007 – 491 p.

100. Зленко В. Автоматизований комплекс досліджень терморезистивних властивостей наноструктурованих плівкових систем / Зленко В., Проценко С.І. Р. Сафаріч // Ж. нано- та електрон. фіз.–2009.– Т.1, №2.
101. Архітектура шаблону програмування та його основні принципи використання – <http://expressionflow.com/2007/10/01/labview-queued-state-machine-architecture/>
102. Blume P.A. The LabVIEW: Style book / Blume P.A.– Prentice hall, 2007.– 400р.
103. Суранов А.Я. LabVIEW 8.20: Справочник по функціям / Суранов А.Я.– М.:ДМК Пресс, 2007.– 536с.
104. Зленко В.О. Використання State Machine на базі черги як універсального патернгу програмування для побудови систем автоматизації наукового експерименту / Зленко В.О., Демиденко М.Г. // Матеріали науково-практичної конференції викладачів, співробітників, аспірантів і студентів фізико-технічного факультету.– Суми: СумДУ, 2008.– С. 108-109.
105. Демиденко М.Г. Разработка автоматизированного комплекса для исследования магнито-резистивных свойств наноструктурированных пленочных систем / Демиденко М.Г., Проценко С.И. // Сборник трудов «Девятой международной научно-практической конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments».– Москва: Российский университет дружбы народов, 2010.– С. 390-392.
106. Костюк Д.Н. Программно-аппаратный комплекс для исследования магниторезистивных свойств в сменной геометрии поля / Костюк Д.Н., Демиденко М.Г., Проценко С.И. // Сборник трудов «Десятой международной научно-практической конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии

- National Instruments 2011».– Москва: Российский университет дружбы народов, 2011.– С. 498-500.
107. Демиденко М.Г. Разработка автоматизированного комплекса для исследования магнито-резистивных свойств наноструктурированных пленочных систем / М.Г. Демиденко, С.І. Проценко // Сборник трудов конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии NationalInstruments». – М.: РУДН, 2010. – С.379-381.
108. http://sine.ni.com/apps/utf8/niid_web_display.model_page?p_model_id=248.– Keithley 2000 device drivers
109. Демиденко М.Г. Програмно-апаратний комплекс досліджень оптичних властивостей тонких плівок / М.Г. Демиденко, С.І. Проценко, К.В. Тищенко, О.В. Федченко // Ж. нано- електрон. фіз.–2012.–Т.4, №2.– С.02038.
110. Tompkins H. G. Handbook of ellipsometry / Tompkins H. G., Irene E. A.– Springer,2005.– 891p.
111. Halahovets Y. Scanning magneto-optical Kerr microscope for studies of magnetic nanostructures: Autoref. Ph.D. Thesis / Comenius University in Bratislava.– Bratislava, 2009.– 19 p.
112. Dimension Edge Atomic Force Microscope System – http://www.bruker-axs.com/dimension_edge_atomic_force_microscope.html
113. Boralelectric heating elements – <http://www.tectra.de/heater.htm>
114. Зленко В.О. Автоматизований комплекс досліджень терморезистивних властивостей наноструктурованих плівкових систем / В.О. Зленко, С.І. Проценко, Р. Сафаріч // Ж. нано- електрон. фіз.– 2009.– Т.1, №2.– С. 34-41.
115. Baibich M.N. Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices/ M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne,

- G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas. Giant//Phys. Rev. Lett.–1988.–V. 61,№ 21.– P. 2472- 2475
116. G. Binasch, P. Grunberg, F. Saurenbach, W. Zinn, Phys. Rev. B 39(1989) 4828.
117. Protsenko I. Solid solution formation in Cu/Co ultrathin film systems / Protsenko I., Cheshko I., Javorsky Ja // Functional Materials. – 2006. – V.13, №2. – P. 219-222.
118. Демиденко М.Г. Дослідження багатошарових плівкових систем на основі Ag/Co методом еліпсометрії / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Шіффаловіч П. // Тези доповідей «Міжнародної конференції HighMatTech–2009».– Київ: НТУ «КПІ», 2009.– С. 212.
119. Demydenko M. Optical properties of nanostructured films systems based on Ag/Co / Demydenko M., Protsenko S., Siffalovich P., Safaric R. // Abstracts of the 8-th International conference “Electronic Processes in Organic and Inorganic Materials”.– Synyogora: Vasyl Stefanyk Precarpathian National University MES of Ukraine, 2010.– P. 122-123.
120. Hilfiker J. N. In-situ ellipsometric characterization of the electrodeposition of metal films/ Hilfiker J. N., Thompson D. W., Hale J. S.// Thin Solid Films. – 1995. – V.270, № 1-2. – P.73-77
121. Mitchell M. An Introduction to Genetic Algorithms.Fifth printing. – MA.: The MIT Press, 1999.–221p.
122. <http://www.icsi.berkeley.edu/~storn/code.html>
123. Демиденко М.Г. Використання генетичного алгоритму для розв’язування оберненої задачі еліпсометрії / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Проценко О.Б., Федченко О.В., Шифолович П. // Вісник СумДУ. Серія «Фізика, математика, механіка».– 2008.– №1.– С.33-42.

124. Ken Price, Rainer Storn, Jouni Lampinen. Differential Evolution – A Practical Approach to Global Optimization. – Springer, 2005.–538p.
125. Randy L. Haupt, Sue Ellen Haupt .Practical Genetic Algorithms. – New York: Wiley-Interscience, 1997.–272p.
126. Аззам Р, Башара Н. Эллипсометрия и поляризованный свет.– М.: Мир, 1981.–583с.
127. Карпуша В.Д., Швец У.С. Взаимосвязь оптических свойств приповерхностных слоев и объемных характеристик аморфных сплавов // ФТТ. – 2007. – Т.49. вып.3. – С. 465-467.
128. Романенко А.А. О повышении чувствительности эллипсометрического метода исследования нанослоев // ЖТФ.–2000.– Т.26, В.14.– С. 18-23.
129. Kudla A. Application of the genetic algorithms in spectroscopic ellipsometry // Thin Solid Films –V.455. – 2004. – P. 804-808.
130. Polgar O.Comparison of algorithms used for evaluation of ellipsometric measurements. Random search, genetic algorithms, simulated annealing and hill climbing graph-searches/ Polgar O., Fried M., Lohner T., Barsony I.// Surface Science.–2000.–V. 457, № 1-2. – P. 157-177.
131. Djurusic Aleksandra B. Modelsig the optical constants of solids using genetic algorithms with parameter space size adjustment/ Aleksandra B. Djurusic, Jovan M. Elazar, Aleksandar D. Rakic// Optics Communications.– 1997.– V.134, № 1-6. – P. 407-414.
132. Takagishi M. The applicability of CPP-GMR heads for magnetic recording/ Takagishi M., Koi K.,Yoshikawa M., Funayama T., Iwasaki H.//IEEE Trans. Magn.–2002.– V. 38 ,№5.– P.2277-2282.
133. Protsenko S. Development of web-oriented cluster application for experimental data processing, received by ellipsometry method and X-ray reflectometry / Protsenko S., Demydenko M., Fedchenko O., Safaric R. // Proceedings of the

- “International Conference ICL-2009”.– Villach: Karintian Fachoschoole, 2009.– P.1(2)-2(2).
134. Tiilikainen J. Genetic algorithm using independent component analysis in x-ray reflectivity curve fitting of periodic layer structures/ Tiilikainen J, Bosund V, Tilli J-M., et all // J. Phys. D: Appl. Phys.– 2007.– V.40.– P.6000-6004
135. Демиденко М.Г. Використання генетичного алгоритму для розв’язання оберненої задачі еліпсометрії / М.Г. Демиденко, С.І. Проценко, О.Б. Проценко, О.Ф. Федченко, П. Шифолович // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка.– 2008.– № 1.– С. 33-42.
136. Demydenko M. Null-ellipsometry investigations of the optical properties and diffusion processes in spin-valve structures based on Co and Cu / M. Demydenko, S. Protsenko, P. Siffalovic // Thin Solid Films.– 2012.– V.520.– P.5722.
137. Демиденко М.Г. Дослідження процесу фазоутворення у спін-вентильних структурах методом нуль-еліпсометрії / Демиденко М.Г., Проценко С.І. // Матеріали ІІ наукового семінару «Сучасні проблеми наноелектроніки».– Суми: СумДУ, 2011.– С.43-47.
138. Marszaek M. Structural and magnetoresistive properties of Co/Cu multilayers/ Marszaek M., Jaworski J., Michalik A., et all.// J. of Mag.Magn. Mater.–2001.– V. 226, № 2.– P. 1735-1737.
139. BJORCK M. GenX: an extensible X-ray reflectivity refinement program utilizing differential evolution/ BJORCK M.,ANDERSSON G.// J..Appl.Cryst.– 2007.– V. 40, № 6.– P. 1174–1178.
140. David L. Windt IMD—Software for modeling the optical properties of multilayer films// Computers in physics.– 1998.– V. 12, №4. – P. 360-370
141. Parratt L. Surface Studies of Solids by Reflection of X-Rays // Physical Review. – 1954. – Vol. 95, № 2. – P. 359-369.

142. Atkinson R. Analysis of the magneto-optical properties of inhomogeneously magnetized systems // *J. Phys.: Condens. Mater.*– 2000. – Vol.12. –P. 7735-7745.
143. Демиденко М.Г. Исследование оптических, магнито-оптических свойств и структурно-фазового состояния пленочных систем на основе Cr и Fe / Демиденко М.Г., Проценко С.И. // *Proceedings of the 20-th International Crimean Conference “Microwave & Telecommunication Technology”*.– Sevastopol: SevNTU, 2010.– P. 886-887.
144. Rafaja D. Formation of microstructure defects in electrodeposited Co/Cu multilayers /Rafaja D., Schimpt C., Klemm V., Schreiber G., Bakonyi I., Peter L.// *Acta Mater.*– 2009.– V.57, № 11.– P.3211-3222.
145. Bakonyi I. Giant magnetoresistance in electrodeposited Co-Cu/Cu multilayers: origin of absence of oscillatory behavior / Bakonyi I., Simon E., Toth B.G., Kiss L.F. // *Phys Rev B.*– 2009.– V.79.– P.1-13.
146. García-Torres J. Preparation and giant magnetoresistance in electrodeposited Co–Ag/Ag multilayers/ García-Torres J, Peter L, Revesz A, Pogany L, Kiss LF, Bakonyi I. // *Thin Solid Films.*– 2009.– V.517, № 21.– P.6081–6090.
147. Rizal CLS. Magnetic properties and magnetoresistance effect in Co/Au, Ag nano-structure films produced by pulse electrodeposition / Rizal CLS, Yamada A, Hori Y, Ishida S, Matsuda M, Ueda Y. // *Phys Stat Sol. C*– 2004.– V.1, № 7.– P.1756–1759
148. Valizadeh S. Electrodeposition of cobalt–silver multilayers/ Valizadeh S, Holmbom G, Leisner P.// *Surf Coat Technol.*– 1998.– V.105, № 3.– P.213–217.
149. Bakonyi I. Room temperature electronic transport properties of Co metal and Co(Ru) dilute alloys / Bakonyi I, Toth-Kadar E, Toth J, Kiss LF, Pogany L, Cziraki A, et al// *Europhys Lett.*– 2002.– V.58, № 3.– P.408–414.

150. Meuleman W.R.A. Effect of current and potential waveforms on GMR characteristics of electrodeposited Ni(Cu)/Cu multilayers / Meuleman W.R.A., Roy S, Peter L, Bakonyi I. // J Electrochem Soc.– 2004.– V.151.– P.256–261.
151. Anwarzai B. Pseudo spin-valve on plastic substrate as sensing elements of mechanical strain / B. Anwarzai, V. Ac, S. Luby, E. Majkova, R. Senderak // Vacuum.– 2010.– V.84, №1.– P.108–110..
152. Katranas G.S. Simulation and measurement of bilayer sensor characteristics / G.S. Katranas, T. Meydan, A. Ovaria, et all // Sens. Actuators A.– 2006.– V.129, № 1-2.– P. 43–46.
153. Великодний Д.В. Тензоэффект в двухслойных пленках Cu/Cr и Fe/Cr / Великодний Д.В., Проценко С.И., Проценко И.Е. // ФИП.– 2008.– Т. 6, № 1-2.–С.37–42.
154. Зленко В. Автоматизований комплекс досліджень терморезистивних властивостей наноструктурованих плівкових систем / Зленко В., Проценко С.І. Шафаріч // Ж. нано- та електрон. фіз.– 2009.– Т.1, №2.–С.
155. Демиденко М.Г. Особливості магнетоопору і спін-вентильних системах на основі Au/Co/Cu/Co/Au/SiO₂ / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Шіффаловіч П. // Металлофіз. новейшие технол.– 2011.– Т.33, №5.– С.623-630.
156. Демиденко М.Г. Проведення точних електричних вимірювань у спін-вентильних структурах у магнітному полі / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Сафаріч Р. // Матеріали 9-ої Міжнародної конференції «Фізичні явища в твердих тілах».– Харків: ХНУ ім. В.Н. Каразіна, 2009.– С.74.
157. Демиденко М.Г. Дослідження магніторезистивних властивостей спін-вентильних структур з СІР геометрією протікання струму / Демиденко М.Г., Проценко С.І. // Тези доповідей «Міжнародної конференції студентів і молодих науковців з теоретичної та

- експериментальної фізики Еврика-2011».— Львів:ЛНУ ім. І. Франка, 2011.— С. С10.
158. Демиденко М.Г. Магніторезистивні властивості спін-вентильних структур на основі Co та Cu або Au /Демиденко М.Г., Проценко С.І., Костюк Д.М., Чешко І.В. // Ж. нано- електрон. фіз.— 2011.— Т.3, №4.— С.106-113.
159. Demydenko M. The investigation of magnetoresistive properties in spin-valve structures based on Co and Cu or Au in FIP and FPP geometries / Demydenko M., Protsenko S., Kostyuk D. // Proceedings of the 7-th International Conference “NEET-2011”.— Zakopane: Lublin University of Technology, 2011.— P. 193.
160. Demydenko M.H. Magnetic and magneto-resistance properties of spin-valves based on Co and Cu or Au film systems / Demydenko M.H., Kostyuk D.M., Protsenko S.I. // Proceedings of the 1-st International conference “NAP-2011”.— Alushta: Sumy State University, 2011.— V.2., №1.— P. 238-241.
161. Чешко, І. В. Магнітооптичні та магніторезистивні властивості плівкових функціональних елементів на основі Co і Cu ТА Au [Текст] / І. В. Чешко, С. І. Проценко, П. Шіфаловіч // Вісник Сумського державного університету. Серія Фізика, математика, механіка. — 2008. — №2. — С. 106-117.
162. Чешко І.В. Формування метастабільних твердих розчинів у плівкових системах на основі Co і Cu, Ag та Au / Чешко І.В., Проценко І.Ю. // Металлофіз. новейшие технол.— 2009.— Т. 31, №7.— С. 963-967.
163. Вдовичев С.Н. Коэрцитивность гравнулированных ферромагнитных пленок и многослойных структур на их основе / С.Н. Вдовичев, Б.А. Грибков, А.Ю. Климов, В.В. Рогов // Письма ЖТФ.— 2008.— Т.34, №15.— С. 81-88.
164. Nepijko S.A. Magnetoresistance properties of Fe₃O₄ nanoparticles in a Cu matrix / Nepijko S.A., Kutnyakhov D., Demydenko M., Protsenko S.,

- Kostyuk D., Schoenhense G. // Abstracts of the International conference “Verhandlugen Ф”.– Berlin, 2012.– P. MA 20.13.
165. Н.П. Дикий Структура и магнитные свойства гамма-активированных наночастиц магнетита / Н.П. Дикий, Е.П. Медведева, И.Д. Федорец, Н.П. Хлапова, Н.С. Луцай // Вестник Харьковского университета, серия физическая «Ядра, частички, поля».– 2009.– №859, вып. 2.– С. 89-94.
166. ICSD – Inorganic Crystal Structure Database. (http://www.fiz-karlsruhe.de/icsd_home.html)
167. Лякишева Н.П. Диаграммы состояний двойных металлических систем / Н.П. Лякишева.– Москва: Машиностроение, 1997.– 1024с.
168. Tang J. Magnetite, Magnetite Fe₃O₄ Nanocrystals: Spectroscopic Observation of Aqueous Oxidation Kinetics/ Tang J., Myers M., Bosnick K.A., Brus L.E.// J. Phys.Chem B.–2003.– V.107, № 30 .– P. 7501-7506 .
169. Protsenko S.I. Magneto-optical and magnetoresistive properties of spin-valve structures based on films Co and Au or Cu / Protsenko S.I., Cheshko I.V., Demydenko M.H., Shumakova N.I. // Book of abstracts of the International Conference for Young Scientists “Low Temperature Physics”.– Kharkiv: B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering, 2010.– P. 80.

Додаток А

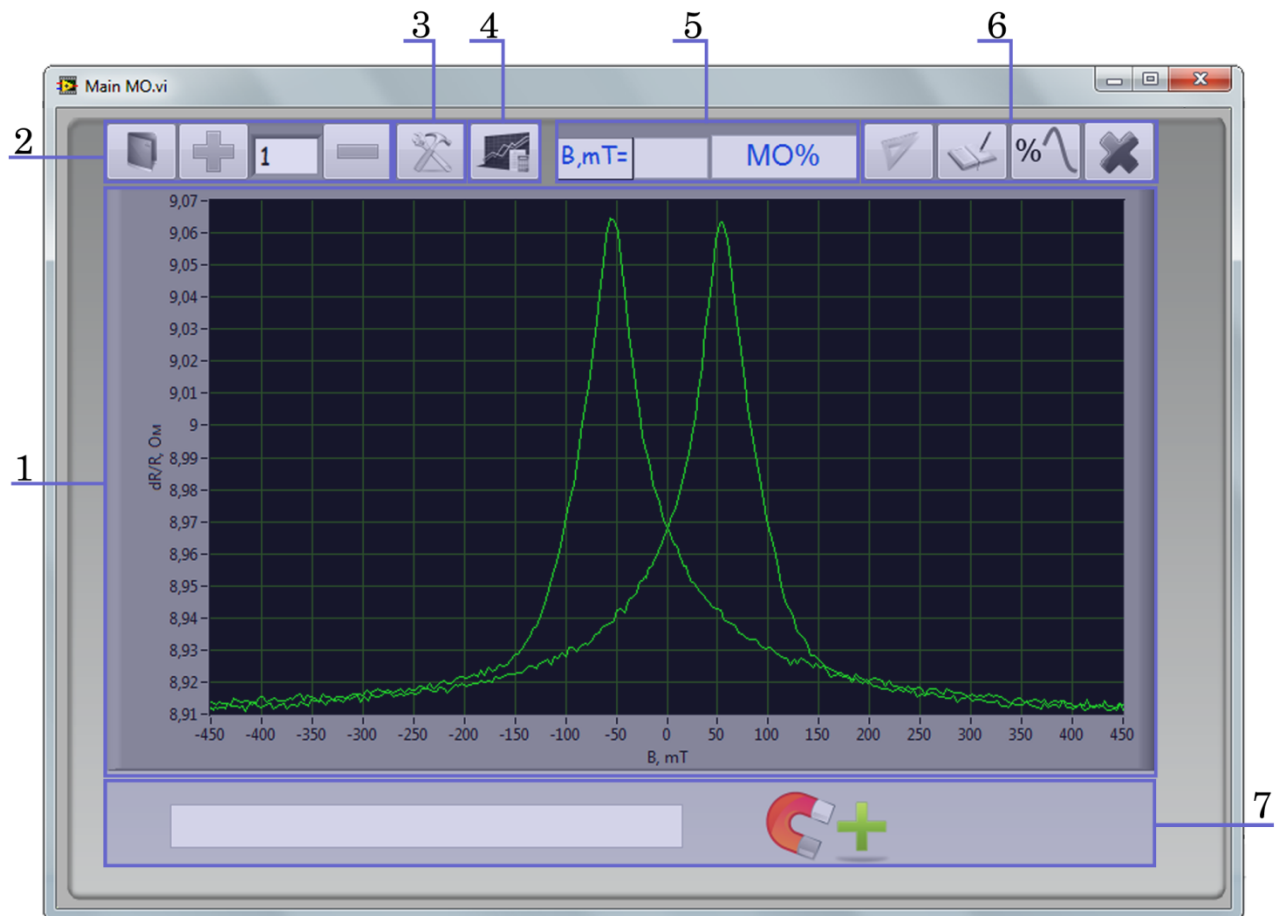


Рис. А.1. Вікно інтерфейсу користувача розробленого програмного забезпечення у середовищі програмування LabVIEW 2010 SP1: 1 – графік відображення результатів вимірювання; 2 – група кнопок для управління поворотом зразка; 3 – виклик підпрограми для настройки режиму вимірювання; 4 – кнопка запуску процесу вимірювання; 5, 7 – індикатори статусу роботи програми та службових повідомлень; 6 – група кнопок для проведення обробки результатів вимірювання

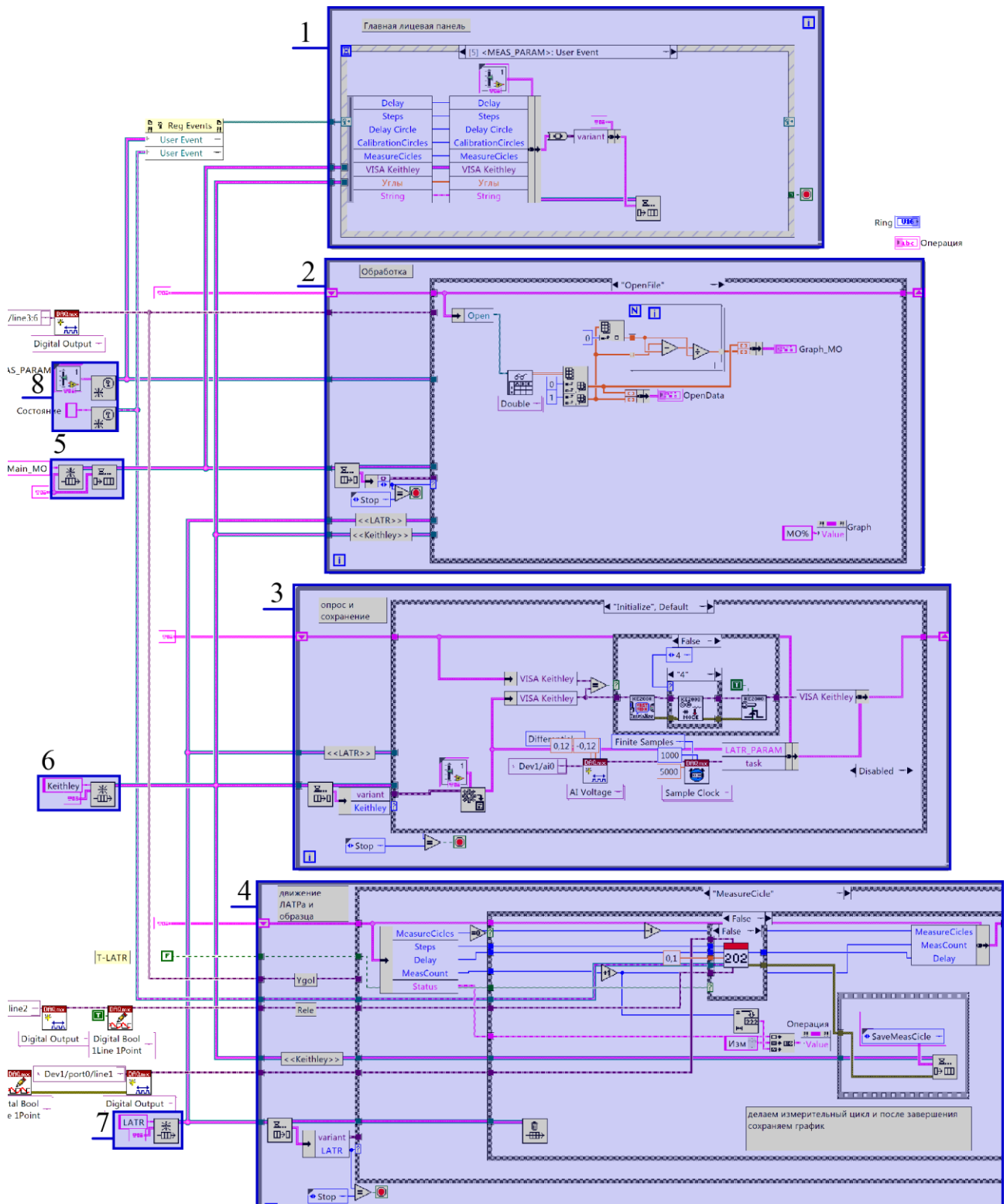


Рис. А.2. Блок-диаграмма разобранного программного обеспечения: 1-4 – параллельные циклы; 5-7 – операции с чергой станів; 8 – функции динамических событий «User Events»

Додаток Б

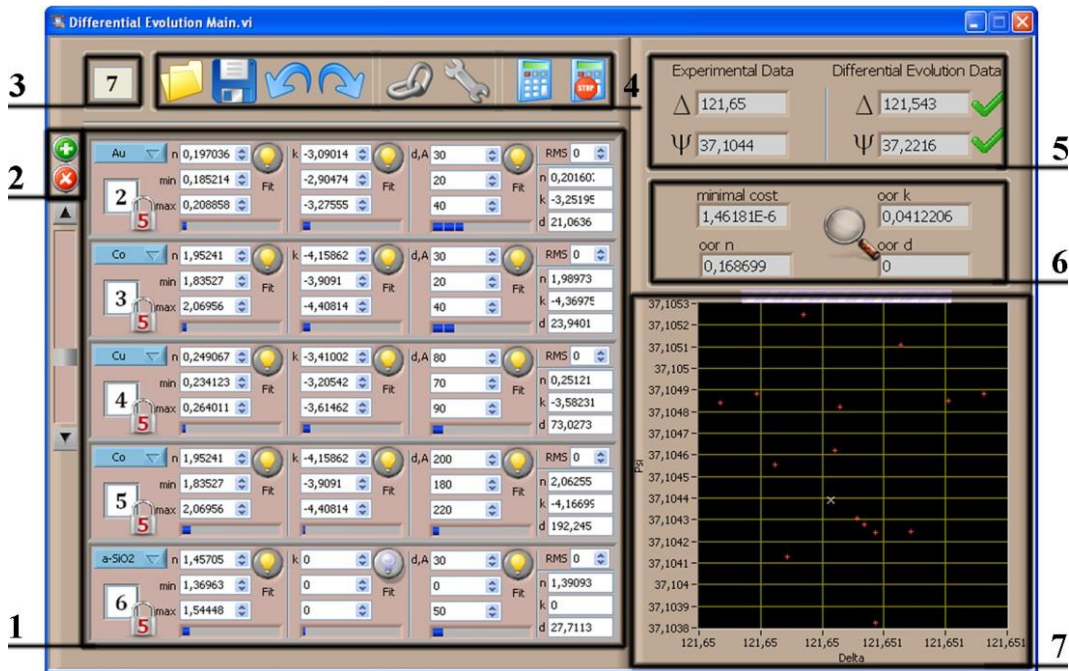


Рис. Б.1. Зовнішній вигляд вікна інтерфейсу користувача розробленого програмного забезпечення у середовищі LabVIEW 8.5

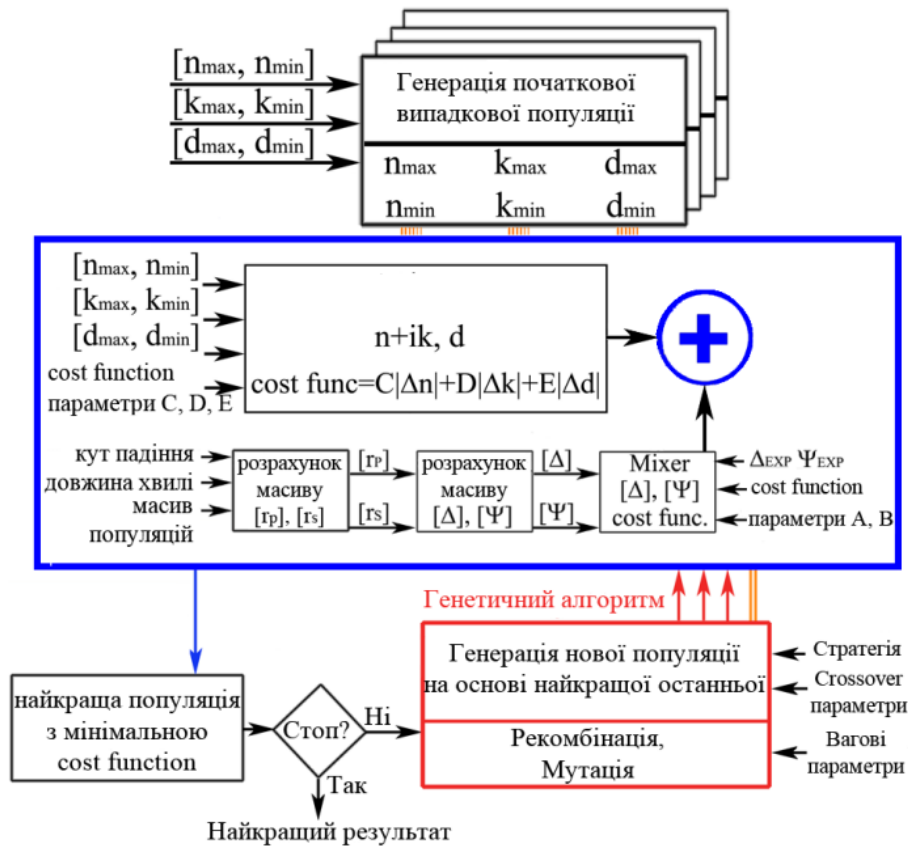


Рис. Б.2. Блок-діаграма розв'язання оберненої задачі еліпсометрії з використанням генетичного алгоритму

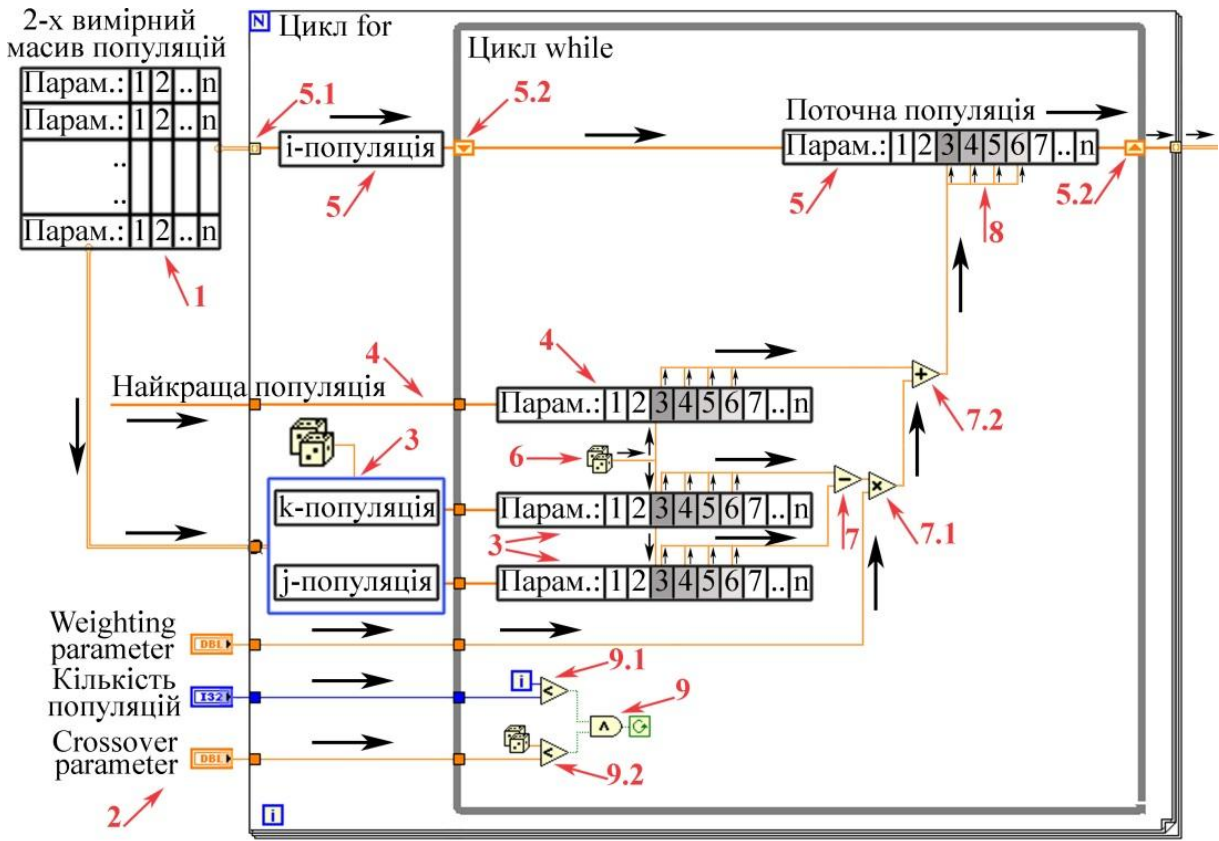


Рис. Б.3. Блок-діаграма принципу дії генетичного алгоритму

Додаток В

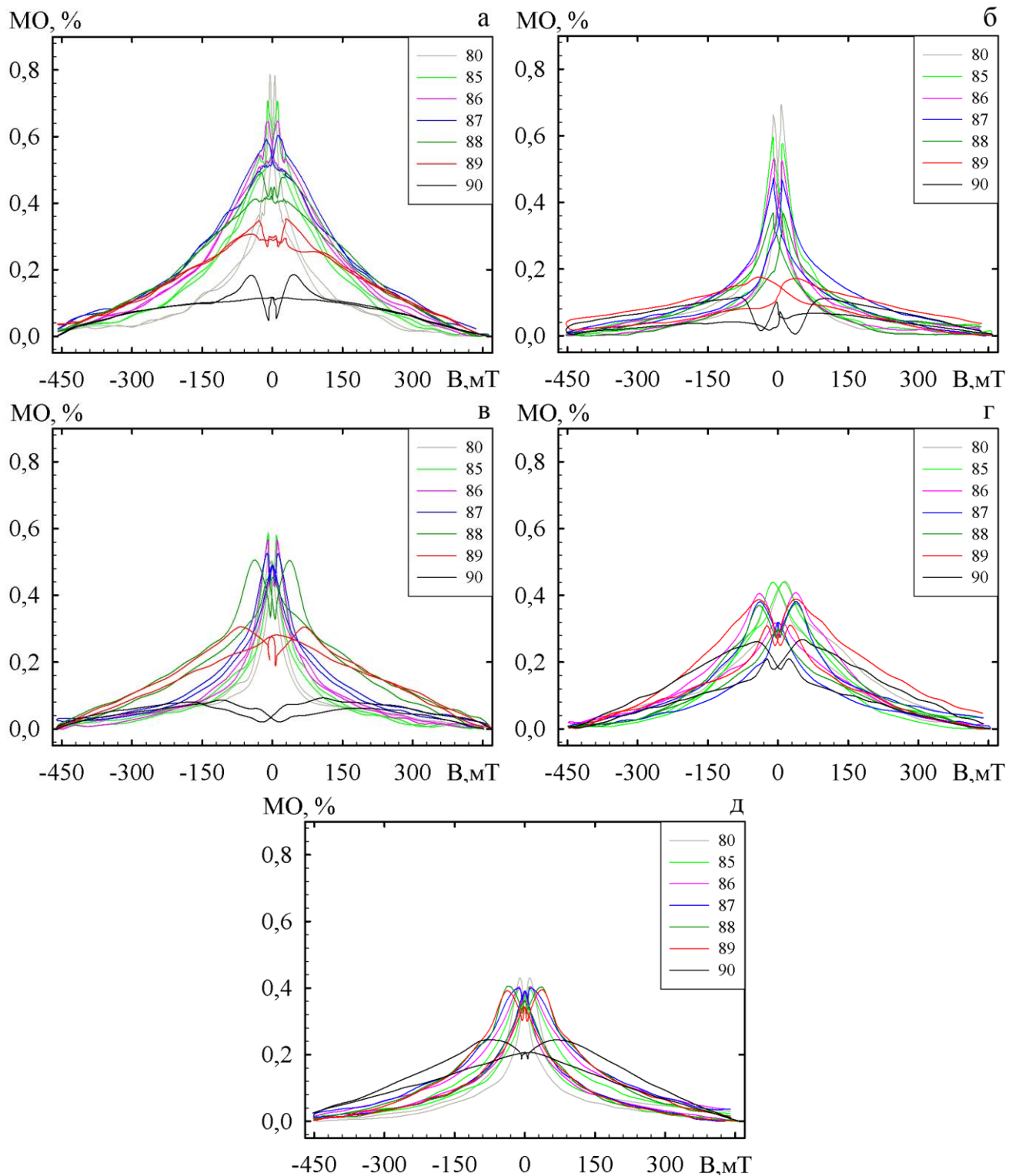


Рис. В.1. Залежності зміни МО від кута α (80, 85, 86, 87, 88, 89, 90°) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(3нм)/Au(6нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

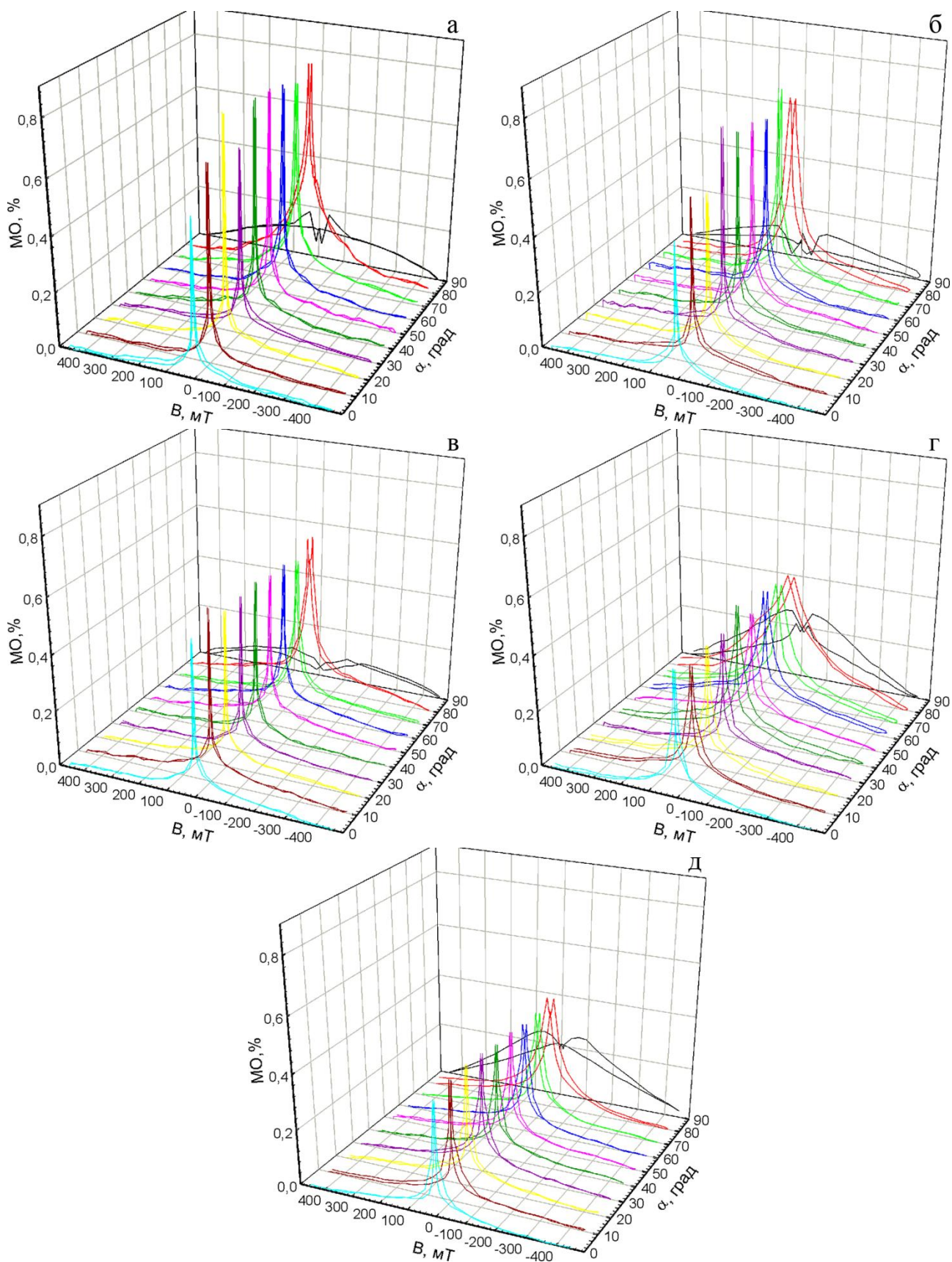


Рис. В.2. Залежності зміни МО від кута α ($0-90^\circ$) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(3нм)/Au(6нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

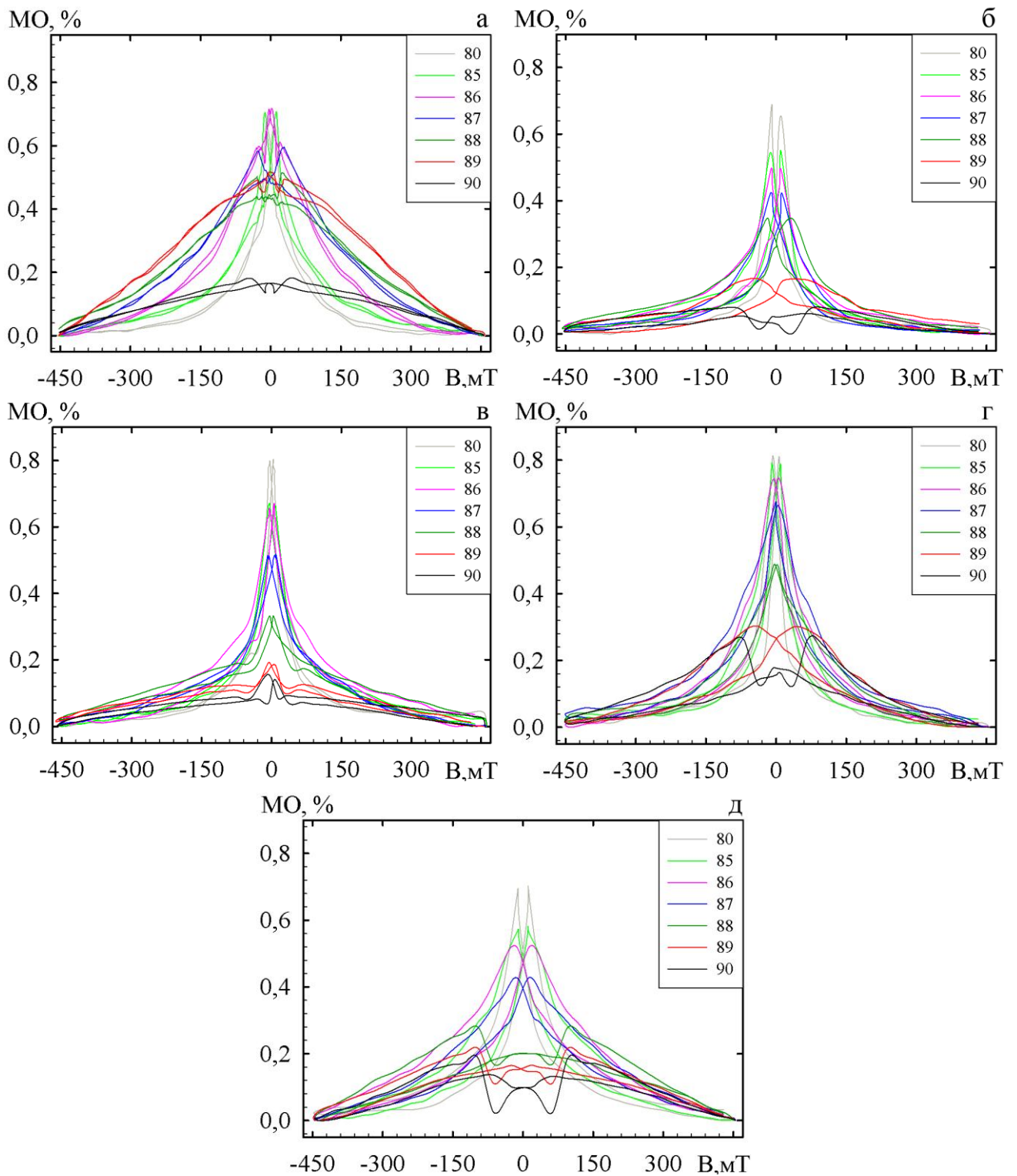


Рис. В.3. Залежності зміни МО від кута α (80, 85, 86, 87, 88, 89, 90°) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(3нм)/Cu(6нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

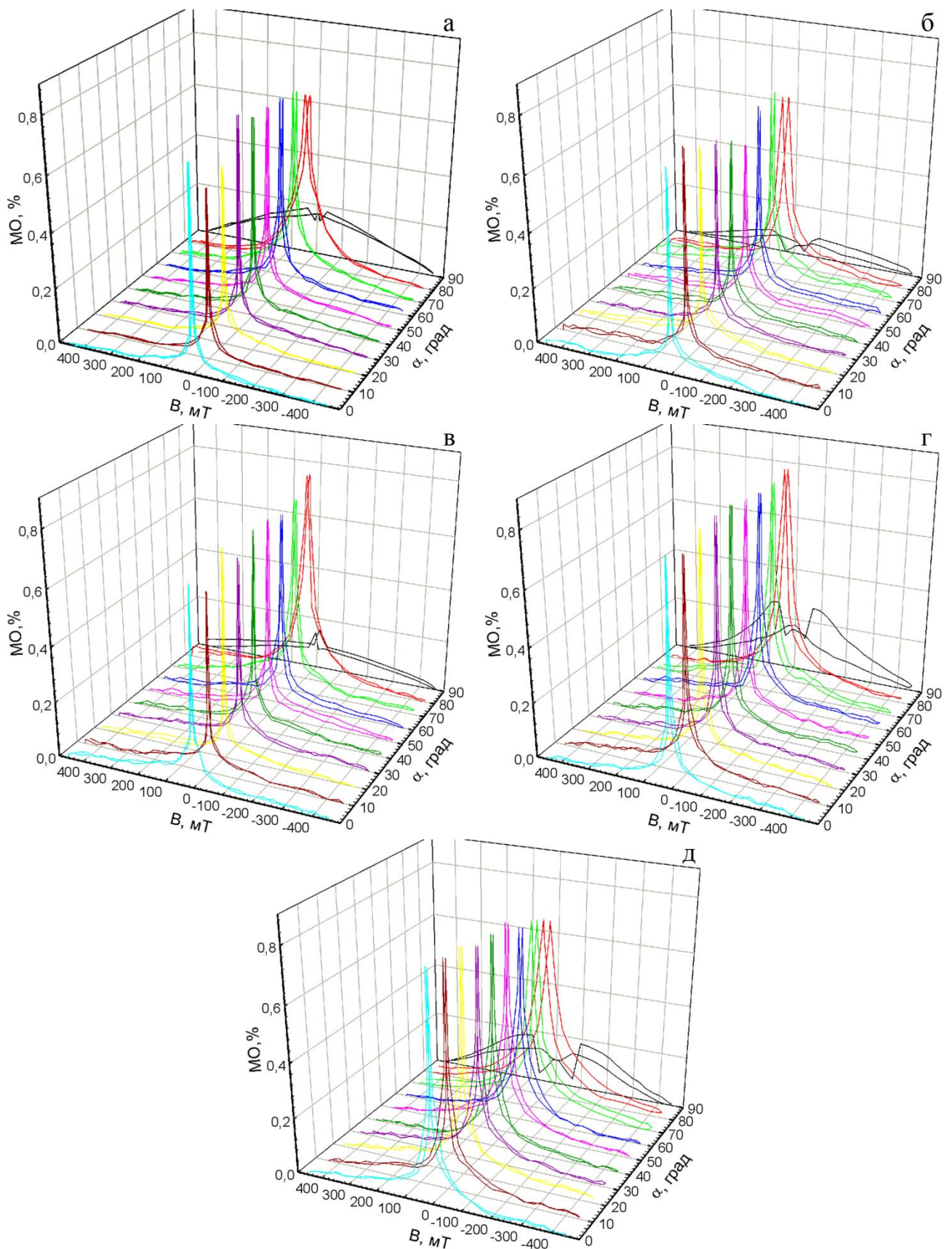


Рис. В.4. Залежності зміни МО від кута α ($0-90^\circ$) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(3нм)/Cu(6нм)/Co(20нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

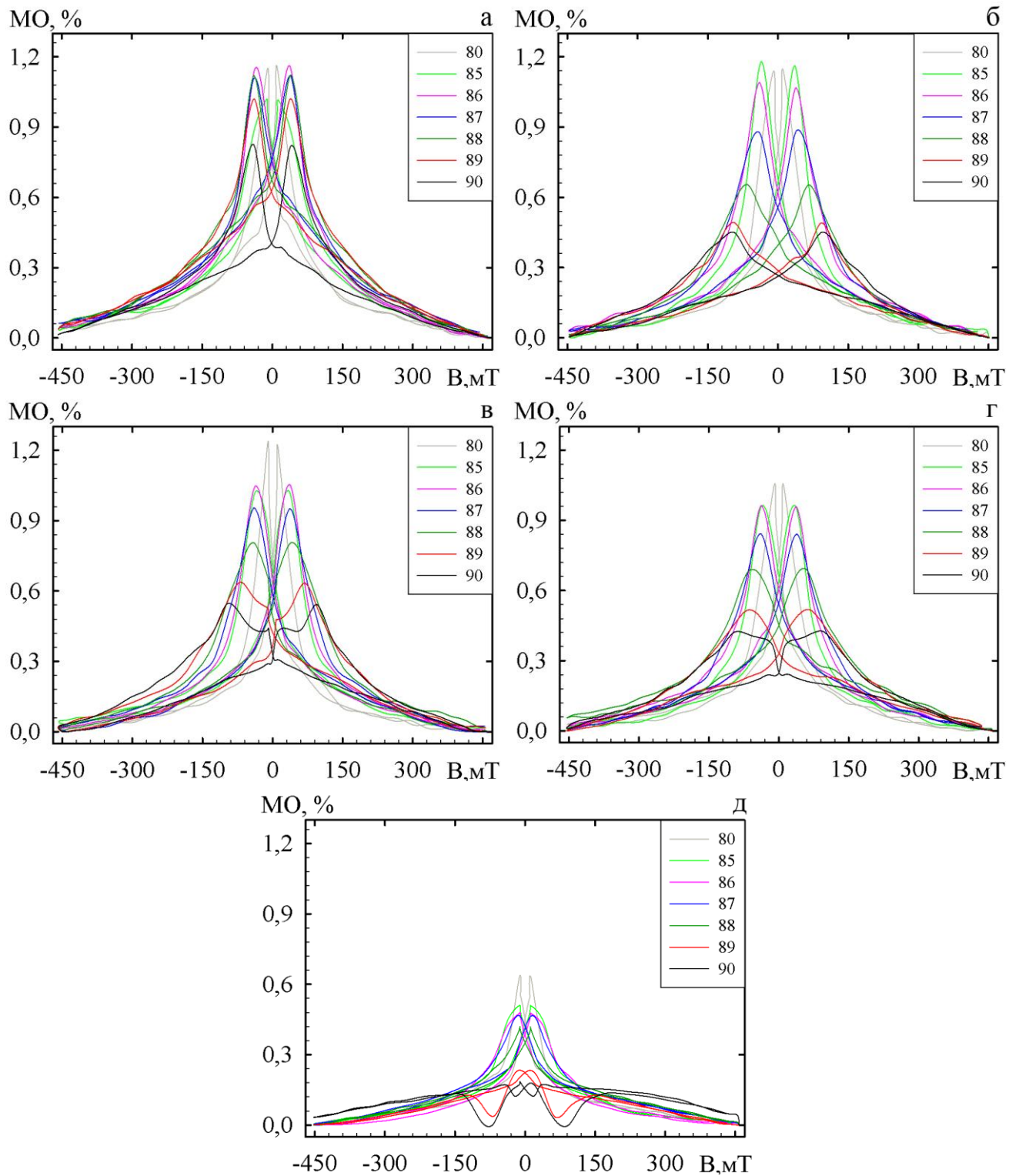


Рис. В.5. Залежності зміни МО від кута α (80, 85, 86, 87, 88, 89, 90°) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(20нм)/Au(6нм)/Co(3нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

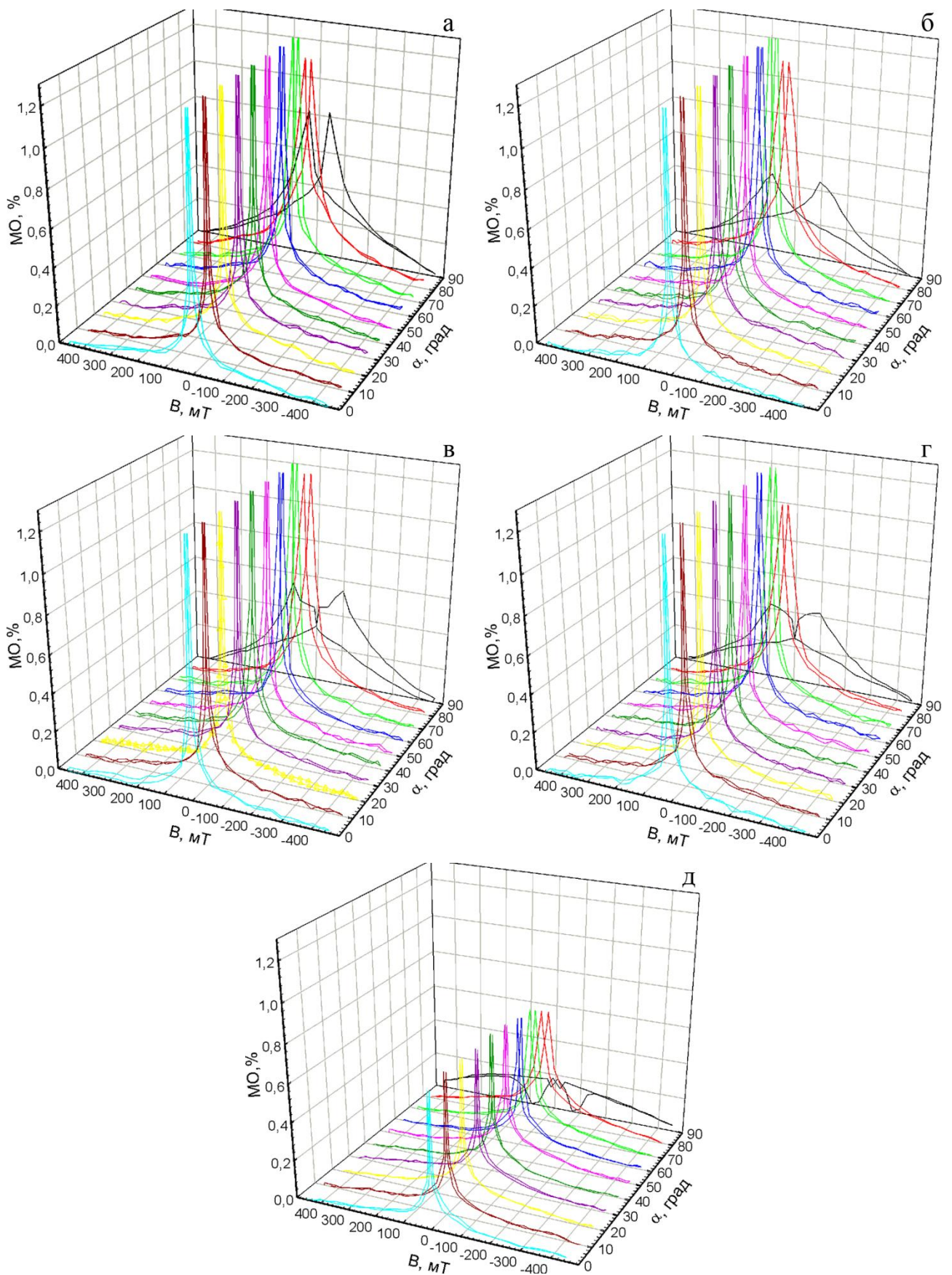


Рис. В.6. Залежності зміни МО від кута α ($0-90^\circ$) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(20нм)/Au(6нм)/Co(3нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

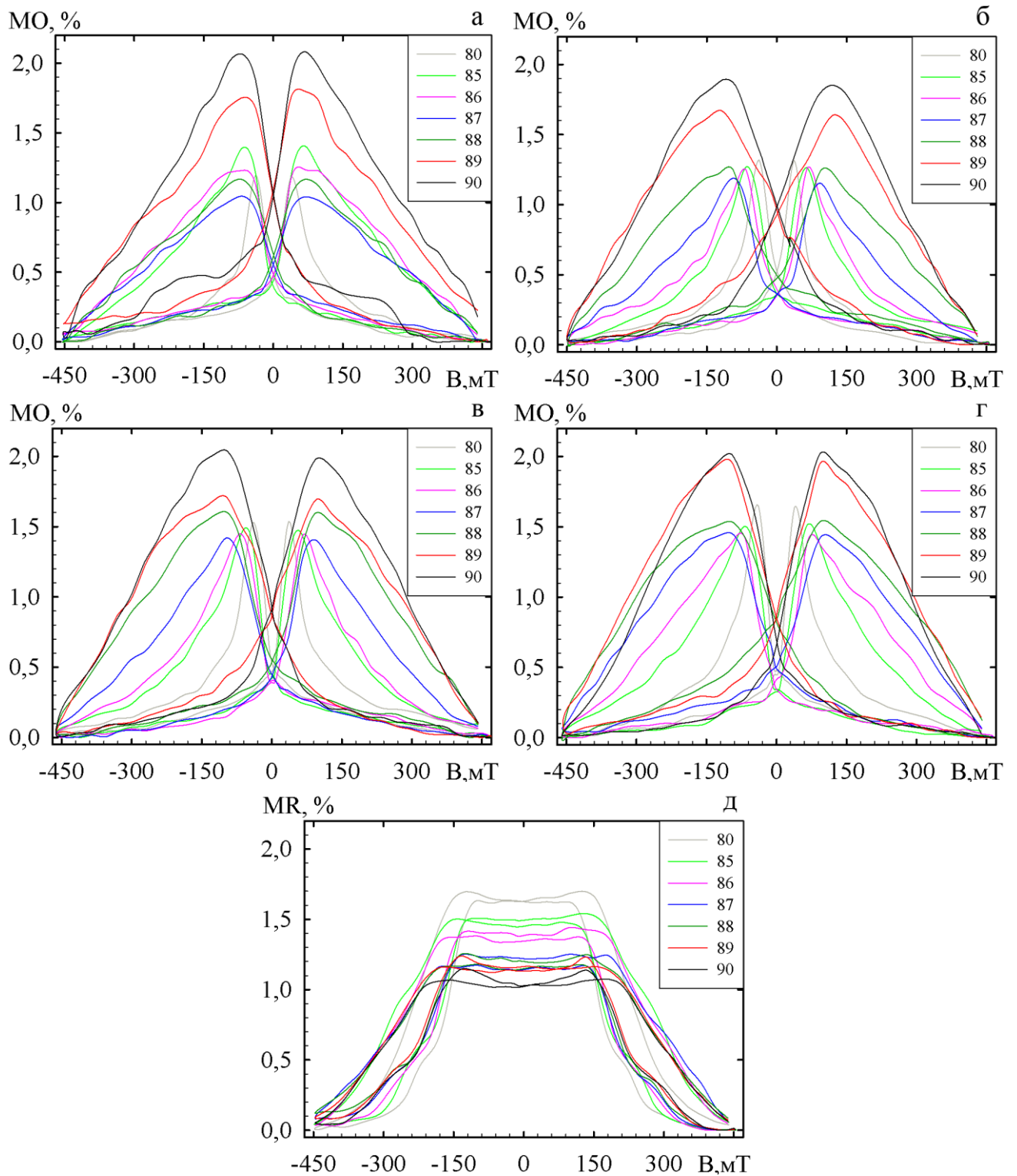


Рис. В.7. Залежності зміни МО від кута α (80, 85, 86, 87, 88, 89, 90°) для спін-вентильної системи $\text{Au}(1\text{nm})/\text{Co}(20\text{nm})/\text{Cu}(6\text{nm})/\text{Co}(3\text{nm})/\text{SiO}_2/\text{Si}$ до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

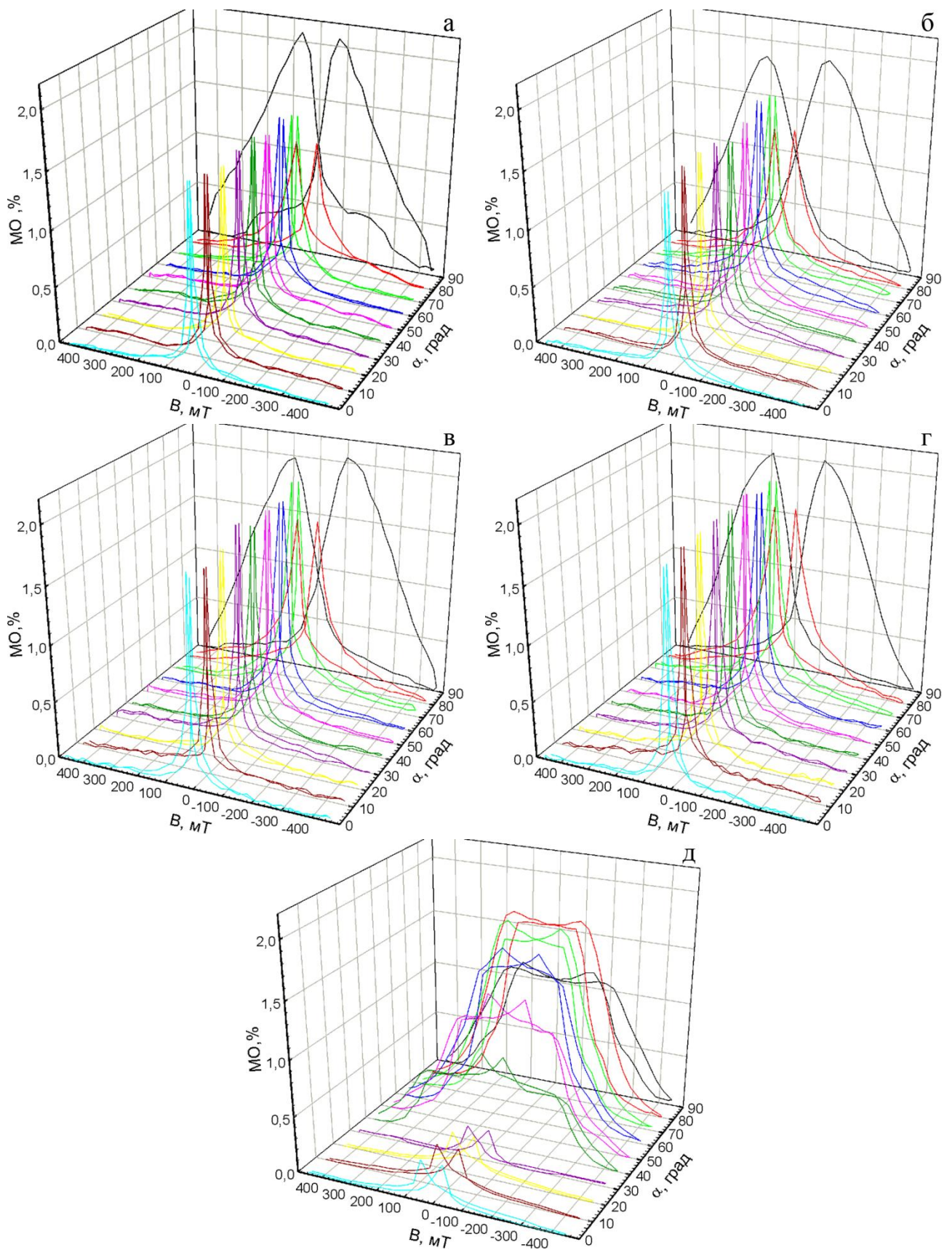


Рис. В.8. Залежності зміни МО від кута α ($0-90^\circ$) для спін-вентильної системи Au(1нм)/Co(20нм)/Cu(6нм)/Co(3нм)/SiO₂/Si до (а) та після відпалювання при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) та 900 К (д)

Додаток Г

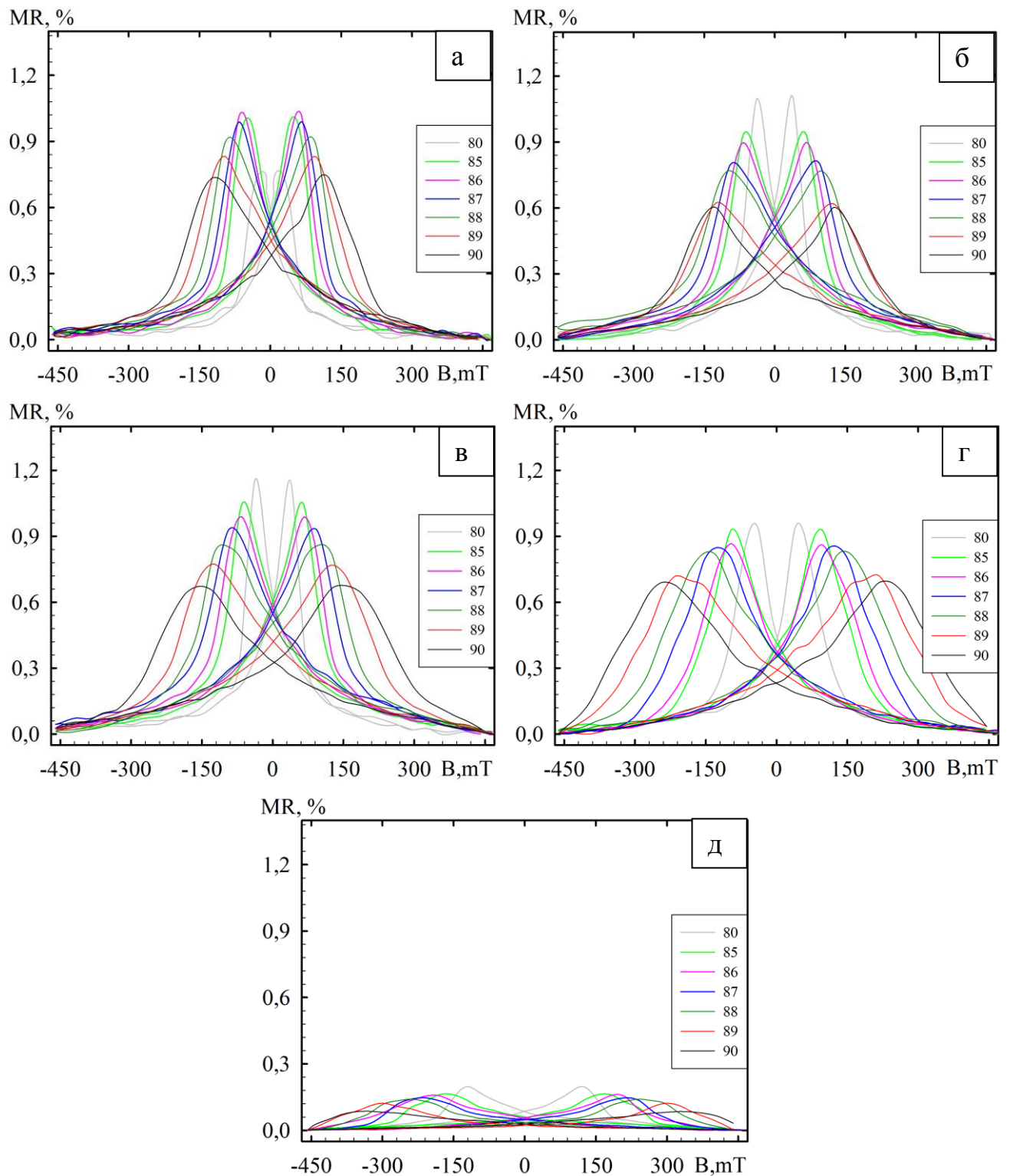


Рис. Г.1 Залежності зміни МО від величини зовнішнього магнітного поля для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/FeO(НЧ)/SiO₂/Si у діапазоні кутів $\alpha=80-90^\circ$ для невідпаленого зразка(а) і відпаленого при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) и 900 К (д)

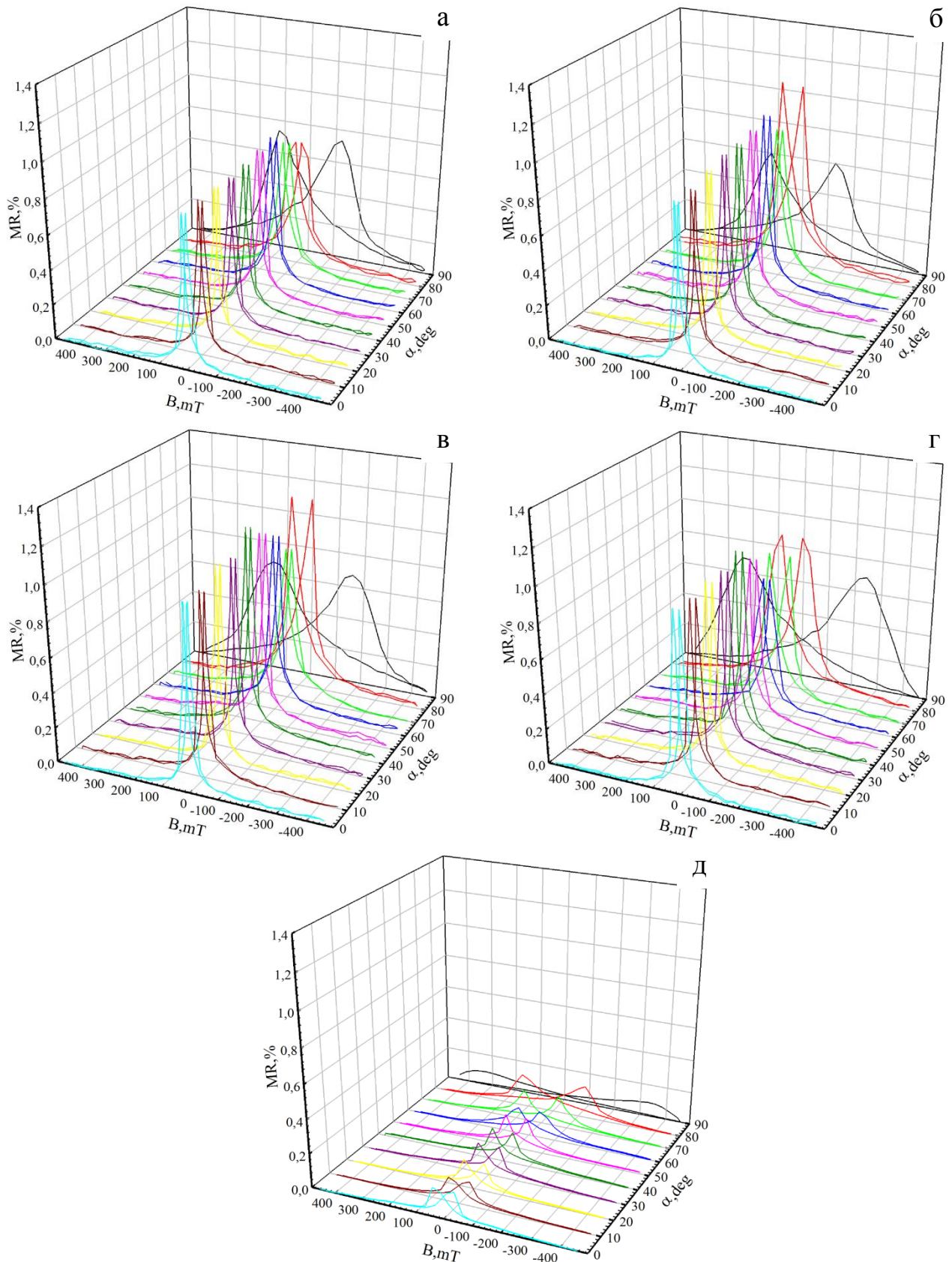


Рис. Г.2. Залежності зміни МО від величини зовнішнього магнітного поля для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/FeO(НЧ)/SiO₂/Si у діапазоні кутів $\alpha=0-90^\circ$ для невідпаленого зразка(а) і відпаленого при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) і 900 К (д)

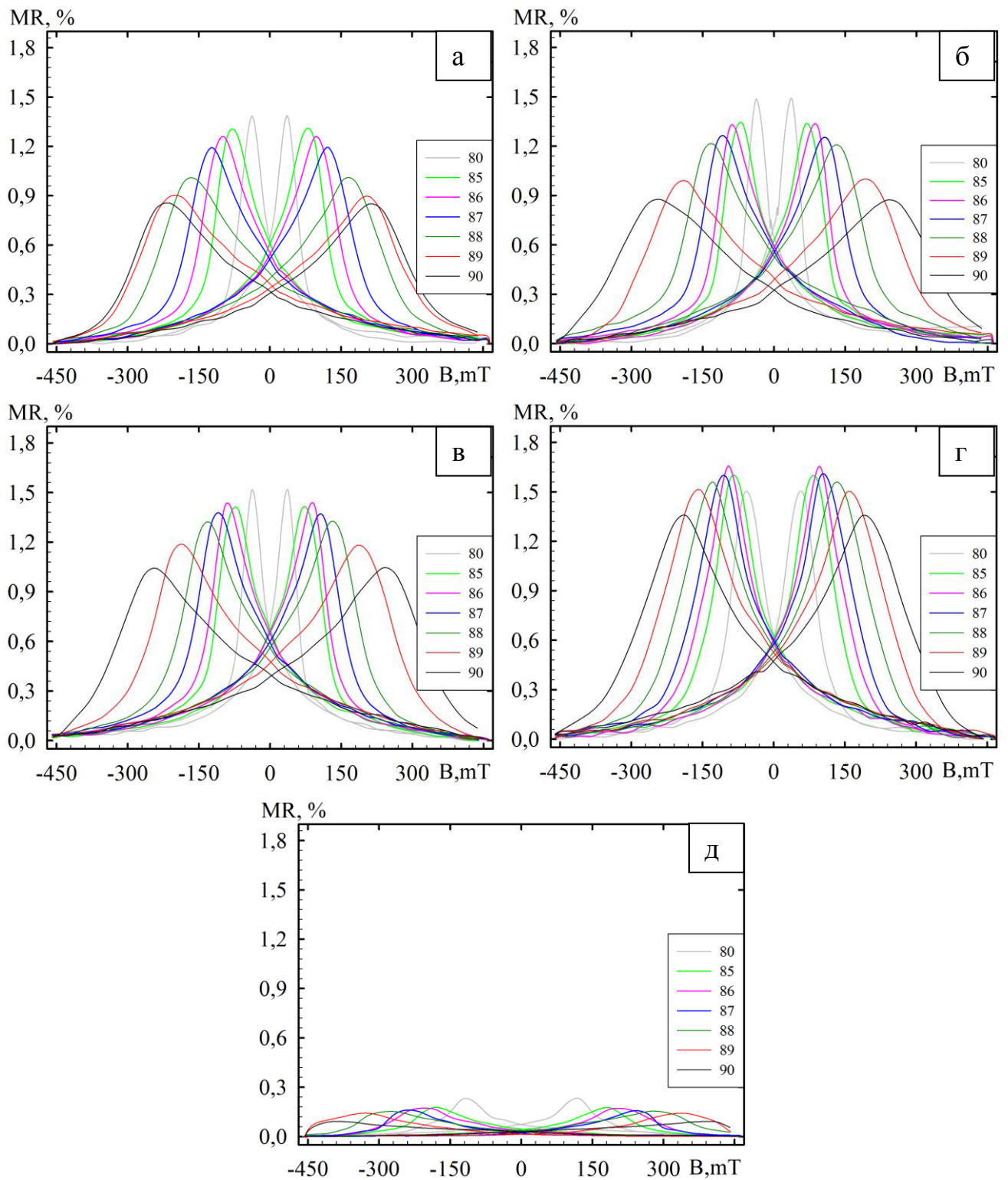


Рис. Г.3 Залежності зміни МО від величини зовнішнього магнітного поля для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/Fe₃O₄(НЧ)/SiO₂/Si у діапазоні кутів $\alpha=80-90^\circ$ для невідпаленого зразка(а) і відпаленого при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) и 900 К (д)

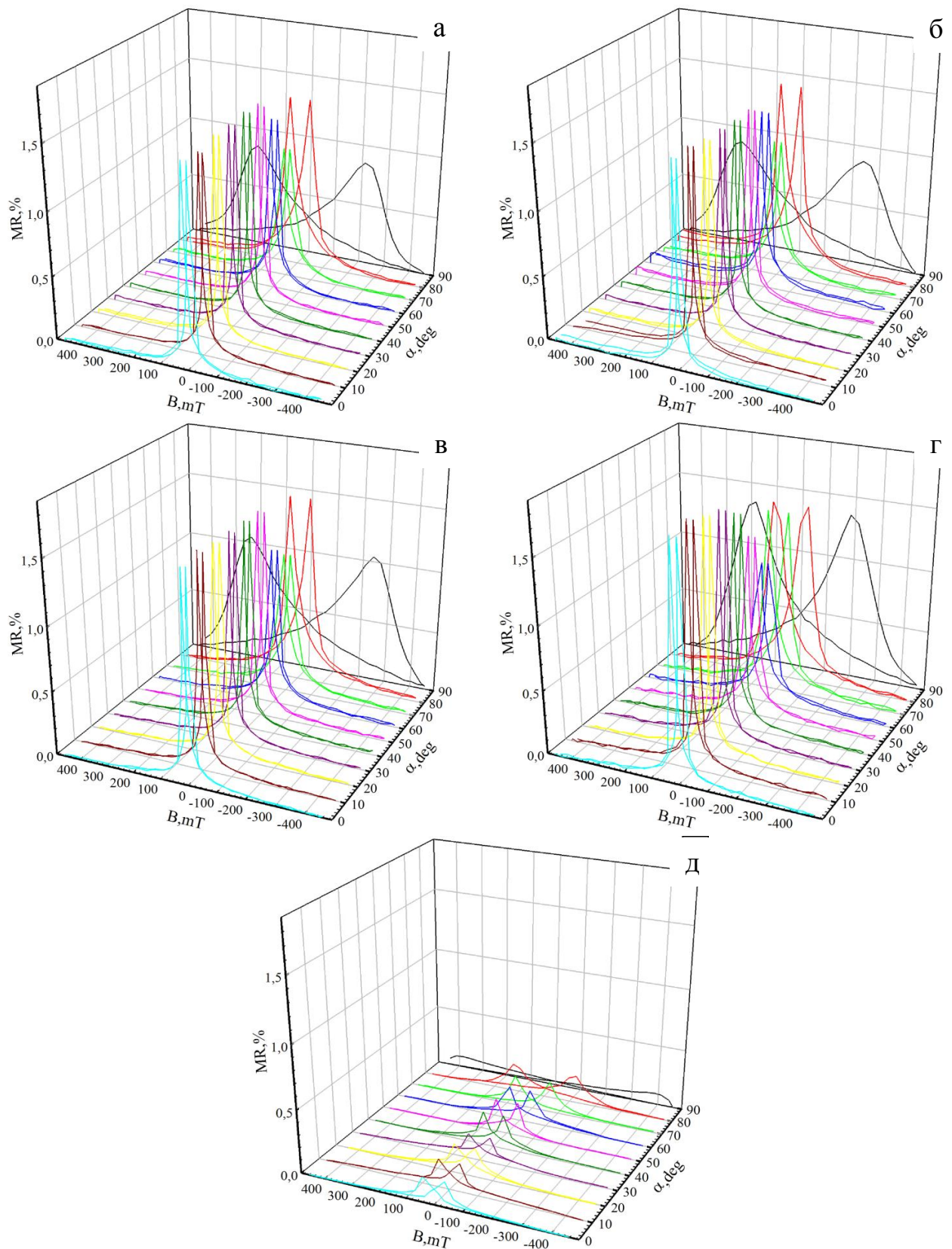


Рис. Г.4. Залежності зміни МО від величини зовнішнього магнітного поля для системи Au(2 нм)/Cu(20 нм)/Fe₃O₄(НЧ)/SiO₂/Si у діапазоні кутів $\alpha=0-90^\circ$ для невідпаленого зразка(а) і відпаленого при температурах 450 (б), 600 (в), 750 (г) и 900 К (д)