

УДК 538.975;971;955

КП

№ держреєстрації 0112U004688

Інв. №

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

40007, м.Суми, вул. Римського-Корсакова,2

тел.(0542)33-40-49 факс (0542) 33-40-58

e-mail: info@sci.sumdu.edu.ua

ЗАТВЕРДЖУЮ

Проректор з наукової роботи,

д.ф.-м.н., професор

_____ А.М.Чорноус

ЗВІТ

ПРО НАУКОВО - ДОСЛІДНУ РОБОТУ

Структурно-фазовий стан та магніторезистивні властивості плівкових систем

ФАЗОВИЙ СКЛАД, МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ТА ЕЛЕКТОРОФІЗИЧНІ

ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК НА ОСНОВІ Fe(Ni) ТА Dy

(завершальний)

Начальник НДЧ

к.ф.-м.н., снс

Д.І. Курбатов

Керівник НДР,

к.ф.-м.н., доцент

І.О.Шпетний

2016

Рукопис закінчений 30 травня 2016 року
Результати цієї роботи розглянуті науковою радою СумДУ,
протокол від 2016.06.15 № 10

СПИСОК АВТОРІВ

Керівник НДР, к.ф.-м.н., доцент	І.О. Шпетний (вступ, розділ 1, перелік посилань)
	2016.05.30
д.ф.-м.н., професор	А.М. Черноус (підрозділ 3.3)
	2016.05.30
к.ф.-м.н.	С.І. Воробйов (підрозділ 3.1)
	2016.05.30
асистент	О.В. Шутилева (розділ 2)
	2016.05.30
асистент	Я.М. Литвиненко (підрозділ 3.2)
	2016.05.30

РЕФЕРАТ

Звіт про НДР: 71 с., 51 рис., 10 таблиць, 60 джерел.

Мета роботи полягала у дослідженні кристалічної структури, фазового складу, магнітних, магніторезистивних та електрофізичних властивостей плівкових систем типу феромагнетик / рідкоземельний метал; встановлено взаємозв'язок між структурно-фазовим станом та магнітними, магніторезистивними, електрофізичними властивостями багатошарових систем на основі плівок Fe(Ni)/Dy.

Встановлено, що у тришарових плівкових системах Ni/Dy/Ni/Π та Fe/Dy/Fe/Π структурно-фазовий стан, а відповідно і магнітні, магніторезистивні властивості залежать від товщини проміжного шару Dy. При ефективних товщинах одношарових плівок Dy менше 15 нм у них електроннографічно фіксується квазіаморфна фаза (ка-Dy), а при збільшенні товщини від 15 до 40 нм – проявляються процеси кристалізації.

Структури на основі Fe(Ni) та Dy можуть застосовуватися при створенні стабільного датчика, основною функцією якого є детектування слабких магнітних полів. Оскільки дані системи характеризуються стабільним структурно-фазовим станом, що дозволяє виключити вплив температурного фактора на роботу датчиків.

Отримані в роботі результати дослідження структури та властивостей систем на основі Fe(Ni)/Dy корелюють між собою та свідчать про значний вплив структурно-фазового стану на магнітні та магніторезистивні властивості.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	6
1 ГАЛЬВАНОМАГНІТНІ І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ.....	7
1.1 Структурно-фазовий стан плівкових систем на основі РЗ-ПМ металів.....	7
1.1.1 Одношарові плівки Dy.....	8
1.1.2 Плівкові системи на основі рідкоземельних та феромагнітних металів.....	10
1.2 Магніторезистивні властивості плівкових матеріалів на основі рідкоземельних та феромагнітних металів	12
1.3 Магнітні властивості плівкових матеріалів на основі рідкоземельних та феромагнітних металів.....	17
2 МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ.....	22
2.1 Прилади і методи отримання та термообробки плівкових зразків на основі Ni і Fe та Dy.....	22
2.2 Методика дослідження фазового складу і кристалічної структури.....	25
2.3 Методика дослідження магнітних і магніторезистивних властивостей.....	27
2.3.1 Методика досліджень магнітних властивостей.....	27
2.3.2 Методика дослідження магніторезистивних властивостей.....	31
3 ФАЗОВИЙ СКЛАД, МАГНІТНІ, МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ТА ЕЛЕКТОРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК НА ОСНОВІ Fe(Ni) ТА Dy....	33
3.1. Структурно-фазовий стан.....	33
3.1.1 Структурно-фазовий стан одношарових плівок Dy.....	33
3.1.2 Фазовий склад плівок феромагнітних металів.....	35
3.1.3 Фазовий склад тришарових плівок на основі Fe, Ni та Dy.....	44
3.2 Магнітні властивості.....	49
3.2.1 Магнітні властивості одношарових плівок Fe і Ni.....	49
3.2.2 Магнітні властивості тришарових плівок на основі Fe, Ni та Dy.....	53

	5
3.3. Магніторезистивні властивості.....	57
3.3.1 Магніторезистивні властивості одношарових плівок.....	57
3.3.2 Магніторезистивні властивості тришарових плівок.....	59
ВИСНОВКИ.....	64
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ.....	66

ВСТУП

Плівкові системи на основі рідкоземельних (РЗ) і 3-d перехідних металів (ПМ) представляють собою новий клас матеріалів у яких структурні, магнітні та магніторезистивні властивості відрізняються від властивостей одношарових плівок за рахунок обмінної взаємодії між електронами незаповнених комірок у оболонках атомів ПМ (3d-електрони) і РЗ (4f-електрони) [1]. Аморфна структура матеріалів характеризується неупорядкованим розташуванням атомів, що суттєвим чином впливає на властивості системи у порівнянні з кристалічними структурами. Плівкові системи на основі РЗ-ПМ металів у аморфному стані можуть мати значну перпендикулярну анізотропію завдяки чому можуть бути використані при створенні магнітних носіїв інформації [2]. У процесі дослідження аморфних плівкових систем особливу увагу звертають на магнітні, магнітооптичні, магніторезистивні та їх структурні властивості.

Слід зазначити, що необхідною умовою практичного застосування тонких плівок є повторюваність властивостей отримуваних плівкових структур. На сьогоднішній день найбільш поширеним методом отримання плівок з високою повторюваністю є методи вакуумного осадження.

Плівкові зразки, що містять немагнітні прошарки із рідкоземельного металу на даний час не були досліджені у повній мірі. Проте, ряд цікавих особливостей були зафіксовані у таких системах: зменшення сили зв'язку між магнітними шарами із збільшенням товщини прошарку [3, 4]; аномальні петлі гістерезису [5]; біквдратичні обмінні прошарки [6].

Таким чином метою даної роботи є аналіз літературних джерел стосовно встановленню впливу фазового складу, методу і умов отримання на магнітні і магніторезистивні властивості багатошарових систем та проведення комплексного дослідження структурно-фазового стану та розмірних ефектів у магнітних та магніторезистивних властивостях тришарових плівок на основі Fe(Ni)/Dy при різних геометрія дослідження властивостей.

1 ГАЛЬВАНОМАГНІТНІ І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВКОВИХ МАТЕРІАЛІВ

1.1 Структурно-фазовий стан плівкових систем на основі РЗ-ПМ металів

На властивості плівкових зразків впливають як товщини окремих шарів, так і умови отримання, які у свою чергу визначають фазовий склад. Позитивним моментом є те, що змінюючи параметри можливо отримати необхідні властивості, але в той же час виникає проблема, яка полягає у складності їх відтворення. Тому технологія отримання багатошарових структур потребує великої уваги [7, 8]. На практиці найбільш поширеними методами отримання є іонне розпилення та термічне випаровування.

Одним із головних елементів у формуванні багатьох фізичних властивостей багатошарових плівок є їх структурний стан та інтерфейси (міжшарові області), тому що саме ці області чинять сильний вплив на макроскопічні магнітні властивості, що і стало причиною наукового інтересу [7].

Структурний стан характеризується наявністю певного порядку (або його відсутністю) у розташуванні атомів на відстанях, атомною структурою, а також розмірами, формою і мікроструктурою. До останніх відносять кристаліти, міжкристалітні межі, композиційні та інші просторово оформлені неоднорідності. При відносно великій товщині ($L > 10$ нм) структурний стан плівок, перш за все, залежить від способу і температурного режиму напилення. Однак у тонких плівках суттєвим структуроутворюючим фактором виступає товщина. Найбільш розповсюдженими методиками, які використовуються для вивчення структурних елементів тонких плівок взагалі і РЗ-ПМ плівок зокрема, є просвічуюча електронна мікроскопія, електронна та рентгенівська дифракції [7].

Аморфізація рідкоземельних і 3d-металів при зменшенні товщини шарів зафіксована в цілому ряді робіт, присвячених дослідженню РЗ-ПМ плівок [9–11]. На рисунку 1.1 показана діаграма, яка на прикладі РЗ-ПМ систем на основі Gd / Fe, Tb / Fe, Dy / Fe дає певну кількісну характеристику.

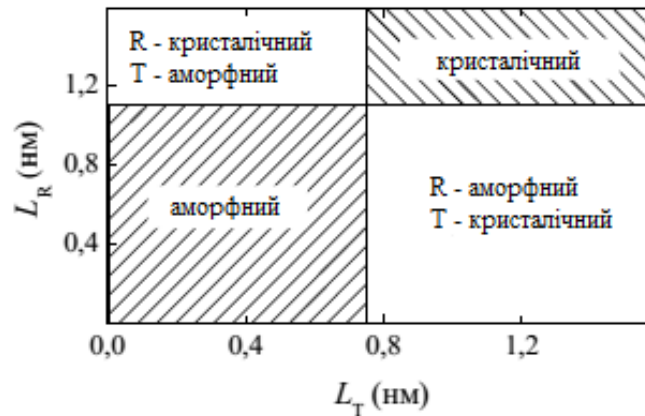


Рисунок 1.1 – Діаграма, що ілюструє вплив товщини шарів на структурний стан багат шарових плівок R / Fe (де R = Gd, Tb, Dy) [9]. Зразки отримані методом іонного розпилення при температурі 300 К

Розглянемо вплив ефективної товщини плівок з рідкоземельних металів на їх структурно-фазовий стан.

1.1.1 Одношарові плівки Dy

Тонкі плівки Dy проявляють хімічну активність і у вільному стані у них може утворюватись оксид Dy_2O_3 двох модифікацій: кубічної (α) та моноклінної (β), при чому обидві модифікації є високотемпературними. Гідрид диспрозію DyH_3 утворюється лише внаслідок реакції водню і диспрозію при нагріванні:



Оксиди на відміну від гідридів можуть утворитись у процесі осадження, при подальших дослідженнях або можуть бути штучно сформовані при внесенні у робочий об'єм вакуумної камери кисню під час конденсації.

У роботі [12] досліджено структурно-фазовий стан плівок Dy_2O_3 товщиною 100 нм, які було отримано методом термічного випаровування на скляну підкладку у вакуумній камері при 10^{-5} Па. Рентгенографічні дослідження показали що, для плівок фіксується лише фаза ОЦК- Dy_2O_3 з параметром решітки $a = 1,066$ нм. Після відпалювання до температури 373 К не відбувається значного росту кристалічних зерен.

У роботі [13] проаналізовано структурно-фазовий стан зразків масивного нанокристалічного Dy отриманих методом плазменно-іскрового спікання. Густина зразків була перевірена методом Архімеда і вона склала більше 99 % від теоретичної густини для чистого Dy (99,99 %). Мікроструктуру зразків було досліджено методом просвічуючої електронної мікроскопії (рис. 1.2). Кристалічну структуру було досліджено методом рентгенівської дифракції з Cu-K α випромінюванням (рис. 1.3).

На рисунку 1.2, а і 1.2, б показано типові мікроструктури і електронограми масивних нанокристалічних зразків диспрозію отриманих при температурах спікання 573 К і 773 К відповідно. Дослідження показали, що середній діаметр кристалічних зерен зразків складає 10 і 100 нм відповідно. Авторами було показано, що як і для масивних зразків при кімнатній температурі, отримані зразки мають фазовий склад ГЦП-Dy. Подібний результат був отриманий авторами роботи [14].

Для підтвердження результатів авторами було проведено додатково рентгенографічні дослідження. На рисунку 1.3 приведені рентгенограми для отриманих нанокристалічних зразків і для порівняння крупнозернистого Dy. Як видно з рисунку, для крупнозернистого зразка Dy фіксується тільки ГЦП фаза. У порівнянні з крупнозернистим Dy, дифракційні піки нанокристалічних зразків дещо розширюються, що пов'язано з невеликим розміром кристалічних зерен. Середній розмір зерен було розраховано за формулою Шеррера і становив 10,2 і 97,4 нм, відповідно, що узгоджується з даними отриманими за допомогою ПЕМ. Окрім того, фіксується три додаткових дифракційних піки які відповідають фазі ОЦК- Dy₂O₃ і становить 0,82 ат.% при 573 К і 0,91 ат.% при 773 К. Наявність незначної домішки оксидної фази пояснюється окислювальними процесами Dy під час підготовки зразків.

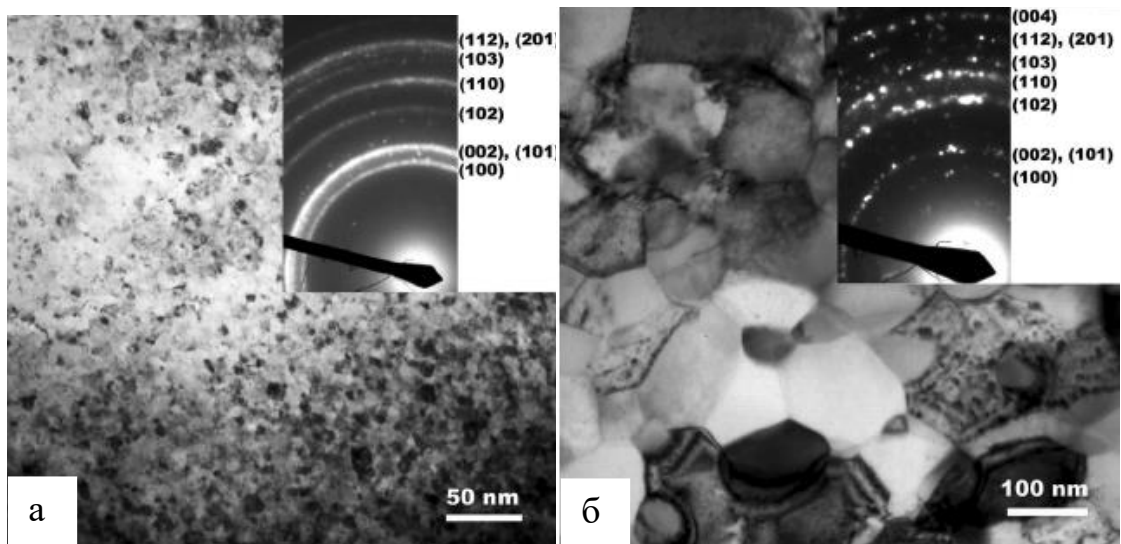


Рисунок 1.2 – Мікроструктура та електронограми масивних нанокристалічних зразків Dy при температурах спікання 573 К (а) та 773 К (б) [13]

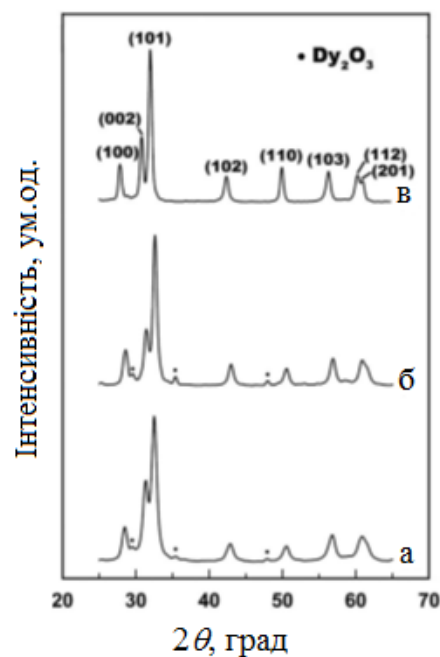


Рисунок 1.3 – Рентгенівська дифракція від масивних нанокристалічних зразків Dy при температурах спікання 573 К (а) та 773 К (б) і крупнозернистого (в) [13]

1.1.2 Плівкові системи на основі рідкоземельних та феромагнітних металів

Основні особливості структурно-фазового стану плівкових систем на основі РЗ-ПМ металів пов'язані з переходом від кристалічного стану в аморфний при зменшенні товщини шарів (див., наприклад, [7]). Такий перехід у

першу чергу залежить від способу та температурних режимів отримання зразків. Також можна відмітити, що на даний час залишається відкритим питанням про міжшарове перемішування та досконалість інтерфейсів у мультишарах на основі РЗ-ПМ металів.

Одним з найбільш доступних способів вивчення якості міжшарових інтерфейсів є малокутова рентгенівська дифракція. Використання малих кутів ковзання рентгенівського випромінювання робить можливим виконання умови Вульфа-Брегга для площин, віддалених на порівняно великі відстані, якими у багатошарових плівках виступають поверхні шарів. Таким чином, наявність і положення дифракційних максимумів малокутового рентгенівського розсіювання, перш за все, буде свідчити про період багатошарової структури [7].

У роботі [15] досліджено структурні властивості мультишарів на основі $[\text{Fe}(3)/\text{Dy}(2)]_{10} / \text{Si}$. Плівкові зразки було отримано електронно-променевим методом шляхом почергового осадження шарів металів Fe і Dy на кремнієву підкладку ($\text{Si}(001)$) з температурою від 320 до 570 К у надвисокому вакуумі з тиском 10^{-8} Па. Мультишари було покрито шаром Cr з метою уникнення окиснення зразків під час дослідження. На рисунку 1.4 представлено зображення ПЕМ, які показують шари структури. Як видно з рисунка мультишари мають регулярну структуру, де темні шари відповідають Fe, а світлі Dy.

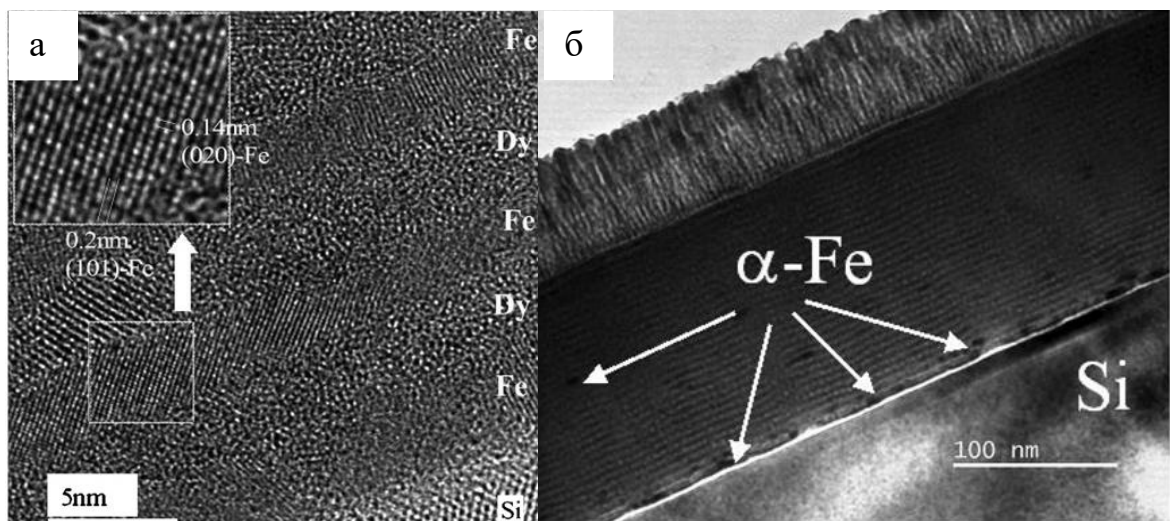


Рисунок 1.4 – ПЕМ зображення мультишарів Fe(3) / Dy(2) осаджених при температурах підкладки 320 К (а) і 570 К (б) [15]

Слід відмітити наявність темних плям у шарах Fe, які відповідають нанокристалічним кластерам Fe у першому осадженому шарі, який є полікристалічним, у той час як шари Dy є аморфними. З електронogram на рисунку 1.5 видно, що шари обох металів є аморфними.

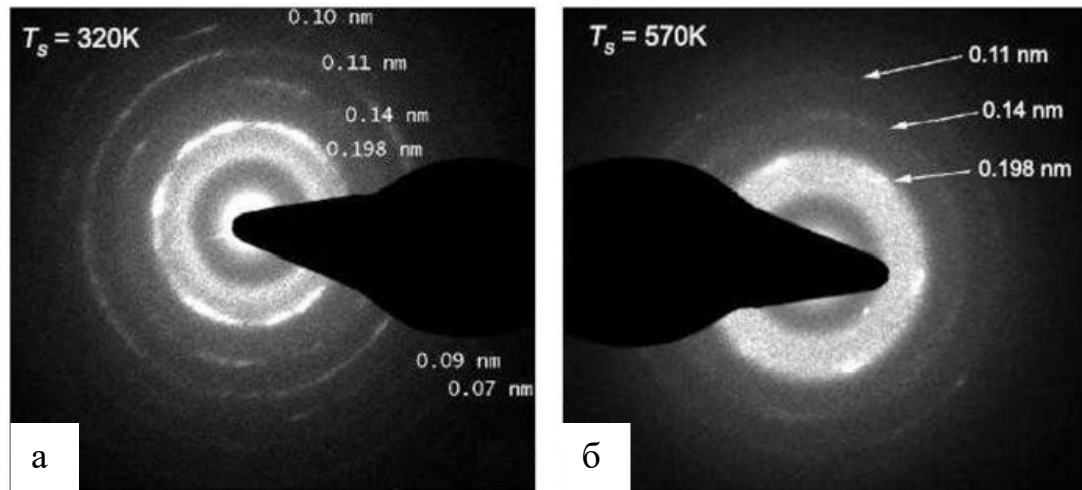


Рисунок 1.5 – Електронogramи мультишарів Fe(3)/Dy(2) осаджених при температурах підкладки 320 К (а) і 570 К (б) [15]

Проте діаметр кілець мультишарів при 320 К (рис.1.5, а) відповідають міжatomним площинам α -Fe. На електронogramах при 570 К (рис.1.5, б) видно три широкі дифракційні кільця, що відповідають міжatomним площинам α -Fe (110), (020), (211). Зменшення інтенсивності та кількості кілець відображає зниження частки α -Fe у зразках з підвищенням температури підкладки. Це зниження може бути пов'язане з більшою хімічною активністю та змішування шарів. Аналогічний результат спостерігався у роботі [16].

1.2 Магніторезистивні властивості плівкових матеріалів на основі рідкоземельних та феромагнітних металів

Магніторезистивний ефект – це зміна електричного опору матеріалу у зовнішньому магнітному полі. Мірою впливу магнітного поля на електроопір є магнітоопір (МО). Для описання МО використовуються два різних визначення.

Згідно з першим, МО являє собою відношення зміни електричного опору до опору у стані насичення $\Delta R / R_{\text{нас}}$:

$$\frac{\Delta R}{R_{\text{нас}}} = \frac{R(H) - R_{\text{нас}}}{R_{\text{нас}}} \cdot 100 \%, \quad (1.2)$$

де $R(H)$ опір в залежності від прикладеного зовнішнього поля H ;

$R_{\text{нас}}$ – опір зразка при магнітному насиченні або опір при максимальному полі у випадку коли зразок повністю не вийшов на насичення.

Інше визначення полягає у нормуванні опору до його значення при нульовому зовнішньому полі (R_0). Воно визначається наступним чином:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{R(H) - R_0}{R_0} \cdot 100 \%, \quad (1.3)$$

Ці два визначення зв'язані співвідношенням:

$$\frac{\Delta R}{R_{\text{нас}}} = \frac{\left(\frac{\Delta R}{R_0} \right)}{\left(\frac{\Delta R}{R_0} \right) - 1}. \quad (1.4)$$

Причиною класичного магніторезистивного ефекту є викривлення траєкторій електронів і дірок у магнітному полі і, відповідно, їх більше розсіювання. Для тонких плівок на основі РЗ-ПІМ металів характерним є анізотропний (АМО) магнітоопір. Фізичною причиною виникнення АМО є спін-орбітальна взаємодія електронів, яка призводить до спін-залежного розсіювання. Анізотропний характер обумовлений залежністю питомого опору від взаємної орієнтації струму і намагніченості. Для типового феромагнітного металу з намагніченістю B , направленою під кутом θ до струму I анізотропний магнітоопір визначається зі співвідношення:

$$R(\theta) = R_{\perp} + \left(R_{\parallel} - R_{\perp} \right) \cdot \cos^2 \theta, \quad (1.5)$$

де R_{\perp} – опір при $B \perp I$, R_{\parallel} – опір при $B \parallel I$. Часто $R_{\parallel} > R_{\perp}$ при кімнатній температурі.

Не менш важливу роль відіграє розташування осей легкого і важкого намагнічування відносно до напрямку протікання струму, вектору зовнішнього магнітного поля і до зміни вектора намагніченості зразка. Електричний струм через зразок легше буде протікати по легкій вісі намагнічування, у площині якої будуть орієнтовані магнітні домени (у різних сингоній різна кристалографічна площина).

З точки зору МО РЗ і ПМ шари є нерівноправними. Це пояснюється тим, що 3d-метали мають дещо більшу анізотропію МО, ніж рідкоземельні, а через високий питомий електроопір РЗ шарів електричний струм, який протікає у багатошаровому зразку, витісняється в ПМ шари. Тому МО плівок на основі рідкоземельних та перехідних металів в основному відображає МО ПМ шарів [7].

У тонких плівках на основі РЗ-ПМ проявляється як анізотропний так і гігантський магніторезистивний ефект. Причому з точки зору звичайного магнітоопору РЗ і ПМ шари нерівноправні. По-перше, 3d-метали мають дещо більшу анізотропію магнітоопору, ніж рідкоземельні. По-друге, через високий питомий електроопір РЗ шарів електричний струм, який протікає в багатошаровому зразку, витісняється в ПМ шари. Тому магнітоопір РЗ-ПМ плівок в основному відображає магнітоопір ПМ шарів. Крім того, аналіз магнітоопору може давати певну інформацію і про атомну структуру плівок [7].

Величина гігантського магнітоопору у РЗ-ПМ мультишарах відносно мала навіть в порівнянні із анізотропним магнітоопором. Ця обставина ускладнює і виявлення гігантського магнітоопору у звичайній геометрії експериментів, коли електричний струм і магнітне поле направлені у площині зразків. Тут більш вдалою для використання можна вважати геометрію, у якій електричний струм пропускається перпендикулярно поверхні, а намагнічування здійснюється у площині плівки. При цьому анізотропний магнітоопір відсутній, оскільки зберігається нормальне розташування векторів електричного струму і намагніченості. Зміна опору в полі відбувається за рахунок деформації феромагнітної структури, утвореної магнітними моментами шарів РЗ і ПМ металів. Приклад подібної залежності $R(H)$ для плівок $DyNiBi$ показаний на рисунку 1.6 [17].

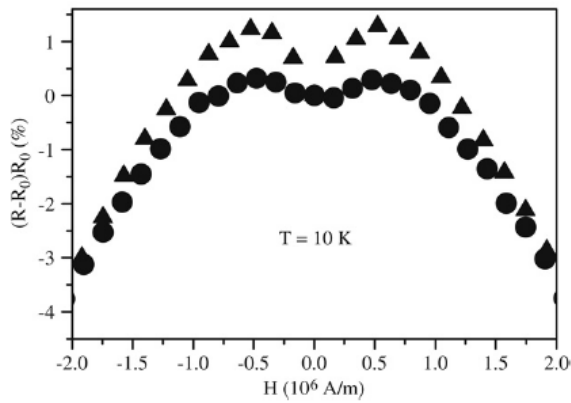


Рисунок 1.6 – Залежність величини магнітоопору сплаву DyNiBi від напруженості магнітного поля у поздовжній геометрії вимірювання при $T = 10 \text{ K}$ [17]

Автори роботи [17] показали вплив температури дослідження на знак магнітоопору. Було показано, що в сплаві DyNiBi при малих полях і температурах нижче 200 К проявляється від'ємне значення ГМО (див. рис. 1.7.), що може бути пояснено температурою переходу для диспрозію, та неоднорідностями Ві в структурі. При полях вище 0,6 Т знак магнітоопору змінюється на позитивний.

Авторами [18] проводилося вимірювання величини ГМО для мультишарів Si / Ta(4,5) / [Co(0,8) / Dy(1,8) / Co(0,8) / Cu(0,9) / Co(2,6) / Cu(0,9)]_N / Ta(4,5) отриманих методом магнетронного розпилення на кремнієву підкладку Si(001) у вакуумі з тиском 3×10^{-6} Па з швидкістю осадження 0,3 нм/с. Вимірювання магнітоопору проводилось за 4-х точковою схемою вимірювання при температурі 4,2 К (при температурі нижчою за температуру переходу для диспрозію). На рисунку 1.8, а показано, що зі збільшенням кількості повторювань значення ГМО збільшується до -6,5 %, а мінімальне значення фіксується коли кількість повторювань $N = 4$. Подібний результат було отримано у роботі [19] і показує, що електрони з більшою провідністю можуть пройти через шар Dy з товщиною 2нм.

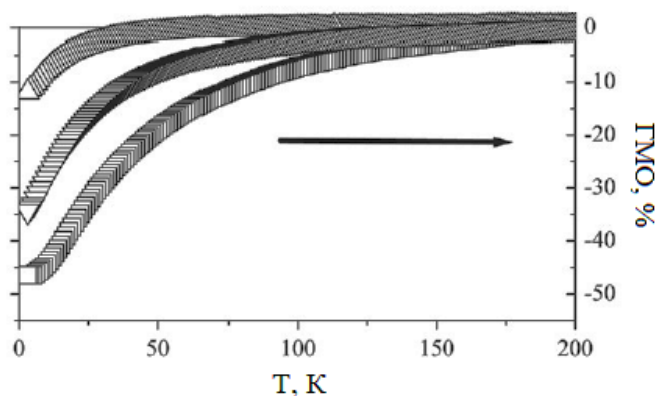


Рисунок 1.7 – Залежність величини ГМО DyNiBi від величини прикладеного магнітного поля, де $\Delta - 1,6 \times 10^6 \text{ A/m}$, $\nabla - 4 \times 10^6 \text{ A/m}$, $\square - 7,1 \times 10^6 \text{ A/m}$ [17]

Для того щоб перевірити за рахунок чого утворюється ГМО в роботі [18] змінювали вміст компонент Co і Dy в окремих шарах структури. На рисунку 1.8,б показано випадок, коли прошарки Co були видалені з композитного шару (прозорі точки). Очевидно, що в даному випадку незначним чином проявляється ефект ГМО. Зразок із зворотним порядком шарів в композитному шарі, тобто $[Dy / Co / Dy / Cu / Co / Cu]_N$, також має затухаюче мале значення ГМО. Ці два результати показують, що між шарами Dy має бути більше одного прошарку з Co для отримання ГМО. Таким чином, для появи ГМО необхідною умовою є наявність 3d-ферромагнетик / Cu інтерфейсів з обох сторін рідкоземельного металу.

У роботі [20] вивчалась залежність величини магнітоопору від прикладеного зовнішнього магнітного поля для мультишарів $[Fe(4,5)/Er(8,8)]_6$ та $[Fe(4,5)/Er(3,5)]_9$. Автори [20] показали, що величина магнітоопору становить від 0,01 до 0,03%. Зменшення товщини шару Er з 8,8 нм до 3,5 нм призводить до зростання величини магнітоопору, хоча характер залежності $MO(B)$ залишається незмінним.

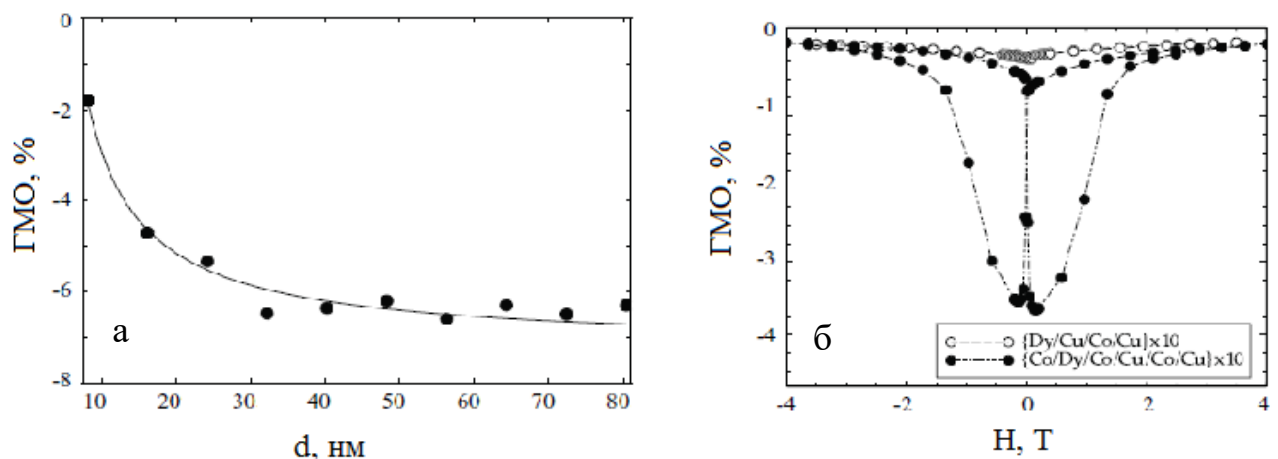


Рисунок 1.8 – Залежність величини ГМО при 4,2 К у паралельній геометрії вимірювання: а – зміна величини ГМО зі збільшенням кількості повторювань; б – зміна величини ГМО з додаванням прошарку ферромагнітного Co [18]

1.3 Магнітні властивості плівкових матеріалів на основі рідкоземельних та феромагнітних металів

Багатошарові плівки та сплави на основі РЗ-ПМ несуть у собі поєднання магнетизму декількох груп магнітних речовин, які самі по собі дуже різноманітні. Перехідні 3d-метали є зонними магнетиками у яких основними носіями магнетизму виступають 3d-електрони, які в значній мірі не пов'язані з конкретними вузлами кристалічної решітки, а магнітне упорядкування здійснюється за рахунок прямої обмінної взаємодії і є короткодійними [7]. У свою чергу в рідкоземельних металах магнетизм пов'язаний з 4 f-електронами, що належать глибинним електронним оболонкам. Це призводить до локалізації магнітних моментів на атомах та відсутності прямої обмінної взаємодії в системі 4f-електронів. Магнітне впорядкування здійснюється завдяки непрямому обміну через електрони провідності. Така взаємодія є осцилюючою і довготривалою [7].

При поєднанні РЗ і ПМ метали характеризуються 3d-4f електронною обмінною взаємодією між двома магнітними системами формуючи феро- або феррімагнітну структуру. Ці структури характеризуються обмінною енергією, яку можна оцінити за величиною температури Кюрі (T_C), при якій магнітне упорядкування руйнується тепловим рухом [21, 7].

Одним з факторів, що впливають на магнітний стан шарів РЗ металів в шаруватих структурах і надрешітках, може бути взаємодія з сусідніми шарами 3d-металів або включеннями 3d-атомів в шарі РЗ-металу. Диспрозій є досить цікавим об'єктом для дослідження такого роду впливу, завдяки наявності двох магнітних фазових переходів, розділених великим температурним інтервалом: з парамагнітної фази в спіральну антиферомагнітну при температурі Нееля $T_N = 175$ К і з спіральної в феромагнітну фазу при $T_C = 85$ К [22, 23]. При цьому температура і характер фазових переходів істотно залежать від прикладеного магнітного поля. Сильний вплив на магнітну структуру Ду чинять також розмір і структура зразка.

Автори роботи [13] дослідили намагніченість зразків масивних зразків Dy при охолодженні в інтервалі температури від 5 до 300 К у зовнішньому магнітному полі 100 Е. Два магнітних переходів спостерігалися у всіх зразках (рис.1.9). Для крупнозернистого зразка Dy температура Неєля фазового переходу другого порядку «антиферомагнетик \leftrightarrow парамагнетик» становить $T_N = 175$ К, а температура Кюрі фазового переходу першого порядку «феромагнетик \leftrightarrow антиферомагнетик» становить $T_C = 81,5$ К. Для нанокристалічного зразка Dy із середнім розміром зерна 100 нм (зразок В), T_N зменшується до 180,5 К, і T_C значно зменшується до 63,5 К. Для нанокристалічного зразка Dy із середнім розміром зерен 10 нм (зразок А) T_N зменшується до 171 К, а T_C збільшується аномально до 100 К. Крім того, на вставці рисунка 1.9 показані криві намагнічування зразка А при охолодженні і нагріванні. Очевидно, відхилення температури Кюрі між кривими нагрівання та охолодження спостерігалось за рахунок теплового гістерезису переходу «феромагнетик \leftrightarrow антиферомагнетик» в режимі нагрівання.

Автори роботи [13] показали, що на магнітні властивості зразків впливає структура зразків і температура дослідження. Даний факт підтверджує те, що при температурі 5 К намагніченість зразків падає на 3,35 %, коерцитивна сила збільшується для зразків Dy з нанокристалічною структурою.

У плівках на основі РЗ-ПМ металів проявляється немонотонна залежність намагніченості від температури [24–26]. Це пов'язано з різними температурними залежностями намагніченостей R і T підсистем. При певних температурах компенсації ($T_{\text{комп}}$) відбувається зрівнювання магнітних моментів ($M_R = M_T$), а на залежностях $M(T)$ спостерігається мінімум. У плівках на основі РЗ-ПМ металів $T_{\text{комп}}$ залежить від структурно-фазового стану та конфігурації плівкової системи.

У роботі [27] було досліджено вплив товщини магнітожорсткого шару на магнітні властивості двошарових обмінно-зв'язаної фері-/феромагнітної плівкової структури. У даній структурі роль магнітожорсткого шару виконує аморфний сплав рідкоземельного і перехідного металів. Величина енергії

зміщення поля в плівках NiFe/PЗ-ПМ значно перевищує величину одноосної анізотропії в структурах з антиферомагнітним шаром. Для встановлення впливу товщини вимірювались петлі магнітооптичного гістерезису (полярний ефект Керра) DyCo-шарів (рис. 1.10, 1.11) у поздовжній і перпендикулярній площині плівки. Дослідження проводились на двошарових плівках NiFe/ DyCo з обмінною одно направленою анізотропією.

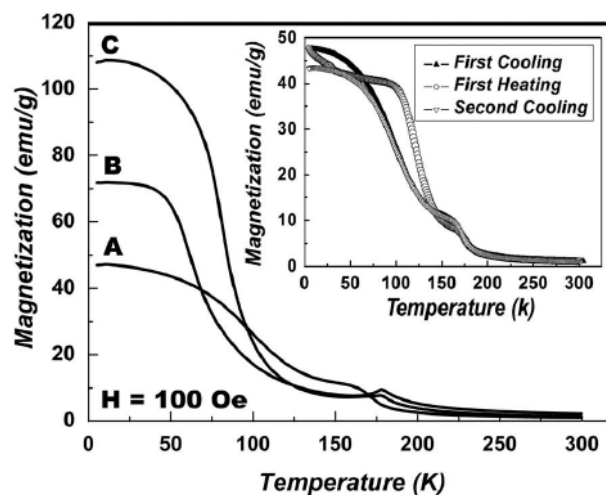


Рисунок 1.9 – Температурна залежність намагніченості масивних зразків Dy у зовнішньому магнітному полі 100 Е: крива А – зразок отриманий при 573 К, крива В – зразок отриманий при 773 К, крива С – грубозернистий зразок. Вставка: криві намагнічування зразка при 573 К для процесів нагрівання – охолодження [13]

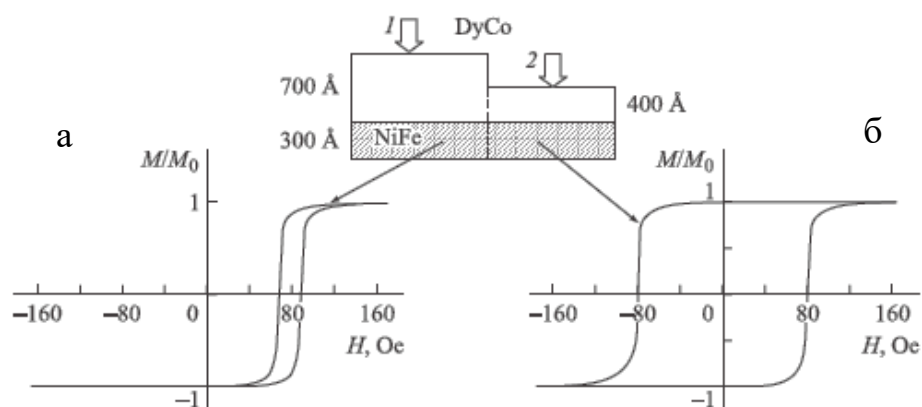


Рисунок 1.10 – Вид петель гістерезису для плівок NiFe/DyCo з різною товщиною магнітожорсткого шару $d_{\text{DyCo}} = 700 \text{ \AA}$ (1) і 400 \AA (2), $d_{\text{NiFe}} = 300 \text{ \AA}$ [27]

Як видно з рисунку 1.10, б одно направлена анізотропія відсутня, а коерцитивна сила дорівнює полю зміщення плівки. Такий варіант можливий, коли товщина магнітожорсткого шару (d_a) дорівнює товщині інтерфейсу (d_{in}). З рисунку 1.11 видно, що в зразках намагніченість направлена нормально до площини плівки. Таким чином можна стверджувати, що вплив магнітом'якого шару на магнітожорсткий в даній структурі приводить до зміни магнітного стану на товщинах рівних товщині інтерфейсу. Магнітний момент цього шару практично розташовується в площині зразка. Даний результат суперечить результатам робіт [28-29] у яких ефекти обмінної взаємодії з магнітом'яким шаром не призводить до переорієнтації структури.

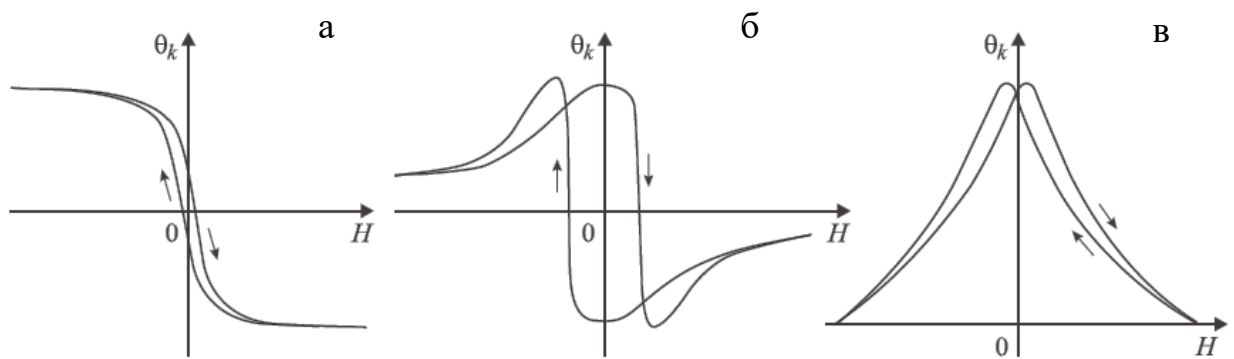


Рисунок 1.11 – Магнітооптичні петлі гістерезису для плівок NiFe/DyCo з $d_a < d_{in}$ (а), $d_a > d_{in}$ (б, в). Поле H перпендикулярне площині зразка (а, б) і паралельне площині зразка (в) [27]

У роботі [30] авторами було досліджено вплив температури підкладки на магнітні властивості. Мультишари $[\text{Fe}(3)/\text{Dy}(2)]_{30}$ були отримані методом термічного випаровування на кремнієву підкладку у вакуумі 5×10^{-6} Па при температурах підкладки $T_{\text{sub1}} = 300$ К, $T_{\text{sub2}} = 600$ К. На рисунку 1.13 показано петлі гістерезису отримані при температурі вимірювання 100 К. Автори прийшли до висновку, що у зразках отриманих при вищій температурі підкладки більш виражено проявляється перпендикулярна магнітна анізотропія та інтерфейси між Fe та Dy чіткіші.

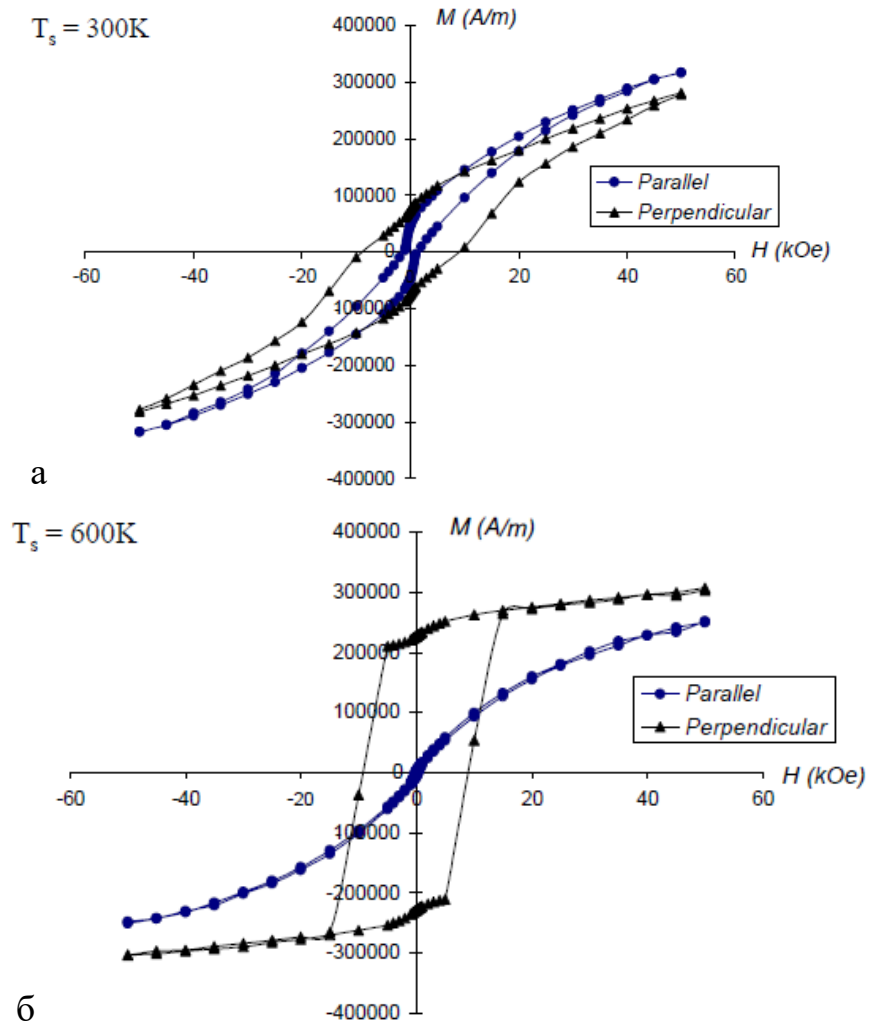


Рисунок 1.12 – Магнітні петлі гістерезису виміряні за допомогою СКВІД-магнітометра при 100 К у паралельній та перпендикулярній геометрії вимірювання: а – $[\text{Fe}(3)/\text{Dy}(2)]_{30}$ при $T_{\text{sub}1} = 300\text{ K}$, б – $[\text{Fe}(3)/\text{Dy}(2)]_{30}$ при $T_{\text{sub}2} = 600\text{ K}$ [30]

2 МЕТОДИКА І ТЕХНІКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

2.1 Прилади і методи отримання та термообробки плівкових зразків на основі Ni і Fe та Dy

Процес отримання одношарових та тришарових плівок систем на основі Ni і Fe та Dy проводився в робочому об'ємі вакуумної установки ВУП-5М (рис. 2.1), в якій вакуум створювався пароструменевим насосом НВДМ-160 з попередньою відкачкою механічним форвакуумним насосом 2НВД-5ДМ. Вимірювання ступеня вакууму забезпечували перетворювачі ПМТ-2 та ПМІ-2 [31]. Основні елементи установки виконані із нержавіючої сталі Х18Н10Т з незначним газовиділенням. Блоки живлення забезпечували як функціонування установки, так і режими відпалювання, напilenня, вимірювання параметрів процесів в робочому об'ємі при залишковому тиску газів $\sim 10^{-4}$ Па [31].

У робочому об'ємі вакуумної установки на відстані 70 – 80 мм від випаровувачів знаходився підкладкотримач, конструкція якого забезпечувала можливість одночасного розміщення до десяти підкладок. Це дозволяло отримати серію плівкових зразків з різною товщиною шарів без розгерметизації робочого об'єму.



Рисунок 2.1 – Зовнішній вигляд вакуумної установки ВУП-5М.

Одношарові і тришарові плівки Ni і Fe та Dy були отримані шляхом пошарової конденсації у робочому об'ємі вакуумної камери електронно-променевою методом з середньою швидкістю конденсації та температурах підкладки, значення яких наведено у таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Загальна характеристика плівкових систем та умови їх формування

Плівкова система	Товщина, нм	Спосіб отримання	Технологічні умови отримання	Умови термообробки
Fe/Dy/Fe	$d_{\text{Fe}} = 1 - 30,$ $d_{\text{Dy}} = 1 - 25$	Електронно-променеве осадження	$P \cong 10^{-4}$ Па $\omega = 0,03 - 0,05$ нм/с $T_{\text{п}} = 460$ К	$P \cong 10^{-4}$ Па $T_{\text{в}} = 700$ К
Ni/Dy/Ni	$D_{\text{Ni}} = 1 - 30,$ $d_{\text{Dy}} = 1 - 25$	Електронно-променеве осадження	$P \cong 10^{-4}$ Па $\omega = 0,03 - 0,05$ нм/с $T_{\text{п}} = 460$ К	$P \cong 10^{-4}$ Па $T_{\text{в}} = 700$ К

Достатня адгезія плівок до підкладки забезпечувалась її підігрівом, що важливо з точки зору послідуєчих вимірювань опору. Крім цього збільшення температури підкладки при конденсації, дозволило отримати більш структурно-досконалі з меншою кількістю дефектів кристалічної будови зразки. Також прилади у процесі експлуатації нагріваються, тому підігрів підкладки у процесі конденсації дозволив отримати плівки зі стабільними робочими характеристиками у діапазоні температур від кімнатних до температур підкладки.

При виготовленні тонкоплівкових датчиків важливу роль відіграє підкладка, яка повинна задовольняти певним встановленим вимогам [32], зокрема бути діелектричною, мати термічну стійкість, низький температурний коефіцієнт лінійного розширення, шорсткість повинна бути не менше 14 класу і мати високу механічну міцність. Комплексу таких вимог відповідають ситалові підкладки [32], які використовуються при виготовленні гібридних інтегральних мікросхем та ряду датчиків. У зв'язку з цим при дослідженні магніторезистивних властивостей використовувались ситалові підкладки розміром 10×10 мм.

Для контролю товщини плівок у процесі напилення застосовувався метод кварцового резонатора [33]. Для вимірювання у високовакуумній установці монтувався пристрій – коливальний електричний контур, що складається з генератора (робоча частота 10МГц), самого кварцу і вимірника частоти (застосовувався електронно-лічильний частотометр Ф5035). Для забезпечення потрібної термостабілізації робочих характеристик у процесі вимірювання товщини, використовували кристал зі спеціальною кристалографічною орієнтацією, що має низький температурний коефіцієнт розширення при температурах близьких до кімнатних. Крім того сам кристал вмонтовано в металевий корпус, що забезпечувало достатній тепловідвід.

Товщина сконденсованої плівки визначалась за допомогою співвідношення:

$$d = \frac{N_a \cdot D_q}{D_f \cdot f_q^2} \cdot (f_q - f) \quad (2.1)$$

де D_q та D_f – густина кварцу та напиленої речовини;

f_q – резонансна частота кварцу до початку напилення;

f – резонансна частота кварцу після напилення;

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

Вибраний діапазон частот – 10 МГц і чутливість використаного обладнання для вимірювання частоти забезпечує невизначеність лише в діапазоні ± 1 Гц і в цілому відчуває зміни товщини $\sim 0,1 - 0,2$ нм.

Термообробка плівкових зразків проводилась у вакуумі ($P \sim 10^{-4}$ Па) до $T_e \cong 700$ К за схемою «нагрівання \rightarrow витримка протягом 20 хв \rightarrow охолодження до кімнатної температури» (П – підкладка). Регулювання швидкості нагріву і охолодження зразків, часу витримки, контроль температури підкладок здійснювалось в автоматичному режимі за допомогою програмно-апаратного комплексу на основі 16-бітного сигма-дельта АЦП ADAM-4118 (рис. 2.2) з використанням методики запропонованої у роботі [34].

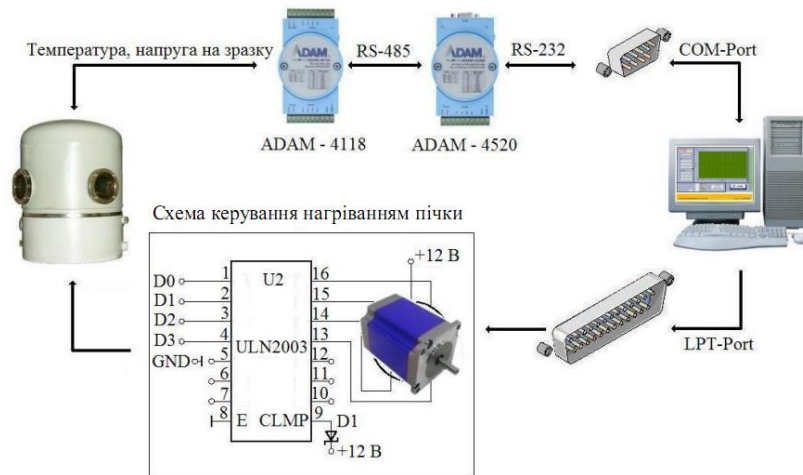


Рисунок 2.2 – Схема апаратної частини автоматизованого комплексу для дослідження терморезистивних властивостей [34]

Оскільки для отримання достовірних результатів експериментальних досліджень необхідна постійна швидкість зміни температури (3 – 5 К/хв.), тому під час досліджень терморезистивних властивостей було використано спеціальну конструкцію нагрівача з малою інерційністю для термовідпалювання зразків, яка дозволила підвищити точність вимірювань. Конструкція такого нагрівача запропонована у роботі [35].

2.2 Методика дослідження фазового складу і кристалічної структури

Дослідження кристалічної структури зразків малої товщини проводили методами електронної просвічуючої мікроскопії і електроннографії швидких електронів з використанням мікроскопа ПЕМ-125К. Кристалічна структура зразків у світлопольному режимі вивчалась при збільшеннях від $(20 - 200) \cdot 10^3$ крат. Метод просвічуючої електронної мікроскопії дозволяє одержати інформацію про розміри і концентрацію кристалітів, характер меж зерен та про дефекти кристалічної будови. Ця інформація доповнюється даними електроннографічного методу про міжплощинні відстані тип та параметри кристалічної решітки.

Для проведення досліджень електронно-зондовими методами плівки конденсувались на сколи (001) NaCl (KCl) або на плівки-підкладки з аморфного

вуглецю ($d \leq 20$ нм), які розташовувались на опорній мікроскопічній сітці. Аморфна структура вуглецю прозора для пучка електронів і не впливає на фазовий стан плівок. Для дослідження впливу термообробки на структурно-фазовий стан, досліджувані плівки після препарування на мікроскопічну сітку відпалювались у вакуумі протягом 15 – 20 хв при фіксованих температурах T_0 , значення яких зазначені у таблиці 2.1.

Обробка результатів електроннографічних досліджень проводилась за допомогою відповідного програмного забезпечення [36], що дозволило збільшити точність вимірювань.

Алгоритм роботи програми працює за загальноприйнятою методикою аналізу дифракційних картин, яку можна розділити на два етапи. Спочатку визначається стала приладу з використанням еталону (наприклад плівки Al товщиною 30 – 40 нм, міжплощинні відстані якого відомі). Для цього у програму завантажується зображення дифракційної картини еталонного зразка, проводиться автоматичне знаходження центру електроннограми, вибираються необхідні лінії для розрахунку та проводиться розрахунок за допомогою співвідношення [37]:

$$C = D_{hkl}^0 \cdot d_{hkl}^0, \quad (2.2)$$

де d_{hkl}^0 – міжплощинна відстань еталону;

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

На другому етапі, використовувались електроннограми від експериментальних зразків. Для розшифровки електроннограми проводяться аналогічні дії (як і у випадку еталонного зразка), до програми завантажується зображення, визначається центр електроннограми та обираються лінії для розрахунку. Відмінність двох етапів полягає у розрахунку міжплощинних відстаней та параметрів кристалічної решітки безпосередньо для експериментального зразка з використанням діаметру його дифракційних кілець та сталої приладу. Розрахунок

параметрів решітки (a і c) проводився за допомогою відомих співвідношень для кристалів кубічної та гексагональної сингоній [37]:

$$d_{hkl} = \frac{C}{D_{hkl}}, \quad (2.3)$$

$$a_{hkl} = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (2.4)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}, \quad (2.5)$$

$$a_{hko} = \frac{2}{\sqrt{3}} d_{hko} \sqrt{h^2 + kh + k^2}, \quad c_{00l} = l d_{00l} \quad (2.6)$$

де D_{hkl} – діаметри дифракційних кілець невідомого зразка;

d_{hkl} – міжплощинна відстань невідомого зразка;

h, k, l – індекси Міллера.

При інтерпретації результатів розшифровки електронogram використовувалися відомі табличні дані про величину міжплощинних відстаней та відносну інтенсивність ліній на дифрактограмах для масивних зразків Ni, Fe і Dy та їх оксидів [38].

2.3 Методика дослідження магнітних і магніторезистивних властивостей

Дослідження магнітних і магніторезистивних властивостей плівкових систем у більшості випадків проводились комплексно для одних і тих же зразків після напилення та їх подальшої термообробки.

2.3.1 Методика досліджень магнітних властивостей

Магнітні властивості досліджувались методом вібраційної магнітометрії (прилад VSM Lake Shore) при кімнатних температурах (рис. 2.3, а) у зовнішньому магнітному полі ± 2 Тл при двох орієнтаціях зразка відносно прикладеного зовнішнього магнітного поля:

– лінії індукції магнітного поля були направлені паралельно поверхні зразка (паралельна геометрія);

– лінії індукції магнітного поля були направлені перпендикулярно до поверхні зразка (перпендикулярна геометрія).

Принцип дії приладу ґрунтується на вимірюванні поля зразка, який коливається в однорідному магнітному полі зі сталою частотою та амплітудою [39]. Зразок закріплювався на тримачі з кварцового скла і приводився у коливальний рух у системі чотирьох вимірювальних котушок (рис. 2.3, б). При цьому вісь коливань була паралельна площині котушок, а магнітний момент зразка, індукований зовнішнім магнітним полем, орієнтувався перпендикулярно площині котушок. Котушки розташовувались на полюсах електромагніту, який є джерелом магнітного поля. На кожному полюсі пари котушок з'єднані «зустрічно», а пари між собою – «послідовно». При русі зразка вгору збільшувався магнітний потік у верхніх котушках і зменшувався у нижніх котушках. Електрорушійні сили, що виникають у них, мають різні знаки, але завдяки зустрічному включенню котушок, додаються. Подібним чином розвивається ситуація при русі зразка вниз. У той же час зміна однорідного поля електромагніту створює взаємокомпенсуючі сигнали в котушках. Така система з'єднання котушок дозволяла виділити корисний сигнал від зразка і мінімізувати паразитні сигнали від зовнішніх однорідних полів.

Електрорушійні сили у котушках визначаються потокозчепленням зі зразком, тому залежать не тільки від магнітного моменту зразка, але й від геометрії котушок, розмірів і форми зразка.

Програмне забезпечення (рис. 2.3, в) дозволяло встановлювати такі основні параметри вимірювання, як максимальне і мінімальне поле, крок вимірювання (кількість точок), геометрію вимірювання, кут орієнтації зразка в зовнішньому магнітному полі та ін.

З отриманих під час вимірювань петель гістерезису ми визначали такі магнітні характеристики плівкових зразків (рис. 2.4), як коерцитивна сила (B_c), намагніченість насичення (M_s) та залишкова намагніченість (M_r). Слід також

зазначити, що після вимірювань ми отримували намагніченість від прикладеного магнітного поля у відносних одиницях (emu).

Для інтерпретації отриманих результатів і їх порівняння нами було зроблено перерахунок намагніченості в об'ємну намагніченість з урахуванням геометричних розмірів та товщини плівки, а потім був здійснений перехід з системи СГС у СІ за співвідношенням (2.8):

$$1 \text{ emu/cm}^3 = 10^3 \text{ A/м.} \quad (2.8)$$

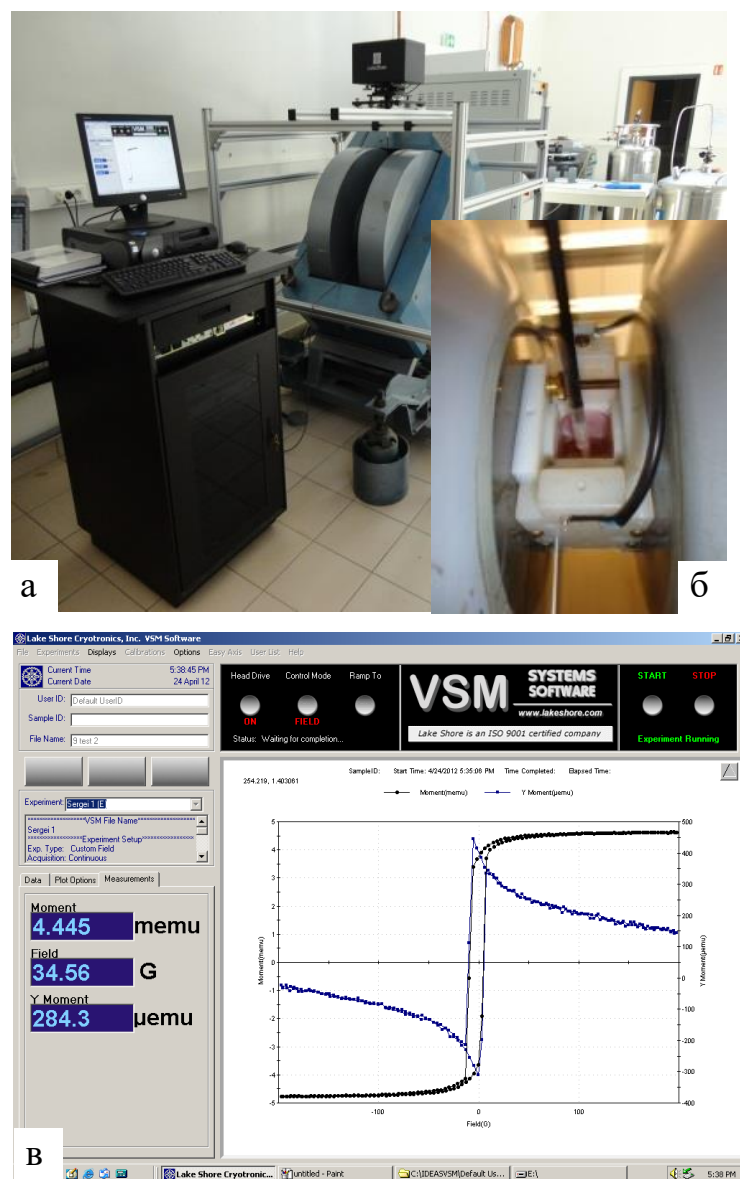


Рисунок 2.3 – Зовнішній вигляд вібраційного магнітометра Lake Shore (а), вимірювальних котушок (б) та робоча панель програмного забезпечення (в) керування вібраційним магнітометром

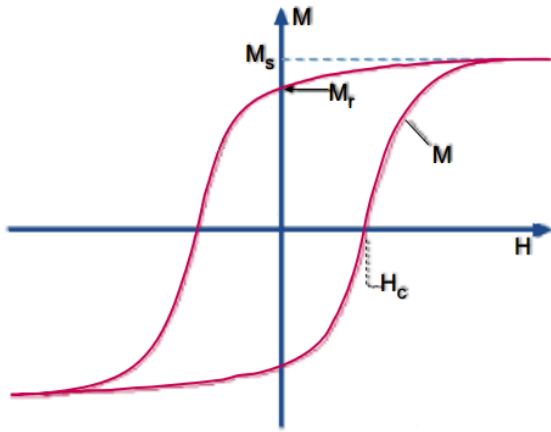


Рисунок 2.4 – До пояснення визначення магнітних характеристик

Не менш важливим питанням при дослідженні магнітних характеристик плівкових зразків є вплив часу, протягом якого відбувається один цикл перемагнічування. Для з'ясування цього фактору, нами було отримано серію петель гістерезису для одношарової плівки Co товщиною 25 нм у залежності від часу вимірювання. На рисунку 2.5 наведена залежність коерцитивної сили, намагніченості насичення та залишкової намагніченості від часу вимірювання.

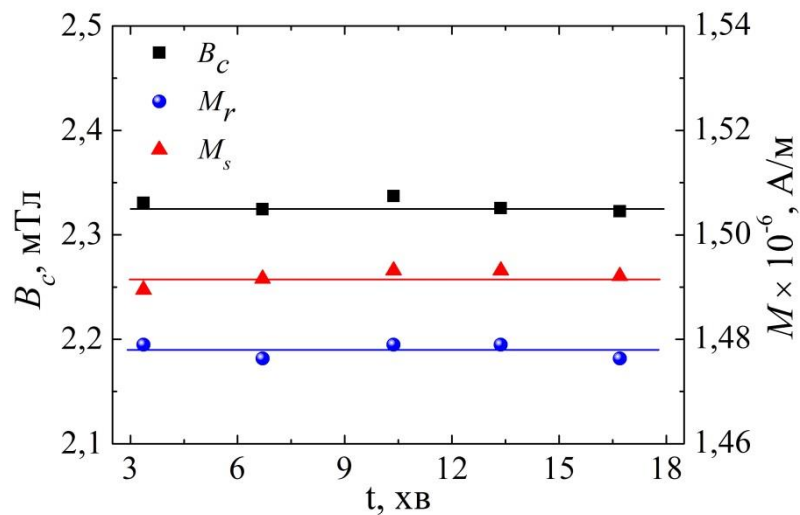


Рисунок 2.5 – Залежність коерцитивної сили, намагніченості насичення та залишкової намагніченості від часу вимірювання для одношарової плівки Co(25)/П

Аналіз цих даних дозволив зробити висновок, що незалежно від затраченого часу на один цикл перемагнічування плівкового зразка у межах похибки визначення величини B_c , M_s та M_r мають однакові значення. Це дуже

важливий фактор при порівнянні результатів вимірювань магнітних властивостей, які отримані від різних зразків чи/або від одного і того ж зразка але вимірюного з різною швидкістю.

2.3.2 Методика дослідження магніторезистивних властивостей

Зазвичай, для вимірювань ефекту магнітоопору (МО), геометрія при якій струм перпендикулярний площині зразка (CPP – current-perpendicular-to-plane), використовується нарівні з геометрією, коли струм паралельний площині зразка (CIP – current-in-plane). Ми використовували CIP геометрію, у якій розглянули три взаємних орієнтації магнітного поля B з площиною зразка і струмом, що в ній протікає: поздовжня геометрія – B паралельне площині півки і струму; перпендикулярна геометрія – B перпендикулярне площині півки і струму; поперечна геометрія – B паралельне площині і перпендикулярне струму.

Дослідження магніторезистивних властивостей відбувалось з використанням програмно-апаратного комплексу за чотирьохточковою схемою у трьох геометріях вимірювання (перпендикулярна, поперечна, поздовжня) при кімнатній температурі за методикою описаною у роботах [40-41].

Комплекс складається з електромагніту, уніполярного блоку живлення електромагніту Philips PM 2811, 12-ти бітного АЦП-ЦАП NI USB 6008, мультиметра для вимірювання електричного опору Keithley 2000 Digital, системи реле для зміни полярності магнітного поля та модуля повороту зразка (рис.2.6). Цей комплекс дозволяє автоматично вимірювати зміну магнітоопору в тонкоплівкових системах у різних геометріях вимірювання в тому числі при переході від перпендикулярної до поперечної та реалізувати можливість повороту зразка під час вимірювання в діапазоні кутів $\pm 180^\circ$ з мінімальним кроком 1° [41].

Розрахунок магнітоопору проводився нами за формулою:

$$MO = \Delta R/R_S = (R_B - R_S)/R_S, \quad (2.7)$$

де R_B і R_S – опір півки при заданому полі та полі насичення відповідно.

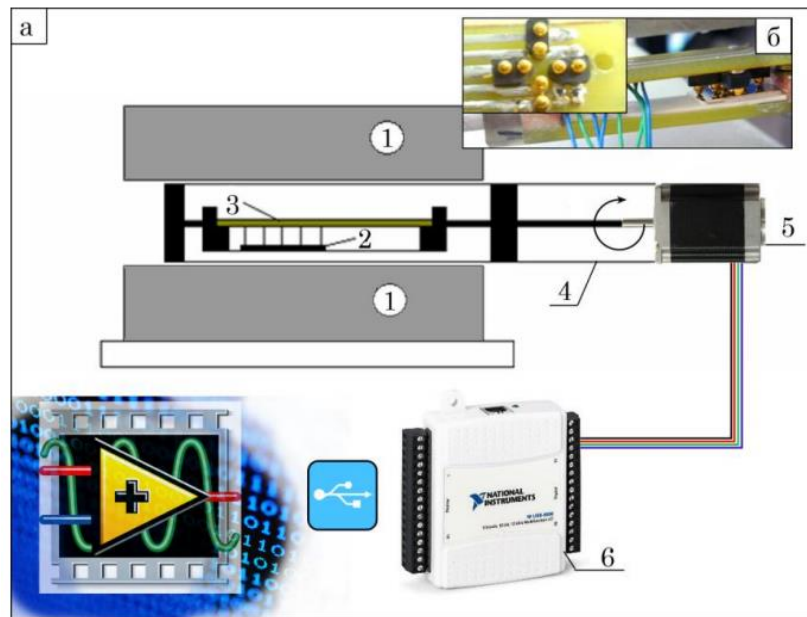


Рисунок 2.6 – Схематичне зображення комплексу для вимірювання магнітоопору з механізмом повороту зразка (а) та зовнішній вигляд контактів (б): 1 – осердя електромагніту; 2 – зразок; 3 – тримач контактів; 4 – консолі механізму повороту зразка; 5 – кроковий двигун; 6 – модулі збору даних NI USB 6008 [41]

3 ФАЗОВИЙ СКЛАД, МАГНІТНІ, МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ТА ЕЛЕКТОРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК НА ОСНОВІ Fe(Ni) ТА Dy

3.1. Структурно-фазовий стан

3.1.1 Структурно-фазовий стан одношарових плівок Dy

Згідно літературних даних свіжесконденсовані одношарові плівки рідкоземельних металів зокрема і Dy [42] схильні до аморфізації. Причому, як було показано в роботі [43], ступінь розупорядкування їх структури сильно залежить від товщини плівок та температури підкладки під час конденсації. При ефективних товщинах шарів Dy менше 15 нм електроннографічно спостерігається квазіаморфна фаза (рис. 3.1, а), а при збільшенні товщини – проявляються процеси кристалізації (рис. 3.1, б).

Зупинимося на результатах досліджень фазового складу плівок $d_{Dy} < 15$ нм. Яскраво виражених ліній, які б відповідали відбиттям від кристалографічних площин Dy на електроннограмах від свіжосконденсованих плівок не спостерігається (рис. 3.1, а). На дифрактограмах спостерігається два гало із середнім діаметром, який дає середнє значення міжплощинних відстаней 0,29 нм і 0,18 нм. Подібний результат описаний авторами [44], де досліджувалась структура багатошарових плівок на основі Gd / Cu і Gd / Si з товщинами шарів Gd 7,5 – 40 нм. На думку авторів [44] наявність 2-го гало свідчить про початок кристалізації у шарах Gd, а плівки рідкоземельних металів таких як Gd, Tb, Dy проявляють схильність до аморфізації.

Аналіз результатів електроннографічних досліджень (рис. 3.2), вказує на те, що плівки диспрозію товщиною від 15 до 40 нм у свіжосконденсованому стані мають фазовий склад ГЦП-Dy + ОЦК-Dy₂O₃. У залежності від товщини плівок на електроннограмах поряд з лініями ГЦП-Dy фіксуються характерні лінії (222) і (400) ОЦК-Dy₂O₃ різної інтенсивності. Середнє значення параметрів решітки складає для ГЦП-Dy $a_{сер.} = 0,358$ нм, $c_{сер.} = 0,566$ нм ($a_0 = 0,359$ нм і $c_0 = 0,5647$ нм [45]), а для ОЦК-Dy₂O₃ $a_{сер.} = 1,07$ нм ($a_0 = 1,066$ нм [45]).

Лінії, що відповідають відбиттям від кристалографічних площин ОЦК- Dy_2O_3 , присутні у зразках товщиною $d < 30$ нм (рис. 3.2, а). Інтенсивність цих ліній на електронограмах для невідпалених зразків відносно низька, тому можна говорити лише про сліди Dy_2O_3 , що стали результатом оксидування в процесі дослідження.

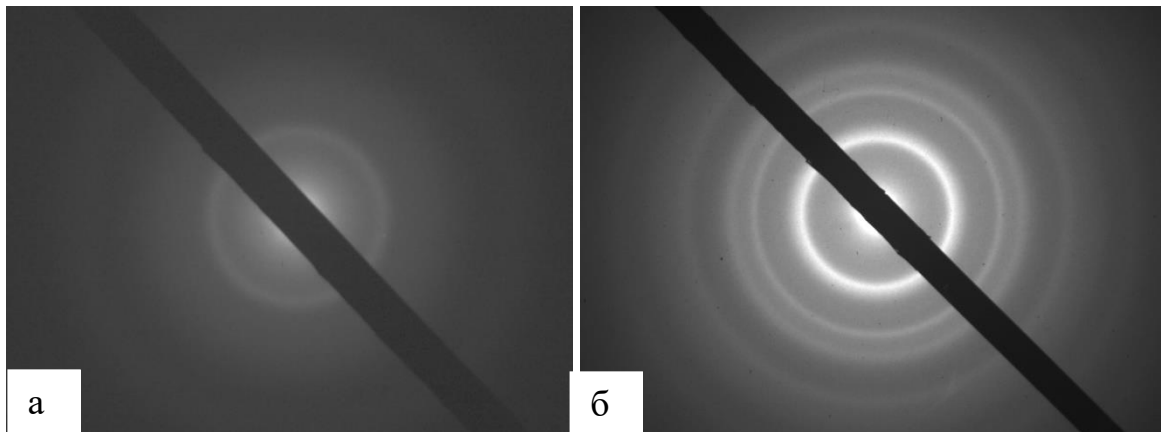


Рисунок 3.1 – Електронограма від плівкового зразка $\text{Dy}(10)/\text{П}$ (а) та $\text{Dy}(18)/\text{П}$ (б)

Якщо судити за зростанням інтенсивності ліній на електронограмах від відповідних плівкових зразків Dy (рис. 3.2, б), відносно тих, які не пройшли термообробку (рис. 3.2, а), то можна зробити наступний висновок про те, що вміст оксидної фази в термовідпалених зразках збільшується за рахунок взаємодії з атомами кисню залишкової атмосфери. Стабілізацію оксидної фази можна спостерігати і на відповідних мікрознімках кристалічної структури одношарових плівок Dy (рис. 3.2, а) у вигляді темних включень з характерною округлою формою із середнім розміром до 30 нм.

Слід відмітити, що вивчення фазового складу плівок Dy без захисного покриття значно ускладнюється його високою хімічною активністю. І, навіть, отримані зразки у достатньо чистих вакуумних умовах при подальших дослідженнях, наприклад, методом просвічуючої електронної або атомно-силової мікроскопії неможливі без часткового окислення плівкових зразків. Це необхідно враховувати при аналізі отриманих результатів.

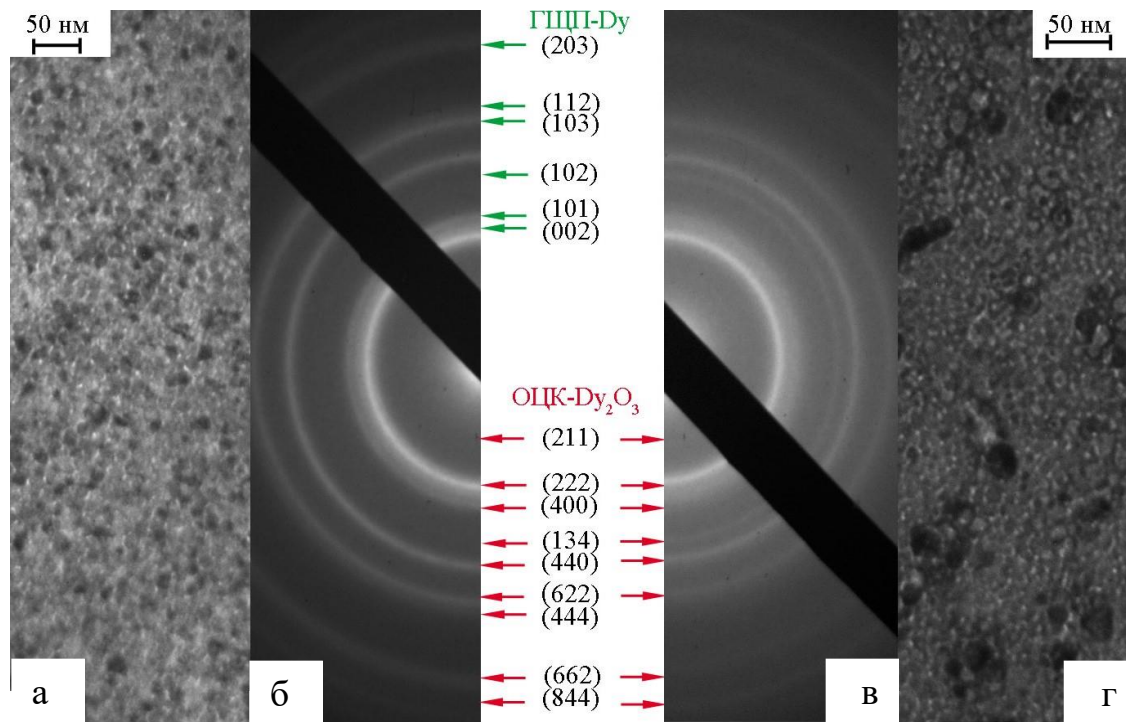


Рисунок 3.2 – Електронограми від одношарових плівок Dy(25) / П та їх мікроструктура у свіжосконденсованому стані (а, б) та після термообробки $T_{\text{в}} = 700 \text{ К}$ (в, г)

3.1.2 Фазовий склад плівок феромагнітних металів

На початку цього підрозділу розглянемо результати досліджень фазового складу плівок заліза різної товщини у вихідному стані. На рисунку 3.3 а, б приведено типову електронограму від плівок заліза відносно малої товщини $d_{\text{Fe}} \leq 10 \text{ нм}$ та відповідну їй кристалічну структуру у вихідному стані. Як видно з цих даних, зразки перебувають у дрібнодисперсному стані. На електронограмах спостерігаються декілька розмитих кілець. Їх середній діаметр відповідає міжплощинним відстаням, які фіксуються від кристалографічних площин ОЦК-Fe (110), (200), (211), (310). Кількість цих ліній залежить від ефективної товщини плівок. Причому спостерігається прямопропорційна залежність – чим більша ефективна товщина тим більше ліній фіксується.

Із даних електронно-мікроскопічних досліджень (рис. 3.3, в) слідує, що у плівках присутня деяка кількість оксидної фази, яка більш за все утворилась у процесі дослідження плівкових зразків, оскільки шари не покривались захисним

покриттям. Відмітимо, що на електроннограмах також присутні лінії слабкої інтенсивності, які відповідають відбиттям від кристалографічних площин, які належать оксидній фазі Fe_3O_4 . У більшості випадків фіксувалась лише лінія (311). На знімках мікроструктури (рис. 3.3, в) спостерігались кристали з темними контурами, розміром до 10 нм, які відповідали оксидній фазі. Із зростанням товщини досліджуваних плівок понад $d_{\text{Fe}} \geq 10$ нм на електроннограмах кільця стають чіткішими (рис. 3.3, б).

Розшифровка електроннограм (табл. 3.1) вказує на те, що у свіжосконденсованому стані такі плівки стабілізуються в ОЦК фазу Fe з параметром кристалічної решітки $a = 0,286$ нм, що відповідає даним для масивного ОЦК-Fe ($a_0 = 0,286$ нм [38]).

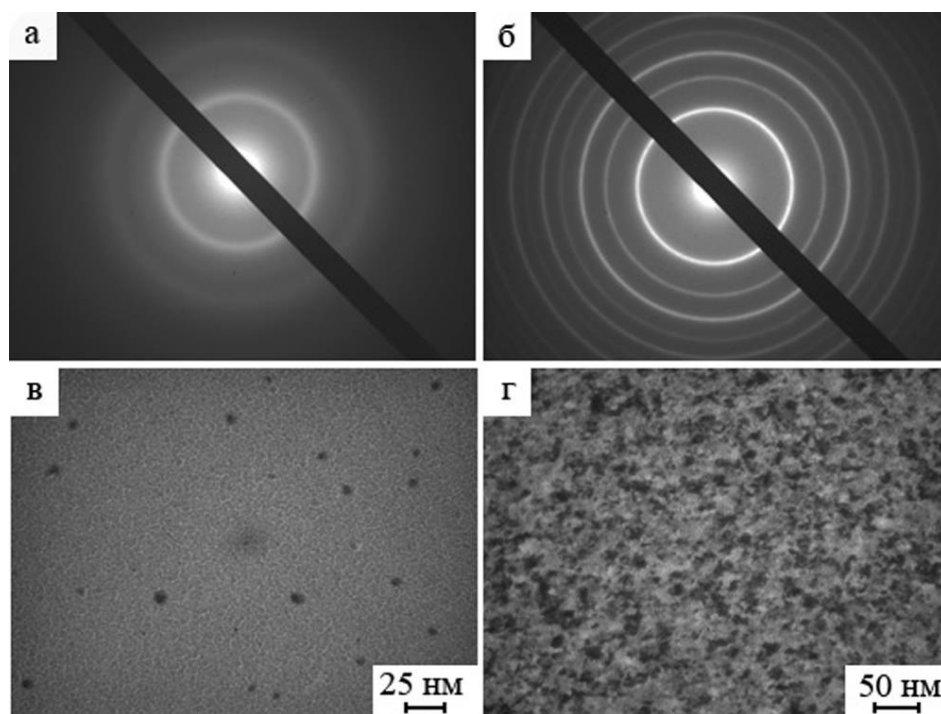


Рисунок 3.3 – Електроннограми від плівкового зразка Fe(8)/П (а) та Fe(25)/П (б) у свіжосконденсованому стані та їх мікроструктура (в) і (г) відповідно

Для визначення оптимальної граничної температури відпалювання плівкових зразків різної товщини, в яких відбувається повна термостабілізація електрофізичних властивостей, а фазовий склад відповідає фазовому складу

масивних зразків Fe, нами проводилася термообробка до різних граничних температур. На рисунку 3.4 наведено типову температурну залежність опору плівки Fe протягом першого циклу термообробки до 750 К. Аналіз цієї залежності показує, що починаючи з температури $T_o = 620$ К, опір плівки починає різко зростати. Після досягнення граничної температури відпалювання крива охолодження іде вище кривої нагріву. Як наслідок, електричний опір плівки після відпалювання має більше значення порівняно з опором для зразка у свіжосконденсованому стані.

Таблиця 3.1 – Розшифровка електронограми від плівки Fe(25)/П безпосередньо після конденсації

№	<i>I</i> , від.од	d_{hkl} , нм	<i>hkl</i>	d_o , нм [38]	<i>a</i> (α -Fe), нм
1	Д.С.	0,202	110	0,201	0,285
2	сер.	0,143	200	0,143	0,286
3	С.	0,117	211	0,117	0,286
4	сл.	0,101	220	0,101	0,286
5	сер.	0,091	310	0,090	0,287
6	сл.	0,083	222	0,083	0,287
7	сер.	0,076	321	0,076	0,285
Д.С.– дуже сильна; С. – сильна; сер. – середня; сл. – слабка					

Порівняння даних досліджень фазового складу тонких плівкових зразків у свіжосконденсованому стані до і після відпалювання показує, що в останньому випадку на електронограмах (рис.3.4, б) з'являються додаткові лінії, які відповідають оксиду Fe_3O_4 , який утворюється за рахунок взаємодії з газами залишкової атмосфери.

На основі експериментальних результатів про температурну залежність опору плівкових зразків різної товщини нами було встановлено, що температура початку окислення плівки T_o є розмірно-залежною величиною. На рисунку 3.5, а наведено експериментальну залежність температури початку фазового переходу ОЦК-Fe \rightarrow ОЦК- Fe_3O_4 від товщини, яку можна перебудувати у вигляді (рис. 3.5, б):

$$T_o = T_{\infty} - \frac{a}{d}, \quad (3.1)$$

де $T_{\infty} = \lim_{d \rightarrow \infty} T_o$;

a – стала, яка відповідає тангенсу кута нахилу залежності T_o від d^1 .

За відрізком, який відсікає залежність T_o від d^1 на осі ординат (рис.3.5, б), було отримано, що значення $T_{o\infty}$ складає 735 К. Таким чином, при термостабілізації, як одношарових плівок Fe, так і плівкових систем на їх основі, зокрема Fe/Dy/Fe/П, необхідно визначити максимальну температуру термостабілізації виходячи з того, що у них не повинно утворюватись оксидної фази. Очевидно, що ця максимальна температура для плівкових зразків конкретної товщини повинна бути меншою температури початку окислення (рис. 3.5 а).

На рисунку 3.6 наведено типову температурну залежність питомого опору плівок Fe, які пройшли термообробку нижче T_o . При нагріванні під час першого циклу на залежностях умовно можна виділити дві ділянки з різною тенденцією до зміни опору. На першій ділянці, у залежності від товщини плівки, відбувається або плавне зростання опору (відносно товсті плівки), або його несуттєва залежність від температури (відносно тонкі плівки). Друга ділянка характеризується зменшенням електричного опору з ростом температури, що обумовлено заліковуванням дефектів кристалічної будови у свіжосконденсованих плівках в процесі відпалювання та рекристалізаційними процесами [46].

Крива охолодження при першому циклі має характер, типовий для металевих матеріалів, як і в цілому температурні залежності при нагріві та охолодженні протягом другого циклу. Необхідно відмітити той факт, що крива нагрівання другого циклу завжди йде нижче від кривої охолодження першого циклу, в той час як, крива охолодження першого і другого циклів або співпадають, або друга йде нижче першої.

Аналіз температурних залежностей термостабілізованих плівок Fe показує, що при температурах 420 – 460 К спостерігається зміна кутового коефіцієнта $\Delta\rho/\Delta T$. Це пов'язано з проявом особливостей при температурах Дебая, що є характерним для більшості плівок металів [47]. Відмітимо, що для масивного Fe $\Theta_{0D} = 460$ К [48], а для плівок величина температури Дебая має менше значення, ніж у масивних зразках [47].

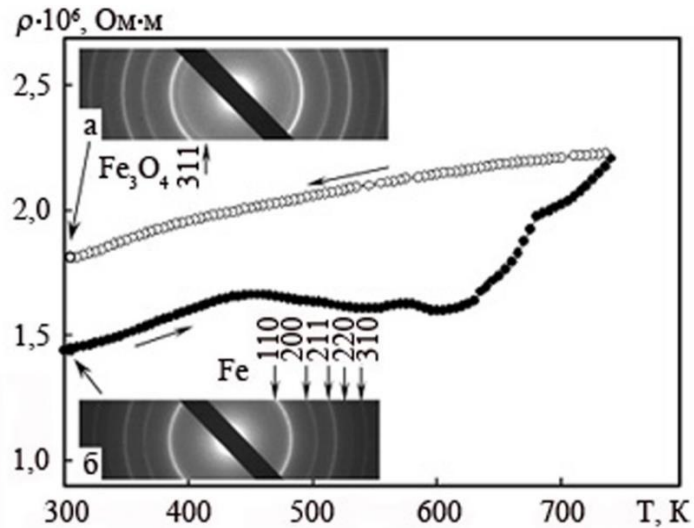


Рисунок 3.4 – Температурна залежність питомого опору плівки заліза товщиною 20 нм протягом першого циклу термообробки. На вставках електронограми від плівкових зразків до термообробки (а) та після термообробки до 750 К (б). ●,○ – нагрівання та охолодження відповідно

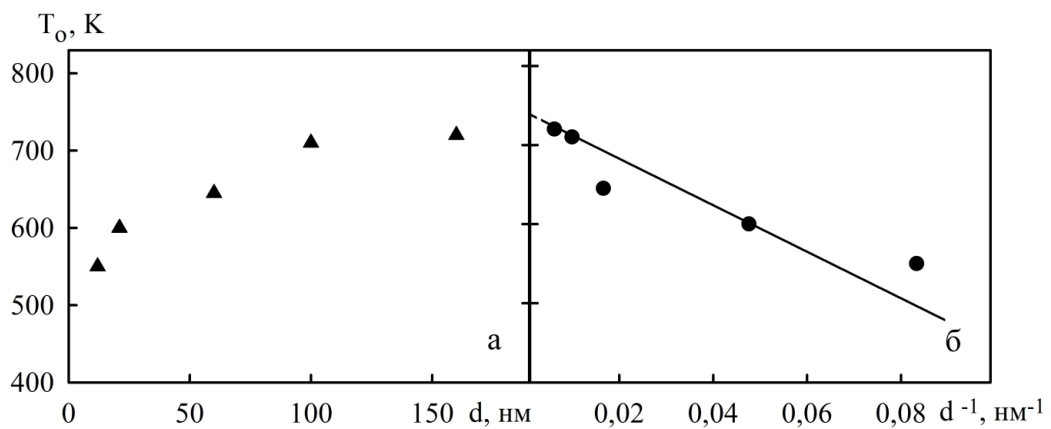


Рисунок 3.5 – Залежність початку фазового переходу $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe} + \text{Fe}_3\text{O}_4$ від d (а) та d^{-1} (б)

Дослідження фазового складу і кристалічної структури плівок Fe, які пройшли термообробку до $T < T_0$ (рис. 3.7, табл. 3.2) показує, що вони мають ОЦК структуру з параметром кристалічної решітки $a = 0,286$ нм, що відповідає даним для масивного $\alpha\text{-Fe}$ ($a_0 = 0,286$ нм [38]). Обробка даних електронно-

мікроскопічних досліджень плівок Fe товщиною 20 – 70 нм після відпалювання до T_o (рис. 3.7, б) показує, що середній розмір зерна становить 30 ± 5 нм.

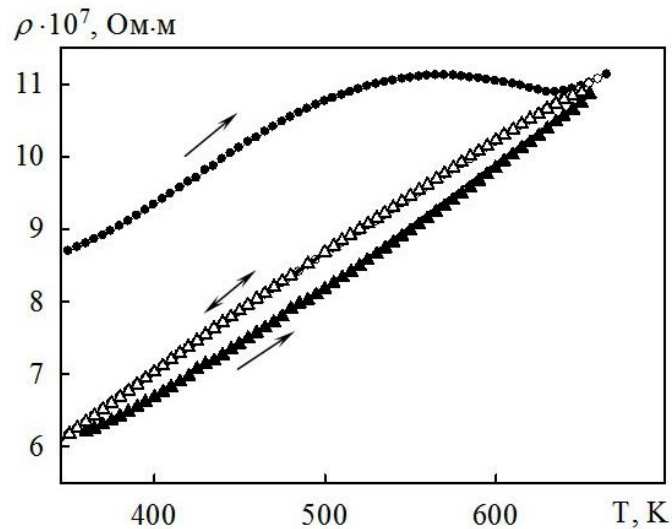


Рисунок 3.6 – Температурна залежність питомого опору плівки Fe товщиною 150 нм протягом двох термостабілізаційних циклів: ●,○ – I цикл; ▲, Δ – II цикл. Темні та світлі точки нагрівання та охолодження відповідно

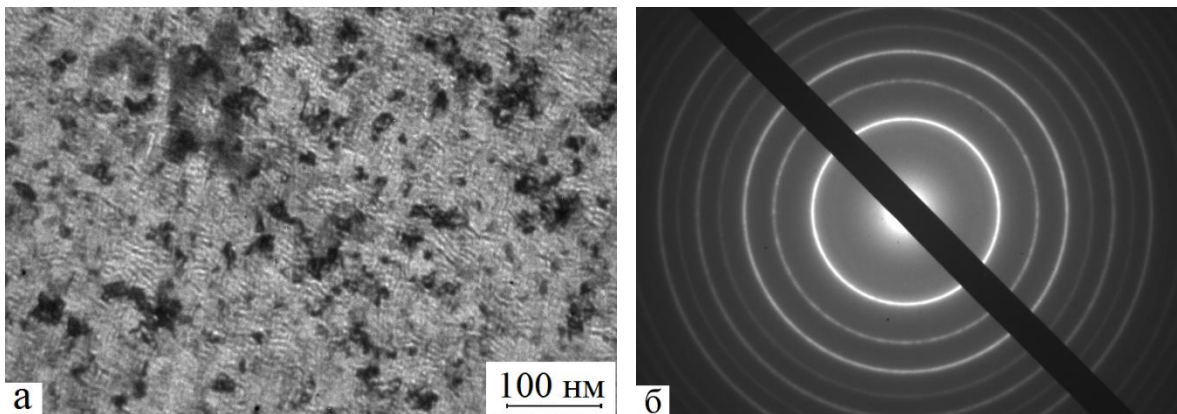


Рисунок 3.7 – Мікроструктура (а) плівкового зразка Fe товщиною 60 нм та відповідна їй електронограма (б) після відпалювання до $T_a = 630$ K

Фазовий склад плівок Ni досить детально описано у літературі (див., наприклад, [48-51]). Тут зупинимось лише на даних, які отримані нами з метою інтерпретації результатів дослідження фазового стану багатошарових плівкових систем. Також відмітимо той факт, що на відміну від плівок Fe, де

окислювальні процеси протікають більш інтенсивно, плівки Ni є менш хімічно активними, тому у випадку плівкових систем очікувати зміну фазового стану, внаслідок окислення – малоймовірно.

Таблиця 3.2 – Розшифровка електроннограми від плівки Fe(60)/П після відпалювання до $T_b = 630$ К

№	I , від.од	d_{hkl} , нм	hkl	Фаза	d_0 , нм [38]
1	Д.С.	0,202	110	ОЦК-Fe	0,201
2	сер.	0,143	200	ОЦК-Fe	0,143
3	С.	0,117	211	ОЦК-Fe	0,117
4	сл.	0,101	220	ОЦК-Fe	0,101
5	сер.	0,091	310	ОЦК-Fe	0,090
6	сл.	0,083	222	ОЦК-Fe	0,083
7	сер.	0,076	321	ОЦК-Fe	0,076

Типова електроннограма від плівки Ni та відповідна їй мікроструктура у свіжосконденсованому стані наведена на рисунку 3.8, а у таблиці 3.3 наведена її розшифровка. На електроннограмах від свіжосконденсованих зразків фіксуються лінії, які відповідають відбиттям від кристалографічних площин ГЦК-Ni.

Як уже відмічалось у методиці експерименту плівки Ni проходили термообробку за схемою «нагрівання → витримка протягом 20 хв → охолодження до кімнатної температури». Типова залежність має вигляд представлений на рисунку 3.9. Такі залежності будемо використовувати для інтерпретації даних про електрофізичні властивості плівкових систем на основі Ni і Dy.

При нагріванні під час першого циклу (рис. 3.9) на залежностях умовно можна виділити дві ділянки з різним характером до зміни питомого опору. На першій ділянці, у залежності від товщини плівки, відбувається або поступове зростання питомого опору (відносно товсті плівки), або його несуттєва залежність від температури (відносно тонкі плівки). Друга ділянка характеризується зменшенням питомого опору з ростом температури, що обумовлено заліковуванням дефектів кристалічної будови у свіжосконденсованих плівках у процесі відпалювання та рекристалізаційними процесами [38]. Крива

оохолодження при першому циклі має типовий характер, який відповідає залежності для металевих матеріалів, як і в цілому температурні залежності при нагріві та оохолодженні протягом другого циклу. Відмітимо той факт, що крива нагрівання другого циклу завжди йде нижче від кривої оохолодження першого циклу, у той час як, крива оохолодження першого і другого циклів або співпадають, або друга йде нижче першої.

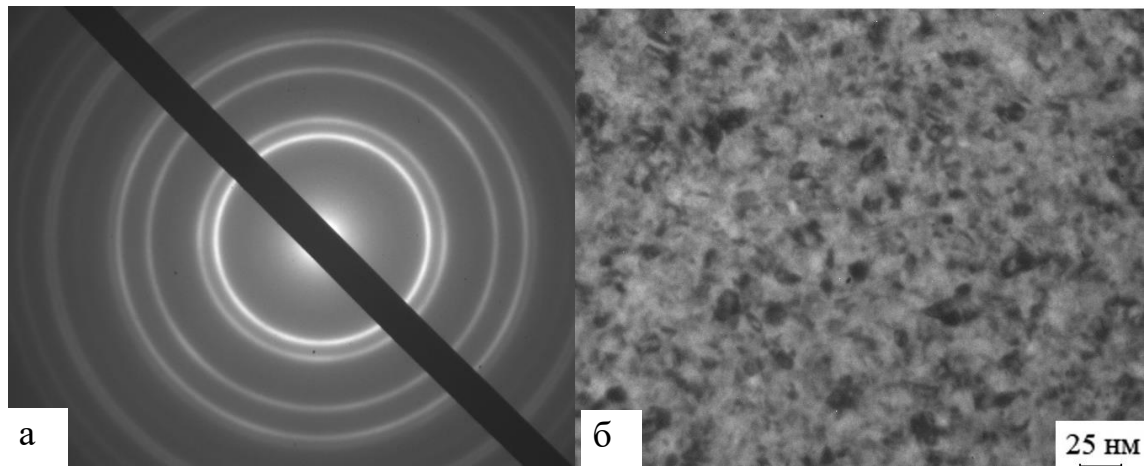


Рисунок 3.8 – Електронограма (а) від плівкового зразка Ni(25)/П та відповідна їй мікроструктура (б) від плівкового зразка у свіжосконденсованому стані

Таблиця 3.3 – Розшифровка електронограми від плівки Ni(25)/П у свіжосконденсованому стані

№	I , від.од	d_{hkl} , нм	hkl	Фазовий склад	d_0 , нм [38]
1	Д.С.	0,204	111	ГЦК-Ni	0,2038
2	С.	0,177	200	ГЦК-Ni	0,1766
3	С.	0,125	220	ГЦК-Ni	0,125
4	С.	0,107	311	ГЦК-Ni	0,1067
5	сер.	0,102	222	ГЦК-Ni	0,1022
6	сер.	0,082	311	ГЦК-Ni	0,0812
7	сер.	0,079	420	ГЦК-Ni	0,0791
8	сл.	0,073	422	ГЦК-Ni	0,0723
9	сл.	0,068	511	ГЦК-Ni	0,0681

Зупинимося на фазовому складі плівок, які пройшли термообробку. На рисунку 3.10 приведено типову електронограму від плівки Ni та відповідну їй мікроструктуру, а таблиця 3.4 ілюструє дані розшифровки електронограм.

Від плівок, які пройшли термообробку до температури 700 К на електронограмі (рис. 3.10, а) спостерігається зростання інтенсивності від ліній, а на знімку кристалічної структури (рис. 3.10, б) спостерігається укрупнення кристалітів.

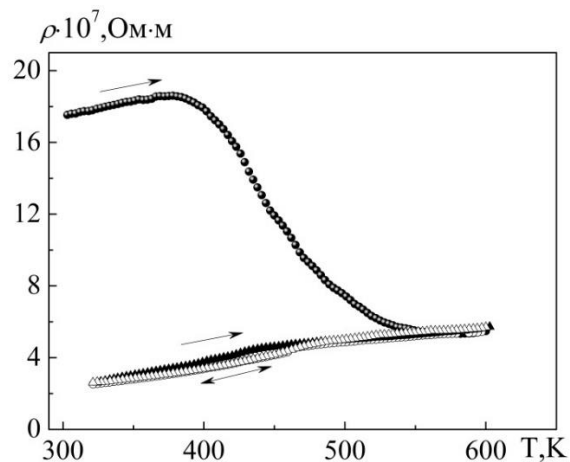


Рисунок 3.9 – Температурна залежність питомого опору плівки Ni товщиною 25 нм протягом двох термостабілізаційних циклів: ●, ○ – I цикл; ▲, △ – II цикл. Темні та світлі точки нагрівання та охолодження відповідно

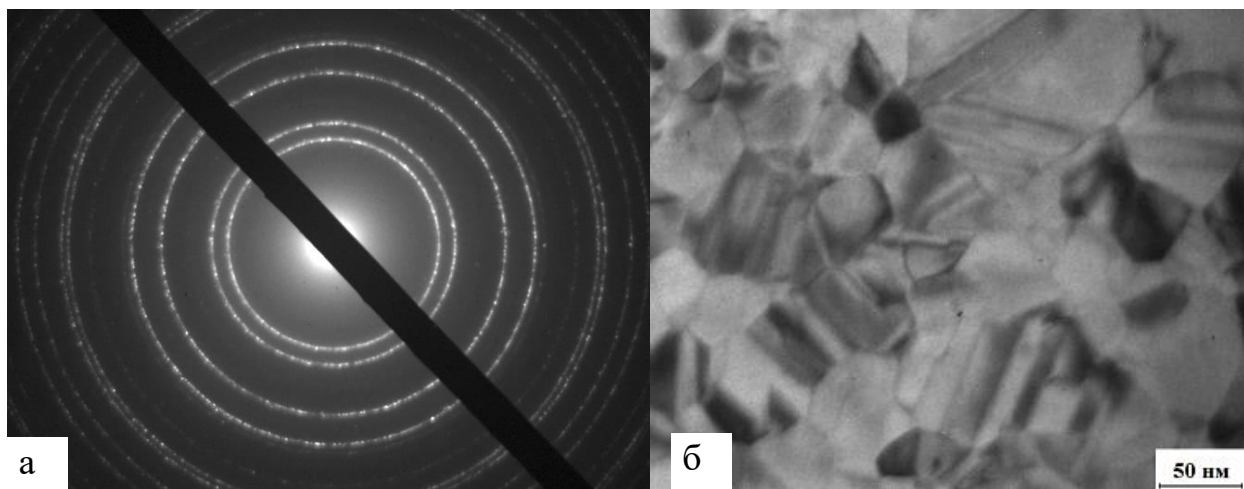


Рисунок 3.10 – Електронограма (а) від одношарової плівки Ni(25)/Pi та відповідна їй мікроструктура (б) після відпалювання до $T_e = 700$ К

Таблиця 3.4 – Розшифровка дифракційної картини від плівкового зразка Ni(25)/П після термообробки до $T_e = 700$ К

№	I , від.од	d_{hkl} , нм	hkl	Фазовий склад	d_0 , нм [38]
1	Д.С.	0,204	111	ГЦК-Ni	0,2038
2	С.	0,177	200	ГЦК-Ni	0,1766
3	С.	0,125	220	ГЦК-Ni	0,125
4	С.	0,107	311	ГЦК-Ni	0,1067
5	сер.	0,102	222	ГЦК-Ni	0,1022
6	сер.	0,082	311	ГЦК-Ni	0,0812
7	сер.	0,079	420	ГЦК-Ni	0,0791
8	сл.	0,073	422	ГЦК-Ni	0,0723

3.1.3 Фазовий склад тришарових плівок на основі Fe, Ni та Dy

Розглянемо фазовий склад свіжосконденсованих плівкових зразків Ni/Dy/Ni. Типові електронограми від плівок на основі Ni і Dy та відповідні їм знімки кристалічної структури проілюстровано на рисунку 3.11. Їх розшифровка приведена у таблиці 3.5. На електронограмах від свіжосконденсованих зразків фіксуються лінії, які відповідають відбиттям від кристалографічних площин ГЦК-Ni. Яскраво виражених ліній, які б відповідали відбиттям від кристалографічних площин Dy на електронограмах від свіжосконденсованих плівок не спостерігається. На дифрактограмах, як і у випадку одношарових плівок Dy ефективною товщиною $d_{Dy} < 15$ нм спостерігається два гало із середнім діаметром, який дає середнє значення міжплощинних відстаней 0,29 нм і 0,18 нм. Таким чином, плівкові системи на основі Ni і Dy після конденсації при температурі підкладки $T_n \cong 460$ К і охолодження до кімнатної мають фазовий склад ГЦК-Ni + ка-Dy. Для плівок, які пройшли термообробку до температури 700 К фазовий склад не зазнає змін, а лише відбувається укрупнення кристалітів про, що свідчать знімки кристалічної структури (рис. 3.11, д).

Для свіжосконденсованих плівок на основі Fe і Dy з товщиною прошарку останнього не більше 10 нм також спостерігається квазіаморфна фаза Dy. Відпалювання зразків до температури 700 К не призводить до зміни фазового складу в шарах Dy (табл. 3.6).

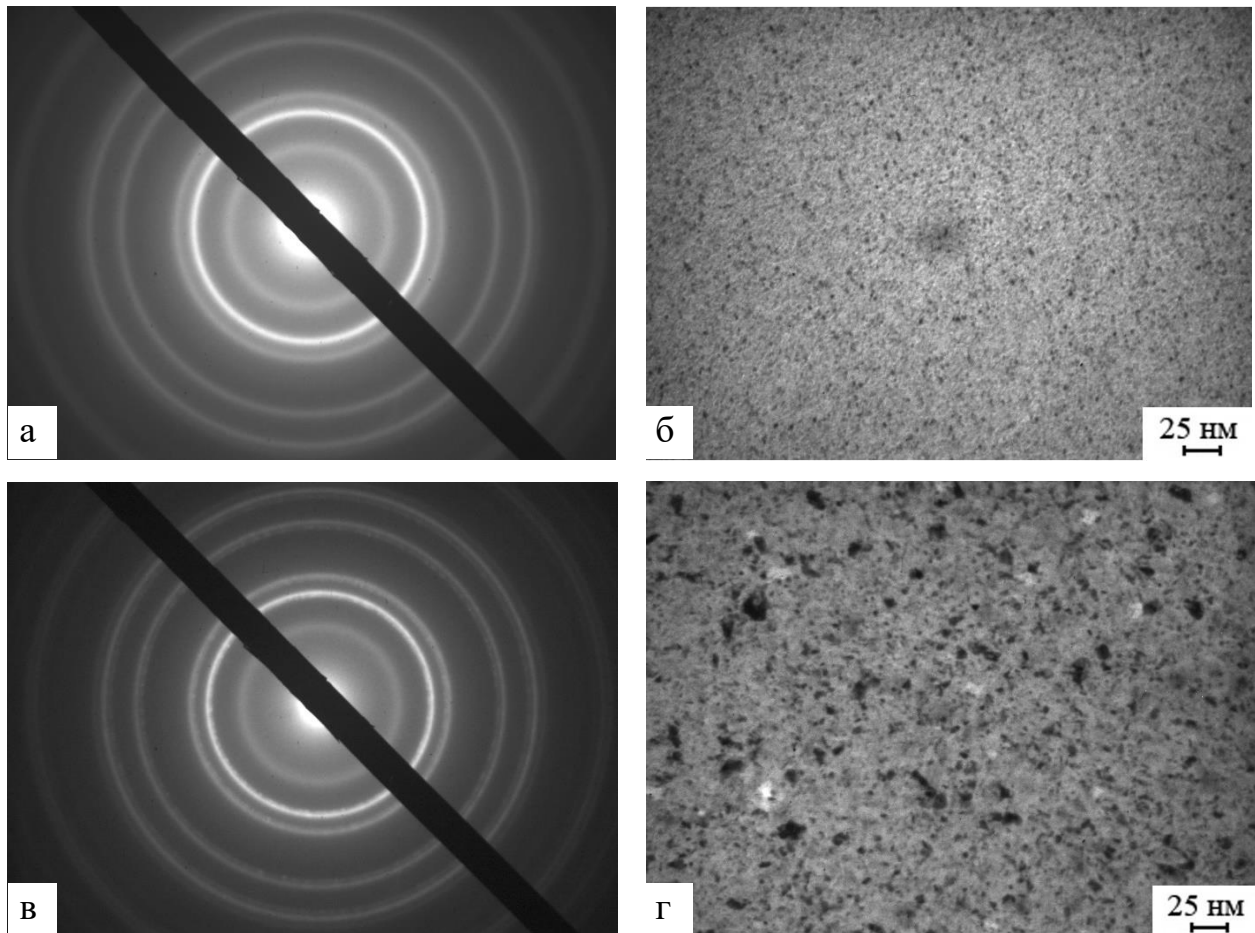


Рисунок 3.11 – Електронограми (а, в) та мікроструктури (б, г) від тришарової плівки Ni(10)/Dy(10)/Ni(15)/П до (а, б) та після термовідпалювання (в, г) до 700 К

Таблиця 3.5 – Розшифровка дифракційної картини від зразка Ni(10)/Dy(8)/Ni(10)/П

№	$T_n = 460 \text{ K}$				$T_6 = 700 \text{ K}$				$d_0, \text{ нм}$ [38]
	I від.од	$d_{hkl},$ нм	hkl	Фазовий склад	I від.од	$d_{hkl},$ нм	hkl	Фазовий склад	
1	сл.	-		ка-Dy	сер.	-		ка-Dy	
2	Д.С.	0,204	111	ГЦК-Ni	Д.С.	0,205	111	ГЦК-Ni	0,2038
3	С.	0,177	200	ГЦК-Ni	С.	0,178	200	ГЦК-Ni	0,1766
4	д.сл.	-		ка-Dy	д.сл.	-		ка-Dy	
5	С.	0,125	220	ГЦК-Ni	С.	0,125	220	ГЦК-Ni	0,125
6	С.	0,107	311	ГЦК-Ni	С.	0,107	311	ГЦК-Ni	0,1067
7	сер.	0,102	222	ГЦК-Ni	сер.	0,102	222	ГЦК-Ni	0,1022
8	сер.	0,082	311	ГЦК-Ni	сер.	0,082	311	ГЦК-Ni	0,0812
9	сер.	0,079	420	ГЦК-Ni	сер.	0,079	420	ГЦК-Ni	0,0791

Д.С. – дуже сильна; С. – сильна; сер. – середня; сл. – слабка; д.сл. – дуже слабка

На електронограмах від зразків у свіжосконденсованому стані спостерігаються лінії, які відповідають відбиттям від кристалографічних площин ОЦК-Fe. Порівнюючи значення міжплощинних відстаней (табл. 3.6) та параметра решітки $a = 0,287$ нм ($a_0 = 0,286$ нм [38]) у плівкових і масивних зразках, можна відмітити їх співпадання в межах похибки визначення. Після відпалювання до температури більше 550 К на електронограмах у залежності від товщини шару Fe можуть з'являтися додаткові лінії, які належать відбиттям від кристалографічних площин ГЦК-Fe₃O₄. Причиною утворення оксидної фази може бути взаємодія заліза з атомами кисню залишкової атмосфери у процесі відпалювання. Раніше (див. рис. 3.3) було показано, що температура початку окислення плівок заліза є розмірно-залежною величиною, яка змінюється від 550 до 720 К в інтервалі товщин 15–150 нм. У зв'язку з цим для тришарових систем наявність або відсутність у плівках домішкової фази оксиду пов'язано з товщинами шарів Fe. Очевидно, що окислювальні процеси більш активно протікають у верхньому шарі Fe, оскільки його поверхня відкрита у процесі відпалювання. У той час як нижній шар Fe захищений від впливу газів із залишкової атмосфери підкладкою (при дослідженні електрофізичних і магніторезистивних властивостей – ситал, при вивченні фазового складу – вуглець). Збільшення температури відпалювання до 700 К викликає більш активні окислювальні процеси у шарах заліза (рис. 3.14, табл. 3.6). Ці дані узгоджуються з результатами досліджень електрофізичних властивостей, згідно яких опір плівок після відпалювання має більше значення, ніж у свіжосконденсованих зразках, за рахунок наявності у відпалених плівках оксидної фази, про що мова піде пізніше.

Таким чином, у плівковій системі на основі Fe і Dy з товщинами шарів $d_{Fe} = 5 - 20$ нм, $d_{Dy} = 1 - 13$ нм відбуваються наступні фазові перетворення

$$\text{ка-Dy} + \text{ОЦК-Fe} \xrightarrow{700\text{K}} \text{ка-Dy} + \text{ОЦК-Fe} \quad \text{або} \quad \text{ка-Dy} + \text{ОЦК-Fe} \xrightarrow{700\text{K}} \text{ка-Dy} + \text{ОЦК-Fe} + \text{ГЦК-Fe}_3\text{O}_4.$$

На рисунку 3.12 проілюстровано типові температурні залежності питомого опору для плівкових систем різної товщини.

Таблиця 3.6 – Розшифровка дифракційної картини від зразка Fe(10)/Dy(7)/Fe(15)/П

№	$T_n = 460 \text{ K}$				$T_g = 700 \text{ K}$				d_0 , нм [38]
	I від. од	d_{hkl} , нм	hkl	Фазовий склад	I від.од	d_{hkl} , нм	hkl	Фазовий склад	
1	сл.	-	-	ка-Dy	сл.	-	-	ка-Dy	
4	Д.С.	0,203	110	ОЦК-Fe	Д.С.	0,203	110	ОЦК-Fe	0,201
5	д.сл.	-	-	ка-Dy	д.сл.	-	-	ка-Dy	
7	С.	0,143	200	ОЦК-Fe	С.	0,144	200	ОЦК-Fe	0,1428
9	С.	0,117	211	ОЦК-Fe	С.	0,117	211	ОЦК-Fe	0,1166
10	сл.	0,101	220	ОЦК-Fe	сл.	0,102	220	ОЦК-Fe	0,101
12	сер.	0,092	310	ОЦК-Fe	сер.	0,091	310	ОЦК-Fe	0,0904

Аналізуючи дані, що приведені на рисунку 3.12 можна відмітити наступне. Характер залежностей питомого опору від температури для плівкових систем аналогічний температурним залежностям опору одношарових плівок Ni і Fe. Такий результат представляється закономірним, оскільки ефективна товщина шарів Dy складає до 10 нм, а сумарна ефективна товщина шарів Ni і Fe становить до 25 нм, тому можна говорити, що електричний струм переважно поширюється у шарах феромагнетиків.

Залежність $R(T)$ для плівкових зразків при нагріві протягом першого циклу до температур 550 – 600 К (рис. 3.12, а, б) має вендівський характер [52], оскільки на ній спостерігається явно виражені три ділянки. На першій з яких в інтервалі температур 300 – 470 К (Ni / Dy / Ni) та 300 – 420 К (Fe/ Dy /Fe) опір зростає із збільшенням температури. На другій ділянці, внаслідок процесів заліковування дефектів кристалічної будови і рекристалізації, спостерігається неметалевий характер залежності $R(T)$. Після закінчення процесу заліковування дефектів опір починає рости із збільшенням температури. Криві охолодження 1-го циклу та криві нагріву і охолодження 2-го циклу фактично накладаються. Це свідчить про термостабілізацію електрофізичних властивостей.

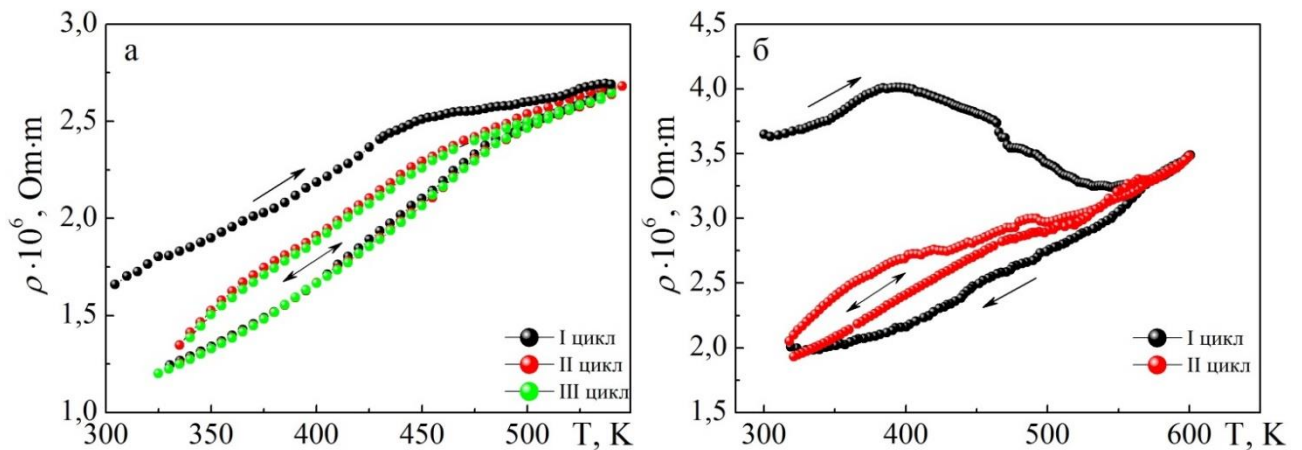


Рисунок 3.12 – Температурна залежність питомого опору для тришарових плівок: а – Ni(5)/Dy(10)/Ni(20)/П; б – Fe(5)/Dy(7)/Fe(20)/П

Нами також було досліджено фазовий склад тришарових плівок Ni або Fe та Dy в яких товщина прошарку з Dy становила $d_{Dy} > 15$ нм. Типові електронограми та кристалічна структура плівкових зразків на основі Ni та Dy приведена на рисунку 3.13.

Порівнюючи результати з наведеними вище, де ефективна товщина прошарку складала не більше 15 нм, можна відмітити наступне. Фазовий склад у шарів на основі Ni і Fe є аналогічним до розглянутих вище. Відмінність результатів полягає у фазовому складі шару на основі Dy.

У свіжосконденсованому стані фазовий склад прошарків на основі Dy відповідає ГЦП-Dy + сліди Dy₂O₃. Цей результат є подібним до одношарових плівок, який приведений вище. Поряд з лініями, які належать ГЦП-Dy, фіксуються і мають відносно низьку інтенсивність відбиття від кристалографічних площин (222), (400), (440), (622) ОЦК-Dy₂O₃. Також у плівках на основі Ni і Dy інтенсивність відбиттів від кристалографічних площин Ni досить висока, що ускладнює фазовий аналіз. У плівках на основі Fe і Dy це виражено не так явно. Але обробка показує, що шари Dy є двофазними.

Після термообробки тришарових плівок Ni/Dy/Ni та Fe/Dy/Fe, вміст оксидної фази Dy₂O₃ збільшується, про що можна судити з електронограми (рис. 3.13, в). Збільшення вмісту оксидної фази говорить на користь того, що

процеси окислення можуть відбуватися за рахунок взаємодії з газами залишкової атмосфери у тому числі в процесі дослідження. У залежності від товщини прошарку на основі Dy і температури відпалювання, може зберігатися як фаза ГЦП-Dy так і оксидна фаза. Причому, чим вища товщина прошарку на основі Dy тим менший вміст оксидної фази фіксується у зразках.

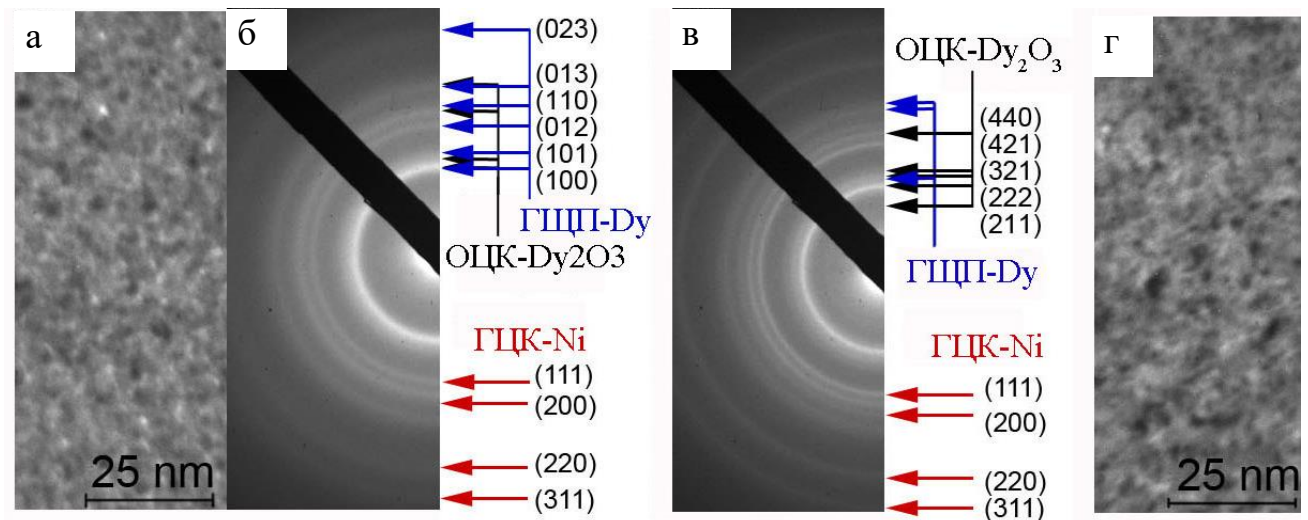


Рисунок 3.13 – Кристалічна структура (а, г) та електронограми (б, в) від тришарової плівкової системи Ni(5) / Dy(25) / Ni(20) у свіжосконденсованому стані (а, б) та після термообробки (в, г) до $T_s = 700$ K

3.2 Магнітні властивості

3.2.1 Магнітні властивості одношарових плівок Fe і Ni

На рисунку 3.14 наведено петлі гістерезису для одношарових плівок різної товщини у свіжосконденсованому стані та після термообробки. Відмітимо деякі закономірності цих результатів. Для плівок Fe до та після термообробки при зменшенні ефективної товщини петлі гістерезису стають ширшими (збільшується коерцитивість), а насичення відбувається при вищому зовнішньому магнітному полі. Для плівок Ni спостерігається протилежна тенденція – зі зменшенням товщини зразків зменшується коерцитивна сила, а петлі гістерезису стають вузькими. Значення загальної намагніченості для

плівок цих металів спадає зі зменшенням товщини, що є характерним для одношарових феромагнітних плівок [53].

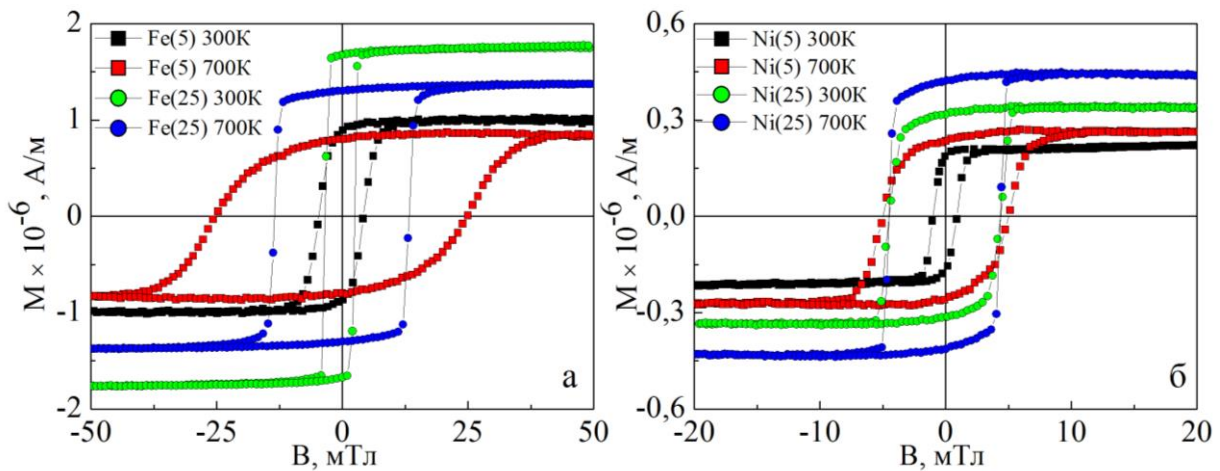


Рисунок 3.14 – Залежність намагніченості від прикладеного зовнішнього магнітного поля для плівок Fe (а) та Ni (б) до (■, ●) та після термообробки (■, ●). У дужках вказана товщина у нм

Термообробка плівок Fe призводить до того, що петлі гістерезису стають ширшими, а значення загальної намагніченості зменшується. Для плівок Ni спостерігається збільшення коерцитивної сили та загальної намагніченості.

Використовуючи дані, які отримані з магнітного гістерезису було побудовано залежності величин B_c , M_r , M_s одношарових плівок Fe і Ni від їх товщини, які проілюстровано на рисунку 3.15. Для порівняння на рисунку 3.15, введено дані про намагніченість для масивних зразків цих феромагнітних металів [53].

Для плівок Fe у свіжосконденсованому стані величина коерцитивної сили не має яскраво вираженої розмірної залежності (рис. 3.15, а), хоча для плівок Ni значення B_c з ростом товщини збільшується. Після термообробки плівок Ni величина їх коерцитивної сили і характер залежності B_c від d майже не змінюється. Для плівок Fe у відпаленому стані значення B_c збільшується у декілька разів порівняно із свіжосконденсованими зразками (від 5 для

($d_{\text{Fe}} = 5$ нм) до 3 ($d_{\text{Fe}} = 25$ нм) разів). Такий результат може бути пов'язаний з окислювальними процесами, які протікають інтенсивніше при зменшенні товщини. Відмітимо, що оксиди заліза мають вищу коерцитивність ніж саме залізо [54, 55].

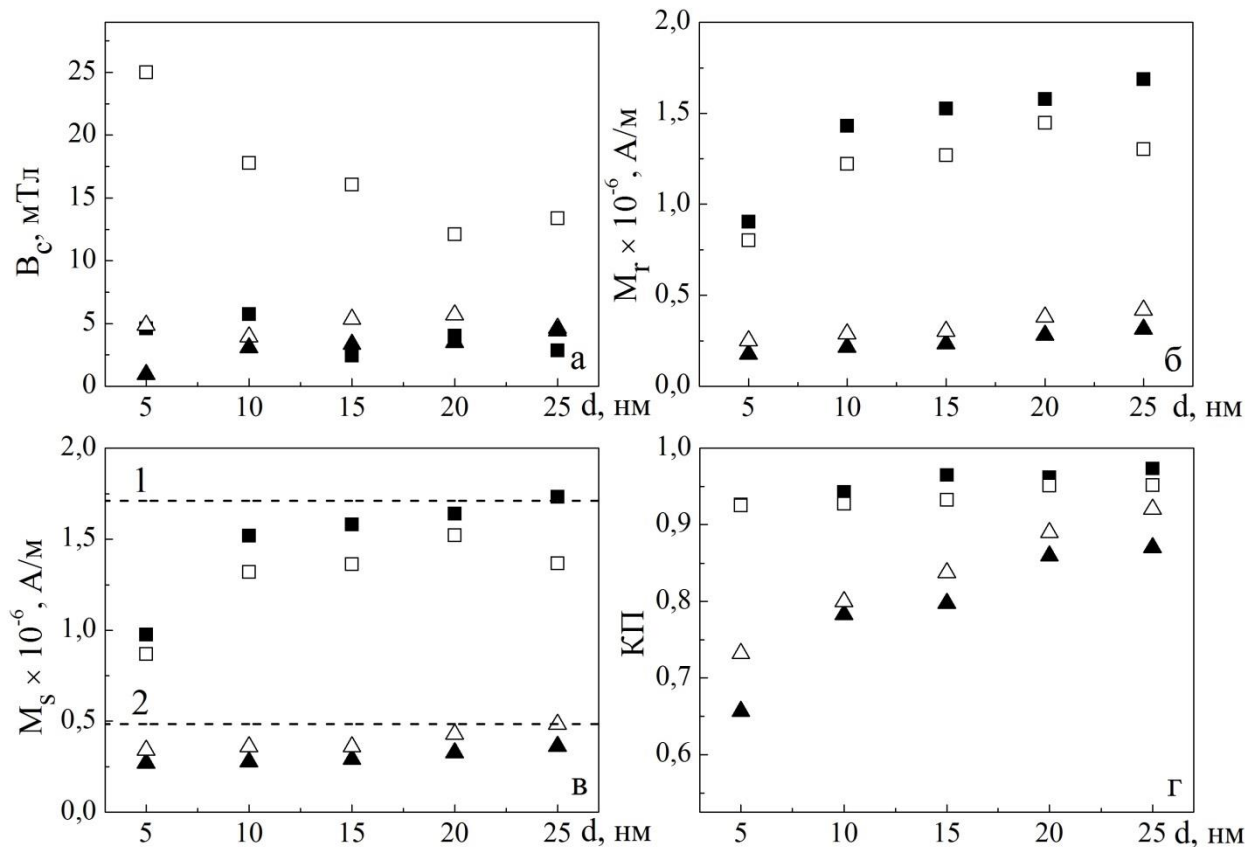


Рисунок 3.15 – Залежності M_r , M_s , B_c і K_1 одношарових плівок Fe (■, □) та Ni (▲, △) від товщини до (темні точки) і після термообробки (світлі точки). Пунктирними лініями вказано дані для масивних зразків: Fe – 1, Ni – 2

Значення залишкової намагніченості (рис. 3.15, б) з ростом товщини для плівок Fe і Ni у свіжосконденсованому стані зростає. Після відпалювання для плівок Ni величина M_r зросла. Для плівок Fe також має місце залежність M_r від d , але значення величини M_r після відпалювання зменшується.

Для плівок цих металів аналогічним чином себе поводить залежність намагніченості насичення від товщини (рис. 3.15, в), величина якої зі збільшенням d зростає прямуючи до асимптотичних значень M_{s0} .

Порівняння даних про намагніченість насичення для плівкових зразків Fe та його оксидів Fe_3O_4 і Fe_2O_3 показує [54, 55], що відповідно для вказаних оксидів значення спонтанної намагніченості становить $0,76 \cdot 10^6$ і $0,92 \cdot 10^6$ А / м, у той час як для плівок Fe його величина складає $1,71 \cdot 10^6$ А / м. Таким чином у нашому випадку за рахунок деякого вмісту оксидної фази у плівках Fe знижуються значення M_r та M_s у відпалених зразках, відносно тих, які не пройшли термообробки.

Відносно низькі значення M_r і M_s у плівках Fe ефективною товщиною $d_{Fe} < 10$ нм можна пояснити виходячи із висновків зроблених у роботі [56], де було показано, що магнітні властивості плівок Fe залежать від структурно-фазового стану зразків. Зокрема, плівки відносно малої ефективною товщини, мають дрібнодисперсний стан, а їх структура близька до аморфної. У таких плівках значно знижується атомний магнітний момент Fe. У основі цього явища лежить той факт, що в аморфній речовині середнє число найближчих сусідів для будь-якого виділеного атома близьке до 12. Це відповідає числу найближчих сусідів у гранецентрованій кубічній кристалічній решітці. Таким чином згідно [56], аморфна структура за атомною будовою нагадує кристалічну фазу, для якої характерний низькоспіновий стан Fe (γ -залізо), внаслідок чого у зразку збільшується вміст слабомагнітної фази Fe, що і призводить до різкого зниження величин M_r і M_s при $d_{Fe} < 10$ нм.

Одним із параметрів, за яким характеризуються магнітні матеріали з точки зору їх практичного застосування при створенні чутливих елементів датчиків або сенсорів є коефіцієнт прямокутності (КП) петлі гістерезису. Це безрозмірна величина, яка визначається як відношення залишкової намагніченості при нульовій напруженості магнітного поля до намагніченості насичення на симетричній петлі гістерезису [56]. Як видно з даних, які приведені на рисунку 2 г найбільше значення КП мають плівки Fe. Також характерним для плівок цього металу є лінійна залежність КП для всіх товщин. Плівки Ni характеризуються значно нижчою величиною КП, хоча її значення після термообробки зростає.

3.2.2 Магнітні властивості тришарових плівок на основі Fe, Ni та Dy

Магнітні властивості тришарових плівок Ni / Dy / Ni / П та Fe / Dy / Fe / П у цілому визначаються феромагнітними властивостями шарів Ni і Fe та магнітовпорядкуванням на інтерфейсі Ni (Fe) / Dy, а також залежать від товщини Ni (Fe) і проміжного шару із Dy.

Аналіз даних приведених на рисунку 3.16, а, показує наступне. Для плівкових зразків з товщиною шару на основі Dy $d_{Dy} > 15$ нм, який перебуває в кристалічному стані, на петлях гістерезису проявляється характерний перегин. Такий результат можна пов'язати з окремим перемагнічуванням у шарах Ni, які розділені відносно товстим кристалічним шаром Dy. Якщо ефективна товщина шару з Dy $d_{Dy} < 15$ нм, то петля гістерезису має таку форму, як і у одношарової плівки Ni.

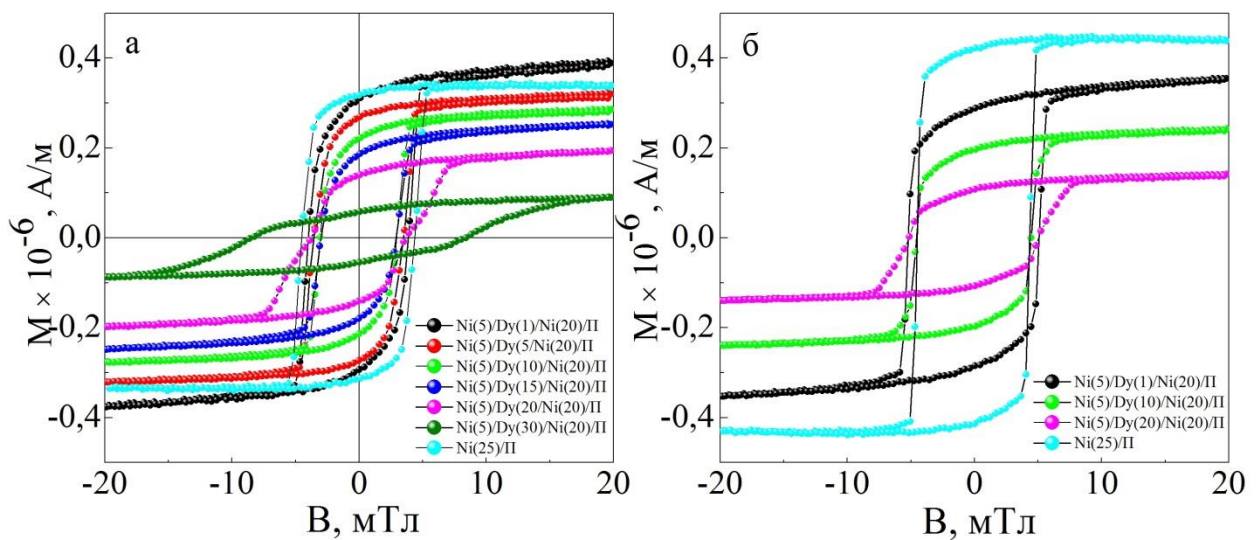


Рисунок 3.16 – Залежність намагніченості від прикладеного зовнішнього магнітного поля для тришарової плівкової системи Ni(5)/Dy(x)/Ni(20)/ П при зміні товщини прошарку з Dy у свіжосконденсованому стані (а) та після термообробки (б) до $T_g = 700$ К (б)

Величина B_c також залежить від товщини і структурно-фазового стану прошарку з Dy. На рисунку 3.17 приведено залежність величини коерцитивної сили від ефективної товщини прошарку з Dy. Як видно з рисунка величина B_c

зменшується в діапазоні товщин 1-15 нм, а потім значно зростає, досягаючи максимального значення 8,46 мТл при $d_{\text{Dy}} = 30$ нм. Така різка зміна величини коерцитивної сили пов'язана зі зміною структурно фазового стану проміжного шару на основі Dy. Раніше було показано, що при $d_{\text{Dy}} > 15$ нм плівка знаходиться в кристалічному стані. Це призводить до того, що при конденсації верхнього шару Ni, атоми Ni більш ефективно, проникають в шар Dy за рахунок дифузії по границях зерен. Очевидно, що біля межі поділу між шарами, кристали Ni будуть більш насичені атомами Dy, ніж із протилежного боку. У таких кристалах зростає коерцитивність, відносно до кристалів Ni. Такий висновок узгоджується з даними роботи [57], де вивчаються сплави на основі R / T металів і було показано, що вони мають вищу коерцитивність у порівнянні зі зразками у яких зберігається індивідуальність шарів. Таким чином, на магнітні властивості тришарових плівкових систем Ni/ Dy / Ni впливають дифузійні процеси біля інтерфейсу.

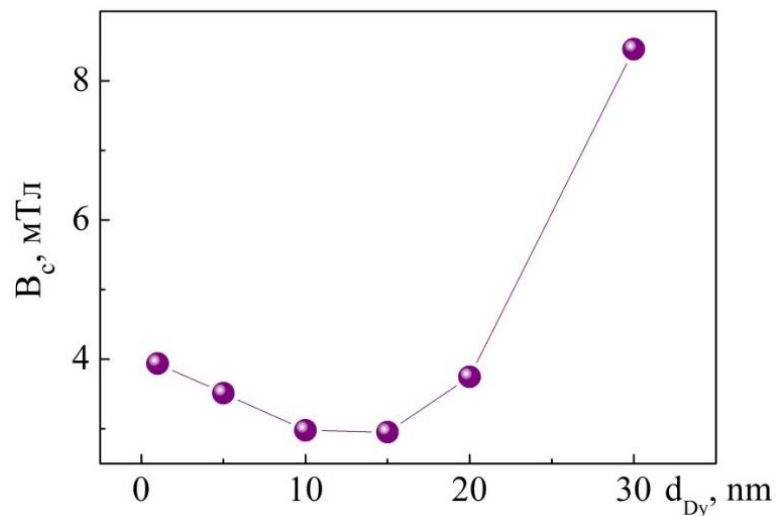


Рисунок 3.17 – Залежність величини коерцитивної сили для плівкової системи Ni (5) /Dy(x) / Ni (10) / П, де x – ефективна товщина прошарку з Dy.

Для плівок на основі Fe та Dy при зміні прошарку з Dy характер залежності коерцитивної сили від його ефективної товщини має осцилюючий характер (табл. 3.7). Осцилюючий характер значення величини коерцитивної сили характерний для плівкових систем [58].

На відміну від B_c значення залишкової намагніченості зменшується при збільшенні товщини шару на основі Dy, наприклад для плівок Fe(5) / Dy(1) / Fe(20) / П, Fe(5) / Dy(20) / Fe(20) / П вона складає $M_r = 1,31 \cdot 10^{-6}$ А / м та $0,93 \cdot 10^{-6}$ А / м відповідно.

Про характер залежності залишкової намагніченості та намагніченості насичення при зміні прошарку з Dy у плівковій системі на основі Ni та Dy можна судити з рисунка 3.18. Значення M_r і M_s зменшуються при збільшенні товщини шару на основі Dy. Це підтверджує той факт, що на інтерфейсі утворюється твердий розчин, причому процеси дифузії протікають більш активно у плівках з кристалічним прошарком з Dy.

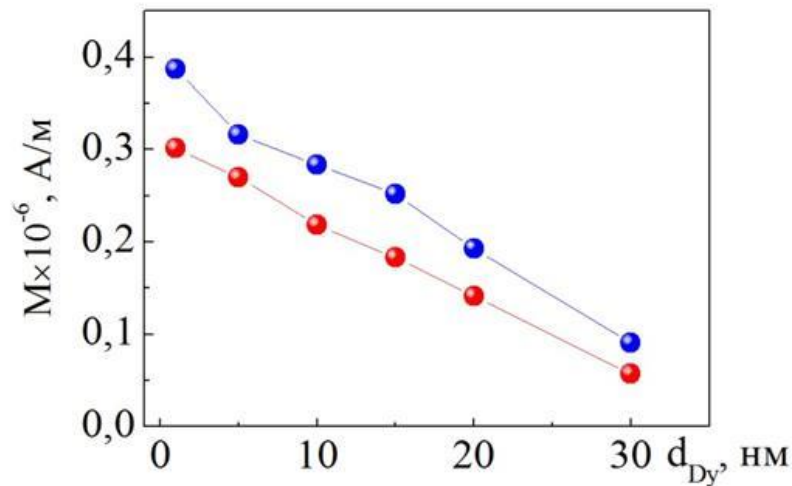


Рисунок 3.18 – Залежності M_r (●) і M_s (●) для тришарової плівкової системи Ni(5)/Dy(x)/Ni(20)/П де x – ефективна товщина прошарку з Dy

Таблиця 3.7 – Магнітні властивості тришарових плівок на основі Fe та Dy

№ п/п	d , нм	T_e , К	B_c , мТл	$M_r \times 10^{-6}$, А / м	$M_s \times 10^{-6}$, А / м	КП
1	Fe(5)/Dy(1)/Fe(20)/П	460	1,98	1,32	1,39	0,95
		700	6,98	1,88	2,09	0,89
2	Fe(5)/Dy(5)/Fe(20)/П	460	1,49	1,25	1,33	0,94
		700	9,32	1,44	1,58	0,92
3	Fe(5)/Dy(10)/Fe(20)/П	460	2,12	1,19	1,31	0,91
		700	7,62	1,23	1,29	0,89
4	Fe(5)/Dy(20)/Fe(20)/П	460	5,26	0,93	1,03	0,91

Якщо порівняти коерцитивність систем із сумарною товщиною шарів Fe такою ж, як товщина одношарової плівки, то можна відмітити наступне. Величина коерцитивної сили у плівках Fe вища у порівнянні із системами де, як прошарок виступає квазіаморфний Dy. Для систем із кристалічним прошарком на основі Dy коерцитивна сила має більше значення. Вище описані тенденції зберігаються у плівках, які пройшли термообробку. Відпалювання призводить до збільшення коерцитивності та зменшення залишкової намагніченості.

Що стосується значення величини коефіцієнта прямокутності петлі гістерезису, то як і для одношарових плівок даних феромагнітних металів найбільше значення КП спостерігається у системі Fe / Dy / Fe / П у порівнянні з системою Ni / Dy / Ni / П. Спільним для обох систем є те, що величина КП спадає з ростом товщини прошарку з Dy. Після термообробки для даних систем не залежно від товщини проміжного шару величина КП зменшується.

Не менш важливим питанням є вплив товщини шару феромагнетика у тришарових плівках на основі Ni, Fe і Dy. Проаналізуємо цей вплив на прикладі тришарових плівок Ni(5)/Dy(10)/Ni(x)/П та Fe (5)/Dy(10)/Fe(x)/П (де x – товщина шару феромагнетика, яка змінювалася від 5 до 25 нм). На рисунку 3.19 приведено залежності M_r і M_s від товщини шару феромагнетика і температури термообробки для тришарових плівок на основі Ni, Fe і Dy. З аналізу приведених на рисунках даних витікає наступне. Значення залишкової намагніченості (рис.3.19, б) з ростом товщини для нижнього шару тришарових плівок Ni(5)/Dy(10)/Ni(x)/П та Fe (5)/Dy(10)/Fe(x)/П у свіжосконденсованому стані зростає. Після відпалювання тришарових плівок не проявляється яскраво вираженої зміни тенденції розмірних залежностей. Аналогічним чином себе поводить залежність намагніченості насичення від товщини (рис. 3.19, а). Що стосується величини коерцитивної сили і коефіцієнта прямокутності, то вони для плівок у свіжосконденсованому стані і після термообробки не проявляють яскраво вираженої розмірної залежності в інтервалах товщин Ni і Fe 5 – 25 нм.

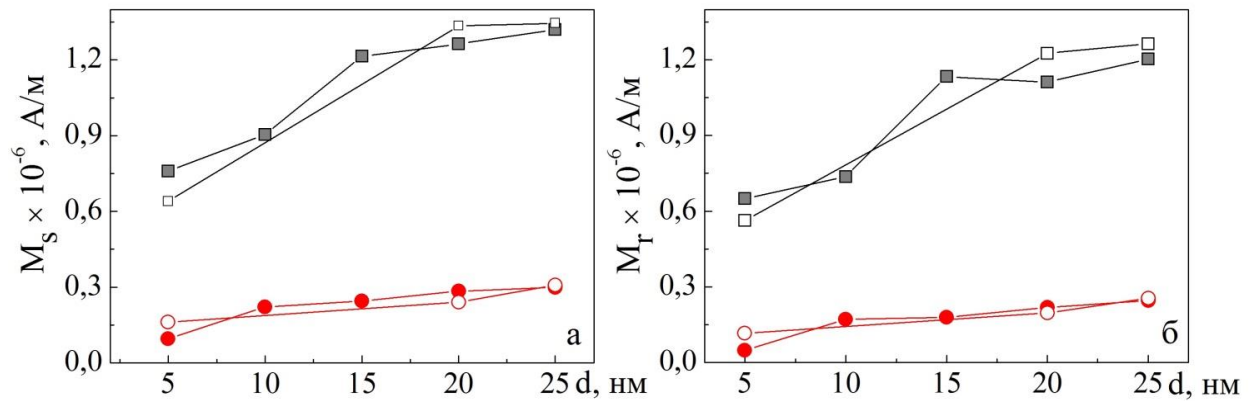


Рисунок 3.19 – Залежності M_r і M_s для тришарових плівок Ni(5)/Dy(10)/Ni(x)/Pi (● – 460 K, ○ – 800 K) та Fe (5)/Dy(10)/Fe(x)/Pi (■ – 460 K, □ – 700 K) від товщини шару феромагнетика і температури термообробки.

3.3. Магніторезистивні властивості

3.3.1 Магніторезистивні властивості одношарових плівок

На рисунку 3.20 представлено типове сімейство польових залежностей магнітоопору для одношарових плівок у свіжосконденсованому стані та після термообробки. Проаналізувавши дані залежності відмітимо наступне.

По-перше, незалежно від ефективної товщини для всіх плівкових зразків проявляється анізотропний характер магнітоопору. У магнітовпорядкованих речовинах, якими є плівки феромагнітних металів, магнітопір відображає магнітний внесок у розсіювання електронів провідності, який залежить від величини і орієнтації спонтанної намагніченості. Відповідно до цього в магнітоопорі можна виділити дві складові. У однорідних магнетиках практичне значення має тільки та складова, яка пов'язана з орієнтацією намагніченості. У магнітному полі, яке викликає обертання намагніченості, зміна електроопору зразка (магнітопір) відбувається саме за рахунок ефекту анізотропії магнітоопору. По-друге, після відпалювання анізотропний характер залежності МО від прикладеного зовнішнього магнітного поля зберігається.

У таблиці 3.8 приведено залежність величини магнітоопору від ефективної товщини та температури термообробки при трьох геометріях вимірювання.

Максимальне значення МО для плівок у свіжосконденсованому стані, спостерігається у перпендикулярній геометрії вимірювання для всіх металів і становить 0,06 % для Fe (25)/П і 0,706 % для Ni (25)/П. При переході від перпендикулярної до поперечної геометрії вимірювання величина МО зменшується. Після термообробки для всіх плівок не проявляється явно вираженої тенденції до зміни величини магнітоопору. Максимальне значення у перпендикулярній геометрії вимірювання становить 0,096 для Fe (5)/П і 1,303 % для Ni (25)/П.

Слід відмітити той факт, що при збільшенні ефективної товщини плівки феромагнітного металу як у свіжосконденсованому стані, так і після термообробки в усіх геометрія вимірювання величина магнітоопору зростає.

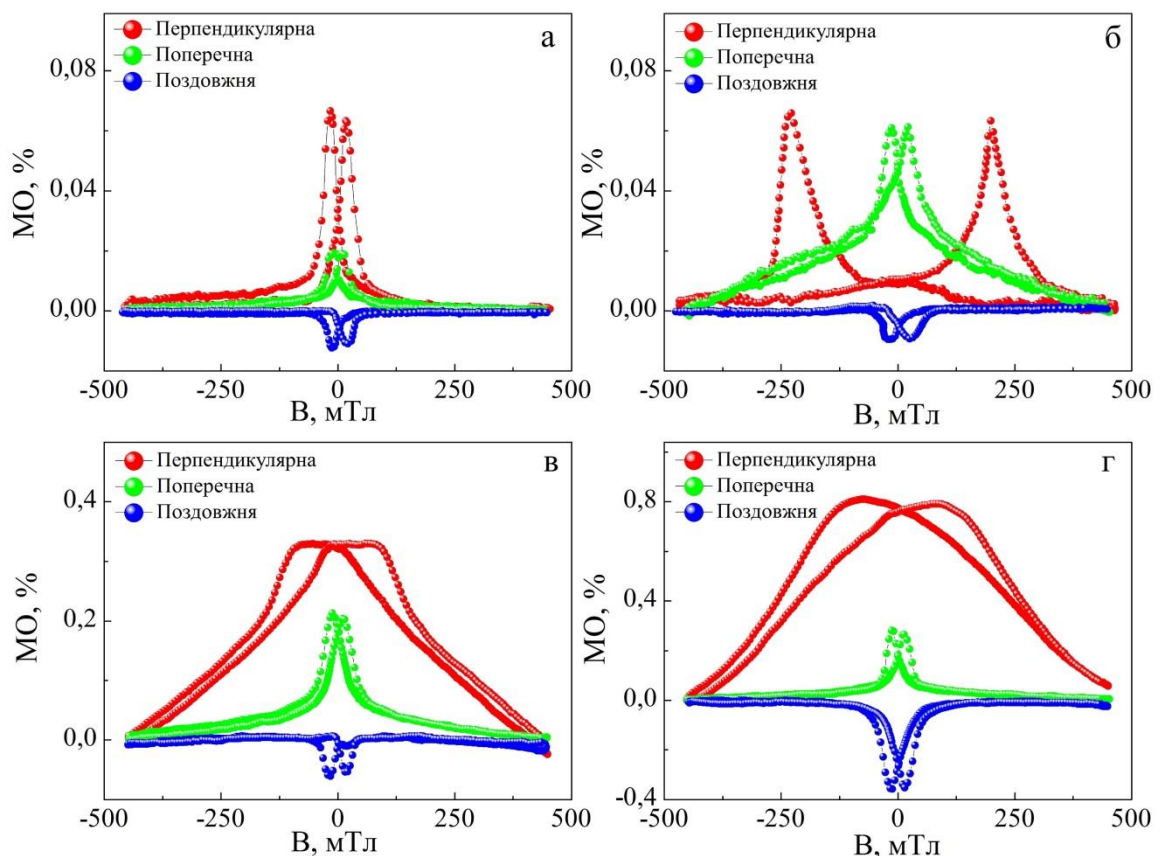


Рисунок 3.20 – Залежність величини магнітоопору від прикладеного зовнішнього магнітного поля при трьох геометріях вимірювання: перпендикулярній (●), поперечній (●) та поздовжній (●) для плівок у свіжосконденсованому стані: а – Fe (15); в – Ni(20); та після термообробки б – Fe (15); г – Ni(20).

Таблиця 3.8 – Залежність величини магнітоопору від ефективної товщини та температури термообробки для одношарових плівок Fe, Co і Ni

Плівка (d, нм)	T_6, K	МО, %		
		Геометрія вимірювання		
		перп.	попер.	позд.
Fe (5)/П	460	0,035	0,021	-0,011
	700	0,096	0,093	-0,064
Fe (10)/П	460	0,042	0,03	-0,02
	700	0,063	0,065	-0,029
Fe (15)/П	460	0,052	0,028	-0,012
	700	0,031	0,062	-0,01
Fe (20)/П	460	0,048	0,037	-0,025
	700	0,051	0,056	-0,026
Fe (25)/П	460	0,06	0,037	-0,01
	700	0,093	0,072	-0,025
Ni (5)/П	460	0,276	0,125	-0,054
	700	0,415	0,115	-0,065
Ni (10)/П	460	0,352	0,213	-0,067
	700	0,810	0,281	-0,358
Ni (15)/П	460	0,619	0,31	-0,193
	700	0,833	0,104	-0,352
Ni (20)/П	460	0,649	0,283	-0,233
	700	0,778	0,291	-0,261
Ni (25)/П	460	0,706	0,633	0,369
	700	1,303	0,401	-0,271

3.3.2 Магніторезистивні властивості тришарових плівок

Магніторезистивні властивості плівкових систем визначаються їх структурно-фазовим складом, а також залежать від товщини магнітних шарів і прошарків з рідкоземельного металу та геометрії вимірювання.

На рисунку 3.21 проілюстровано типове сімейство польових залежностей магнітоопору для тришарових плівок на основі Fe і Ni та Dy до і після термообробки. Проаналізувавши ці результати відмітимо наступне. По-перше, незалежно від товщини кожного з шарів у системах проявляється анізотропний магнітоопір.

По-друге, для всіх зразків у поперечній та перпендикулярній геометріях

вимірювання величина магнітоопору спочатку зростає зі збільшенням величини індукції зовнішнього магнітного поля, досягає максимуму при B_c , а потім різко зменшується та виходить на насичення (слід відмітити, що величина B_c визначалась за положенням максимуму на польових залежностях). При поздовжній геометрії вимірювання спостерігається зворотна тенденція. По-третє, максимальна величина МО 0,3 % та 1,8 % відповідно для систем Fe(5)/ Dy(15) / Fe(20)/П та Ni(5) / Dy(20) / Ni(20)/П спостерігається у перпендикулярній геометрії вимірювання. При переході від перпендикулярної до поперечної геометрії вимірювання величина МО зменшується в обох випадках (рис. 3.21.) та, наприклад, становить 0,08 % для системи на основі Fe і Dy та 1,1 % для системи на основі Ni і Dy.

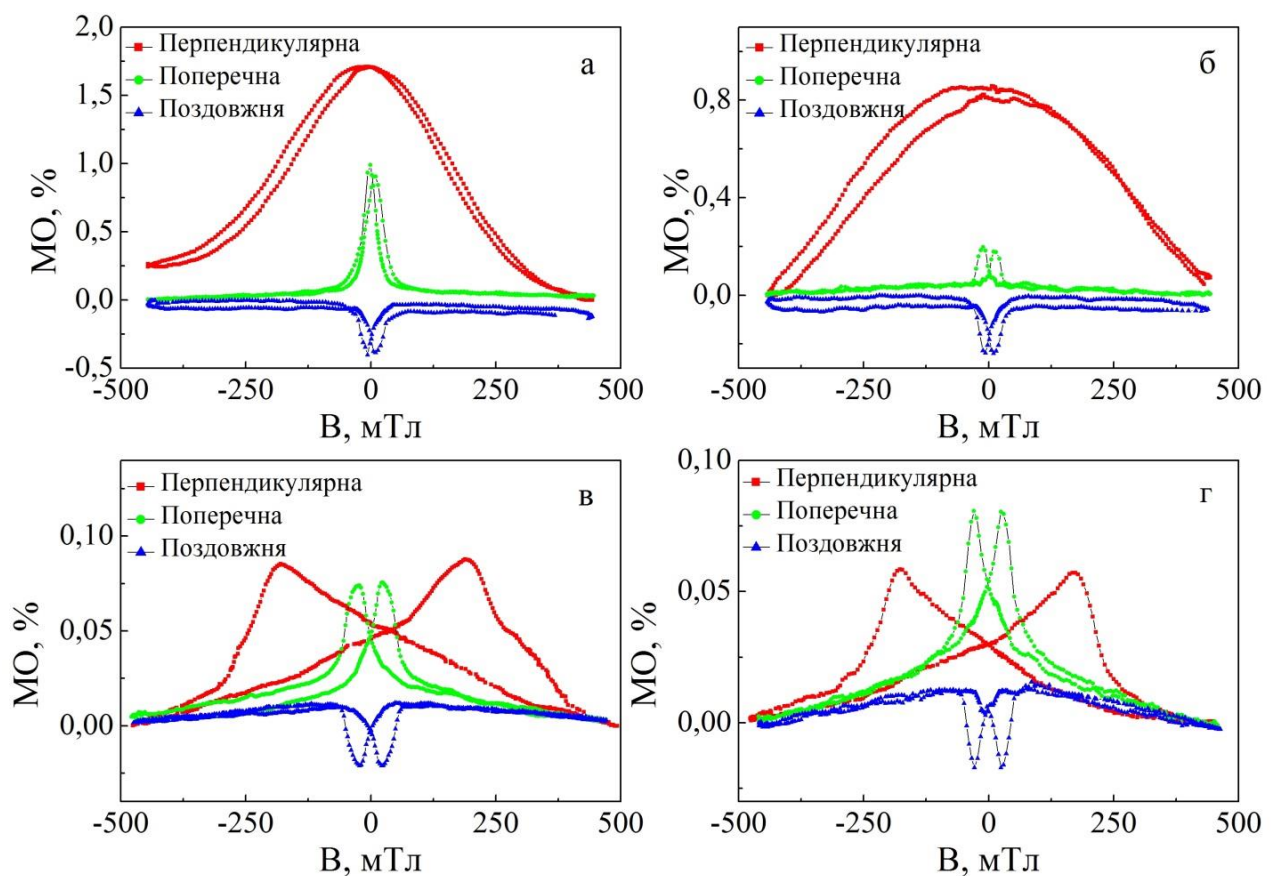


Рисунок 3.21 – Залежність величини магнітоопору від прикладеного зовнішнього магнітного поля при трьох геометріях вимірювання: перпендикулярній (■), поперечній (●) та поздовжній (▲) для плівкових систем: а, б – Ni(5)/Dy(20)/Ni(20)/П; в, г – Fe(5)/Dy(10)/Fe(20)/П у свіжосконденсованому

стані (а, в) та після термообробки до 700 К (б, г)

Після відпалювання до температури 700 К для зразків на основі Ni і Dy не спостерігається явної тенденції щодо впливу температури на величину МО в усіх трьох геометріях вимірювання. Це стосується і величини B_c для поперечної і поздовжньої геометрії. Хоча у випадку перпендикулярної геометрії коерцитивність плівкових зразків після відпалювання до 700 К збільшується. Для системи Fe/Dy/Fe/П, для яких не фіксується утворення оксидної фази, після відпалювання до 700 К також не прослідковується явна тенденція до впливу температури на величину МО. Хоча величина B_c дещо збільшується (рис. 3.22).

У випадку обох систем термообробка при відносно низьких температурах не впливає на фазовий склад зразків, а рекристалізаційні процеси не викликають істотного збільшення розміру зерен. З цієї причини можливо не зазнає змін доменна структура зразків, тому істотного збільшення або зменшення МО нами не спостерігається. Після відпалювання плівок на основі Fe і Dy до 800 К у зразках має місце утворення оксидної фази ГЦК- Fe_3O_4 . Це в свою чергу призводить до збільшення величини МО у плівковій системі в цілому.

Оскільки, на величини магнітоопору та коерцитивної сили плівкових систем впливає товщина немагнітних прошарків [59], то нами було досліджено польові залежності опору зі зміною товщини прошарку з рідкоземельного металу від 1 до 30 нм при фіксованих значеннях товщини феромагнітних шарів. Типові залежності МО від прикладеного зовнішнього магнітного поля для тришарових плівок Ni (5) / Dy (x) / Ni (20) / П (x – ефективна товщина прошарку з Dy) зразків з різною товщиною прошарку з Dy проілюстровано на рисунку 3.22. У таблиці 3.9 наведено числові значення магнітоопору для тришарових плівок на основі Fe та Dy. З цих даних витікає, що величина МО у залежності від товщини шару Dy має осцилюючий характер. Така залежність має місце для всіх геометрій вимірювання.

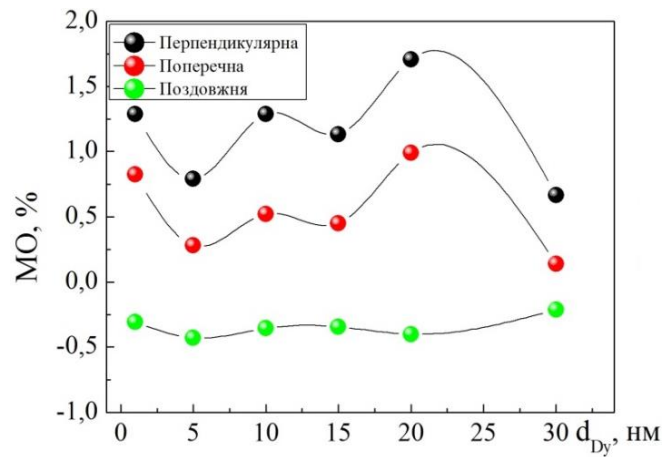


Рисунок 3.22 – Залежність величини магнітоопору від прошарку з Dy для півкової систем Ni (5) /Dy(x) / Ni (10) / П, де x – ефективна товщина прошарку з Dy

Подібний, до приведеної у таблиці, осцилюючий тип залежності від товщини немагнітного прошарку вперше спостерігався при дослідженні гігантського магнітоопору у роботі [60]. Автори [60] пояснюють такий характер залежності магнітоопору осциляційною залежністю обмінної взаємодії між магнітними шарами через електрони провідності.

Таблиця 3.9 – Залежність величини магнітоопору та коерцитивної сили від прошарку з Dy для системи Fe (5) / Dy (x) / Fe(20) / П

$X(d_{Dy})$, нм	МО, %		
	геометрія вимірювання		
	перпенд.	попер.	позд.
5	0,061	0,044	-0,031
10	0,069	0,065	-
15	0,049	0,041	-0,008
20	0,053	0,058	-0,009
25	0,056	0,056	-0,004
30	0,045	0,039	-0,003

Не менш важливий вплив на величини МО і B_c має товщина шару ферромагнетика. Тому нами досліджено вплив товщини нижнього шару ферромагнетика на величину МО у системі Ni(5) / Dy (10) / Ni(x) / П, де x – ефективна товщина, яка змінювалася від 5 до 25 нм з кроком 5 нм. Результати

даних досліджень представлені на рисунку 3.33. З рисунку видно, що при збільшенні ефективної товщини нижнього шару з Ni величина МО зростає. Подібна ситуація спостерігається і у системі на основі Fe і Dy.

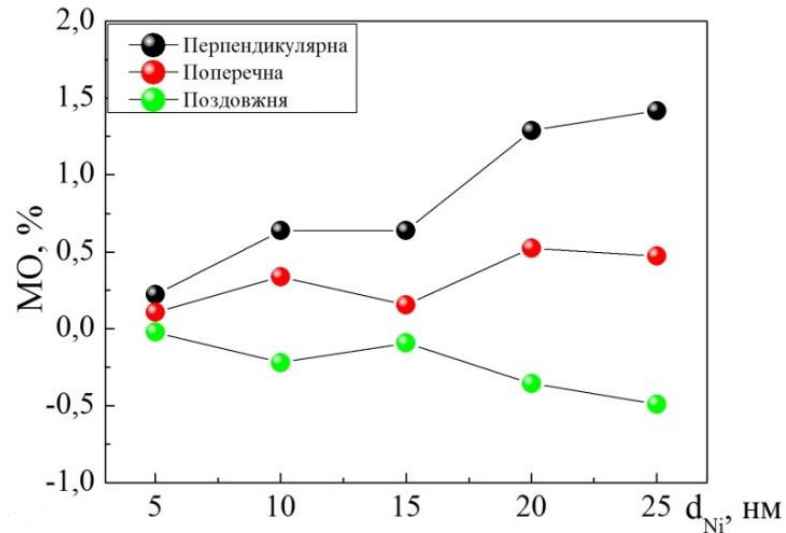


Рисунок 3.33 – Залежність величини магнітоопору від товщини нижнього шару з Ni для плівкової систем Ni (5) /Dy(10) / Ni (x) / П, де x – ефективна товщина шару з Ni

Відпалювання зразків істотним чином не призводить до зміни характеру вказаних залежностей, а впливає лише на величину магнітоопору. У всіх геометріях вимірювання для плівкових зразків Ni/Dy/Ni/П та Fe/Dy/Fe/П, які пройшли термообробку осцилюючий характер залежності МО від ефективної товщини прошарку з Dy зберігається.

ВИСНОВКИ

Проведені дослідження дозволили встановити кореляцію між структурно-фазовим станом, магнітними, магніторезистивними та електорофізичними властивостями плівкових систем на основі Fe(Ni) і Dy.

1. У тришарових плівкових системах Fe(Ni)/Dy/П структурно-фазовий стан, а відповідно і магнітні, магніторезистивні властивості залежать від товщини проміжного шару з Dy. При ефективних товщинах одношарових плівок Dy менше 15 нм у них електроннографічно фіксується квазіаморфна фаза (ка-Dy), а при збільшенні товщини від 10 до 30 нм – проявляються процеси кристалізації.

2. У зразках на основі Fe(Ni) і Dy з ефективною товщиною шару Dy $d_{Dy} = 1 - 15$ нм, які отримані при температурі підкладки $T_n \cong 460$ К як після конденсації так і після термообробки при температурах 700 К спостерігається фазовий склад ОЦК-Fe + ка-Dy і ГЦК-Ni + ка-Dy відповідно. У плівковій системі на основі Fe(Ni)/Dy (з $d_{Dy} > 15$ нм) відбуваються фазові перетворення:

$$\text{ГЦП-Dy} + \text{ОЦК-Fe} \xrightarrow{700\text{К}} \text{ГЦП-Dy} + \text{ОЦК-Fe} + \text{ГЦК-Fe}_3\text{O}_4 + \text{ОЦК-Dy}_2\text{O}_3$$
 або

$$\text{ГЦП-Dy} + \text{ГЦК-Ni} \xrightarrow{700\text{К}} \text{ГЦП-Dy} + \text{ГЦК-Ni} + \text{ОЦК-Dy}_2\text{O}_3$$
 Утворення оксидної фази переважно за рахунок взаємодії з газами залишкової атмосфери призводить до збільшення електричного опору відпалюваних плівок відносно свіжосконденсованих зразків.

3. У всіх геометріях вимірювання для плівкових зразків на основі Fe(Ni) і Dy до і після термообробки величини M_0 і B_c мають осцилюючий характер залежності від ефективної товщини прошарку із Dy. Відпалювання плівкових зразків до $T_b = 700$ К слабо впливає на зміну величини їх магнітоопору.

4. Для тришарових плівок найбільше значення магнітоопору спостерігається у перпендикулярній геометрії вимірювання і становить максимальне значення 0,3 % для плівок Fe(5) / Dy(15) / Fe(20) / П та 1,8 % для плівок Ni(5) / Dy(20) / Ni(20) / П. При переході від перпендикулярної до

поперечної орієнтації зразка у зовнішньому магнітному полі величина магнітоопору зменшується.

5. При ефективних товщинах прошарків на основі Ду більше 20 нм на залежностях намагніченості від прикладеного зовнішнього магнітного поля спостерігаються характерні перегини, що свідчить про пошарове перемагнічування шарів.

6. Для систем із кристалічним прошарком на основі Ду коерцитивна сила має більше значення, ніж з квазіаморфним.

7. Термовідпалювання у більшості випадків призводить до зростання величини коерцитивної сили.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Курляндская Г.В., Левит В.И. Материаловедение. Монокристаллы: [уч. пособие] / Г.В. Курляндская, В.И. Левит. – Екатеринбург: УрФУ, 2011. – 170 с.
2. Физика, технологии и техника магнитных материалов: [уч. пособие] / В.О. Васьковский, Г.В. Курляндская, Н.В. Мушников [и др.] – Екатеринбург: УрГУ.– 2010. – 247 с
3. Takanashi K. Indirect exchange coupling through nonmagnetic metal spacers in Co / X / Gd multilayers (X = Cu and Y) / K. Takanashi, H. Fujimori, H. Kurokawa // J. Magn. Magn. Mater.– 1993. – V. 126. – P. 242.
4. Coercive properties of a Gd / Si / Co multilayer film with a compensation point / D.N. Merenkov, A.B. Chizhik, S.L. Gnatchenko [et al.] // Low Temp. Phys. – 2001. – V. 27. – P.137.
5. Механизм магнитного упорядочения в двухслойных пленках $Du_{1-x}Ni_x-Ni$ / С.Г. Овчинников, В.В. Марков, И.С. Эльдман [и др.] // ФТТ. – 2007. – Т. 49, №. 5 – С. 854 – 858.
6. Suciú G. 4f-3d exchange coupling in Gd/X/Co (X = Pt, Cr) multilayers / G. Suciú, J. C. Toussaint, J. Voiron // J. Magn. Magn. Mater. – 2002. – V. 240. – P. 229 – 231.
7. Васьковский В.О. Магнетизм наносистем на основе редкоземельных и 3-d переходных металлов: [хрестоматия] / В.О. Васьковского. – Екатеринбург: ИОНЦ, 2007. – 265 с.
8. Проценко И.Е. Тонкие пленки в оптике и электронике / И.Е. Проценко, А.Н. Черноус, В.А. Хворост. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2002. – С. 6 – 22
9. Sato N. Amorphous rare-earth-transition-metal thin films with an artificially layered structure / N. Sato, K. Habu // J. Appl. Phys. – 1987. – V. 61, N. 8 – P. 4287–4289.
10. Influence of the interface local chemistry on the magnetic anisotropy of (Fe / Dy) multilayers / A. Tamion, E. Cadel, C. Bordel [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 2005. – V. 290 – 291. – P. 238 – 241.

11. Moslemzadeh N. Characteristics of Dy / W(112) thin films during epitaxial growth / N. Moslemzadeh, S.D. Barrett, J. Ledieu // *Surf. Sci.* – 2002. – V.521.– P. L650–L654.
12. Goswami A. Dielectric behavior of dysprosium oxide films / A. Goswami, R. Ramesh Varma // *Thin Solid Films.* – 1975. – V. 28. – P. 157 – 165.
13. Structure and magnetic properties of bulk nanocrystalline Dy metal prepared by spark plasma sintering / M. Yue, K.J. Wang, W. Q. Liu [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* – 2008. – V. 93. – P. 202501.
14. Shevchenko N. B. Preparation and characterization of Dy nanoparticles / N. B. Shevchenko, J. A. Christodoulides, G. C. Hadjipanayis // *J. Appl. Phys.* – 1999. – V. 74, № 10 – P. 1478 – 1480.
15. Magnetization depth profile of (Fe / Dy) multilayers / A. Taminion, F. Ott, P.-E. Berche [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2008. – V. 320. – P. 2650 – 2659.
16. Three-dimensional atom probe investigation of Fe / Dy multilayers / A. Tamion, E. Cadel, C. Bordel [et al.] // *Scripta Mater.* – 2006. – V. 54. – P. 671 – 675.
17. Casper F. Gigant magnetoresistance in semiconducting DyNiBi / F. Casper, C. Felser // *Solid State Commun.* – 2008. – V.148. – P.17 – 177.
18. Inverse giant magnetoresistance in RE/TM multilayers / F. E. Stanley, M. Perez, C. H. Marrows [et al.] // *Europhys. Lett.* – 2000. – V. 49. – P. 528 – 533.
19. Marrows C. H., PhD Thesis, University of Leeds (1997).
20. Geng K. W. Henkel analysis of Fe / Er multilayers prepared by electron-beam evaporation / K. W. Geng, F. Pan, R. H. Yao // *J. Appl. Phys.* – 2008. – V. 104. – P. 073902-1 – 073902-6.
21. Андреевко А. С. Магнитные свойства аморфных сплавов редкоземельных металлов с переходными 3d-металлами / А. С. Андреевко, С. А. Никитин // *УФН.* – 1997. – Т. 167, № 6. – С. 605 – 622.
22. К.П. Белов. Редкоземельные магнетики и их применение. Наука, М. (1980).
23. С.А. Никитин. Магнитные свойства редкоземельных металлов и сплавов. Изд-во МГУ, М. (1989).

24. Gangulee A. Magnetic properties of amorphous Co-Gd-Mo-Ar thin films / A. Gangulee, R.J. Kobliska // *J. Appl. Phys.* – 1978. – V. 49, № 7. – P. 4169 – 4173.
25. Morishita T. Magnetism and structure of compositionally modulated Fe-Gd thin films / T. Morishita, Y. Togami, K. Tsushima // *J. Phys. Soc. Jpn.* – 1985. – V. 54, №. 1. – P. 37–40.
26. Demirtas S. Effect of parallel and antiparallel configuration on magnetic damping in Co / Ag / Co / Gd / S / Demirtas, M. B. Salamon, A. R. Koymen // *J. Appl. Phys.* – 2011. – V. 109. – P. 113919-1 – 113919-4.
27. Фролов Г.И. Исследование параметров переходного слоя в обменно-связанной пленочной структуре NiFe/DyCo / Г.И. Фролов, В.А. Середкин, В.Ю. Яковчук // *ФТТ.* – 2011. – Т.53, № 7. – С.1279 – 1283.
28. Эффекты обменного взаимодействия в двухслойных пленках Dy_xCo_{1-x} / NiFe вблизи компенсационных составов аморфных сплавов DyCo / Р.С. Исхаков, В.А. Середкин, С.В. Столяр [и др.] // *Письма в ЖЭТФ.* – 2004. – Т.80, № 10. – С.743.
29. Hellman F. Unexpected unidirectional anisotropy in amorphous Tb-Fe/Ni-Fe-Mo bilayer films / F. Hellman, R. B. van Dover, E. M. Gyorgy // *Appl. Phys. Lett.* – 1987. – V. 50, № 5. – P. 296.
30. Tamion A. Influence of the interface local chemistry on the magnetic anisotropy of (Fe/Dy) multilayers / A. Tamion, E. Cadel, C. Bordel [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2005. – V. 290-291. – P. 238 – 241.
31. Техническое описание и инструкция по эксплуатации. 2.950.161 ТО. Вакуумный универсальный пост ВУП – 5М.
32. Соломахо В.Л., Томилин Р.И., Цитович Б.В., Юдовин Л.Г. Справочник конструктора-приборостроителя. Проектирование. Основные нормы. Минск: Высшая школа, 1988. 272 с.
33. Onsgard I. On the use of the quartz crystal microbalance for surface and lysis in combination with surface sensitive spectroscopies / Onsgard I., Huang W. // *Surface and interface analysis.* – 1986.- V.9. – P.119-123.
34. Зленко В. Автоматизований комплекс досліджень терморезистивних властивостей наноструктурованих плівкових систем / В. Зленко, С.І. Проценко, Р.

Сафаріч // Ж. нано- та електрон. фіз. – 2009.– Т. 1, № 2. – С. 29 – 35.

35. Автоматизовані системи для дослідження електрофізичних властивостей плівкових матеріалів. Міжнародна конференція молодих вчених і аспірантів (Ужгород 24-27 травня, 2011). – ІЕФ, 2011. – С. 153

36. Програмное обеспечение для распознавания и анализа дифракционных картин полученных методом просвечивающей электронной микроскопии/ С.И. Проценко, Д.Н. Костюк // Сборник трудов конференции «Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments». – М.: РУДН, 2010. – С.88 – 90.

37. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів [навч. посібник]. – Суми: Вид-во СумДУ, 2007. – 264 с.

38. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Приложение / С.С. Горелик, Л.И. Расторгуев, Ю.А. Скаков. – М.: Металлургия, 1970. – 107 с.

39. Webster J.G. Measurement, Instrumentation, and Sensors Handbook Second Edition: Electromagnetic, Optical, Radiation, Chemical, and Biomedical Measurement. – CRC Press, Taylor & Francis Group, 2014. – 1921 p.

40. Програмно-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».– М: Российский университет дружбы народов, 2011.– С. 498 – 500.

41. Магніторезистивні властивості спін-вентильних структур на основі Co та Cu або Au / М.Г. Демиденко, С.І. Проценко, Д.М. Костюк [та ін.] // Ж. нано- та електрон. фіз.–2011.– Т.3, № 4. – С. 106 – 113.

42. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Том 2 (Ред. Н.П. Лякишева) (Москва: Машиностроение: 1997).

43. Powder Diffraction Data File, The Joint Committee on Powder Diffraction

Standards, International Center for Diffraction Data, Card No. 7429-91-6, p. 559 (1956).

44. С. І. Воробйов, Л. В. Однодворець, О. В. Пилипенко, А. М. Чорноус, Наносис., наномат., нантотехнол. –2012. – Т.10, № 4. – С829.

45. А.В. Свалов, В.О. Васьковский, К.Г. Балымов, А.Н. Сорокин, Г.В. Курляндская, ЖТФ. – 2014.–Т.84 №.4, –С.63.

46. Проценко І.Ю. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості) [навч. посібник] / І.Ю. Проценко, В.А. Саєнко. – Суми: Вид-во СумДУ, 2002. – 187 с.

47. Исследование размерных и температурных эффектов в тонких пленках переходных металлов / В.Б. Лобода, И.Е. Проценко, М.Д. Смолин [и др.] // УФЖ. – 1985. – Т.30, № 3. – С. 435 – 440.

48. Самсонов В.Г. Физико-химические свойства элементов. Справочник / В.Г. Самсонов. – К.: Наукова думка, 1965

49. Горбачева Т.Б. Рентгенография твердых сплавов / Т.Б. Горбачева. – М.: Металлургия, 1985

50. Фазовая диаграмма ГЦК→ГП-перехода в малых частицах кобальта / А.И. Кузьменко, Т.А. Прокофьева, И.Е. Проценко [и др.] // Изв. АН СССР, сер.физ. – 1986. – Т. 50, № 8. – С. 1590 – 1592.

51. Annealing behaviour of structural and magnetic properties of evaporated Co thin films / M. Jergel, I. Cheshko, Y. Halahovets [et al.] // J. Phys. D: Appl. Phys. –2009. – V. 42. – P. 135406-1 – 135406-8.

52. Vand V. Theory of the irreversible electrical resistance changes of metallic films evaporated in vacuum // Pros. Phys. Soc. – 1943. – № 55. – P. 222 – 246.

53. Lu H. M. Saturation magnetization of ferromagnetic and ferrimagnetic nanocrystals at room temperature / H. M. Lu, W. T. Zheng, Q. Jiang // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2007. – V. 40. – P. 320 – 325.

54. Berkowitz A. E. Influence of crystallite size on the magnetic properties of acicular γ -Fe₂O₃ particles / A. E. Berkowitz, W. J. Shuele, P. J. Flanders // J. Appl. Phys. – 1968. – V. 39, № 2. – P. 1261 – 1263.

55. Panda R. N. Magnetic properties of interacting single domain Fe₃O₄ particles / R. N. Panda, N. S. Gajbhiye, G. Balaji // J. Alloy. Compd. – 2001. – V. 326, № 1–2.

– P. 50 – 53.

56. Potanin A. A. Modeling of particles orientation in magnetic field in drying magnetic coatings / A. A. Potanin, G. Reynolds, R. J. Hirko // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2000. – V. 212, № 1 – 2. – P. 277 – 292.

57. Magnetoresistive effects in perpendicularly magnetized Tb-Co alloy based thin films and spin valves / M. Gottwald, M. Hehn, F. Montaigne [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2012. – V. 111. – P. 083904-1 – 083904-4.

58. Гистерезисные свойства наноструктурированных пленок тербия / А.В. Свалов, В.О. Васьковский, К.Г. Балымов [и др.] // *ЖТФ*. – 2014. – Т. 84, № 4. – С. 63 – 67.

59. Parkin S.S.P. Giant magnetoresistance in magnetic nanostructures / S.S.P. Parkin // *Annu. Rev. Mater. Sci.* – 1995. – V. 25. – P. 357 – 388.

60. Parkin S.S.P. Oscillatory magnetic exchange coupling through thin copper layers / S.S.P. Parkin, R. Bhadra, K. Roche // *Phys. Rev. Lett.* – 1991. – V. 66, № 16. – P. 2152 – 2155.