

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Кваліфікаційна наукова праця  
на правах рукопису

**ПИЛИПЕНКО ОЛЕКСАНДР ВАЛЕРІЙОВИЧ**

УДК 621.793.8; 316.8

**ДИСЕРТАЦІЯ**

**ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ТА МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ  
ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ НА ОСНОВІ Fe, Ni та Ag або Au**

01.04.07 – Фізика твердого тіла  
Фізико-математичні науки

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук  
Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей,  
результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело



О. В. Пилипенко

Науковий керівник:

Одноворець Лариса Валентинівна,  
д.ф.-м.н., професор

Суми – 2019

## АНОТАЦІЯ

**Пилипенко О. В.** Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук (доктора філософії) за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла. – Сумський державний університет, Суми, 2019.

Дисертаційна робота присвячена комплексному дослідженню взаємозв'язку структурно-фазового стану та розмірних і концентраційних ефектів в електрофізичних і магніторезистивних властивостях плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au, отриманих методами одночасної та пошарової конденсації металів.

Відповідно до поставленої мети та сформованих задач досліджень були застосовані такі методи отримання та дослідження функціональних матеріалів на основі Fe та/або Ni та Ag або Au: пошарова та одночасна конденсація в технологічному та надвисокому вакуумі; метод кварцового резонатора для вимірювання товщини *in-situ*; метод просвічувальної електронної мікроскопії і електронографії для дослідження кристалічної структури і фазового складу плівкових систем; енерго-дисперсійний спектральний аналіз; метод високоточної резистометрії при дослідженні магніторезистивних та електрофізичних властивостей; методи вібраційної магнітометрії та МОКЕ при дослідженні магнітних та магнітооптичних властивостей.

Встановлення відповідностей між структурно-фазовим станом та фізичними процесами в плівкових матеріалах на основі Fe, Ni та Ag або Au може бути проведено за умови комплексних досліджень електрофізичних, магніторезистивних, магнітних та магнітооптичних властивостей плівкових систем, з урахуванням методу отримання, умов конденсації та термообробки.

Встановлено, що особливістю кристалічної структури плівок Ag і Au, отриманих методом електронно-променевого осадження, є те, що до товщини 50 нм вони структурно-несуцільні. Аналіз ширини та інтенсивності ліній на електронограмах до та після відпалювання до 750, 900 та 1100 К показує, що з ростом температури відпалювання ширина ліній на дифракційних картинах

стає вужчою, при цьому на самих кільцях з'являються додаткові точкові рефлекси, що свідчить про збільшення розміру зерен (областей когерентного розсіювання) у процесі термообробки зразків.

Аналіз результатів дослідження кристалічної структури плівок Fe, які конденсувались на підкладки за кімнатної температури, показав, що середній розмір зерна  $L$  суттєво залежить від товщини зразка. Так при збільшенні товщини від 10 до 30 нм величина  $L$  зростає приблизно в 3 рази. Для плівок пермалою  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(20)/\text{П}$  аналіз результатів структурних та електроннографічних досліджень показав наступне. Зразки після конденсації мають ГЦК-гратку з параметром  $a = 0,3541$  нм, близькому до параметру інтерметаллідної фази  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  ( $a = 0,355$  нм). У процесі термовідпалювання до 500 К фазовий склад зразка залишається незмінним і відповідає ГЦК- $\text{Ni}_3\text{Fe}$  з дещо збільшеним параметром гратки  $a = 0,3556$  нм.

Особливістю фазового складу плівкових зразків на основі Fe та Ag, сформованих методом пошарової конденсації, є збереження індивідуальності окремих шарів. У невідпаленому стані на електроннограмах спостерігаються лінії, які належать ОЦК-гратці Fe із параметром  $\bar{a} = 0,2888$  нм та ГЦК-гратці Ag із  $\bar{a} = 0,4086$  нм. Аналізуючи дані розшифровки електроннограм після відпалювання до 800 К слід зазначити, що у системі відбувається стабілізація розбавленого т.р.  $\text{Ag}(\text{Fe})$  на основі ГЦК-решітки, оскільки відбувається незначне зменшення параметра ГЦК-гратки ( $\bar{a} = 0,4083$  нм), в той час як параметр ОЦК-гратки ( $\bar{a} = 0,2887$  нм) залишається незмінним у порівнянні з невідпаленим зразком.

Електроннографічні дослідження плівкових матеріалів на основі Fe і Ag, сформовані методом одночасної конденсації компонент вказують на те, що незалежно від концентрації компонент та загальної товщини, в системі  $(\text{Fe}+\text{Ag})/\text{П}$  відбувається утворення ГЦК гранульованого т.р.  $\text{Ag}(\text{Fe})$ . Про формування т.р. свідчить суттєве зменшення параметра ГЦК-гратки від досліджуваного зразка ( $\bar{a} = 0,4020$  нм) по відношенню до табличних даних для ГЦК-Ag ( $\bar{a} = 0,4086$  нм). Також слід відмітити, що зменшення параметра ГЦК-гратки призводить до накладання ліній (200), (220) і (222) з лініями (110), (200) і (211) ОЦК-Fe. У процесі термовідпалювання до 750 К не відбувається змін у

фазовому стані зразків (Fe+Ag)/П, отриманих одночасної конденсацією компонент. Спостерігається лише зростання параметра ГЦК-гратки т.р. Ag(Fe).

Більш цікавими з точки зору процесів фазоутворення при зміні концентрації компонент, є системи на основі Fe і Au, сформовані методом одночасної конденсації компонент. Дифракційні і електронно-мікроскопічні дослідження вказують на те, що у плівкових зразках товщиною (20 – 40) нм до концентрації  $c_{Au} = 45$  ат.% незалежно від товщини зразка безпосередньо після одночасної конденсації компонент стабілізується ГЦК фаза т.р. Au(Fe), а при  $c_{Au} = (15-35)$  ат.% – квазіаморфний або ОЦК т.р.  $\alpha$ -Fe(Au). При цьому параметр гратки т.р. спочатку зменшується з 0,4023 нм ( $c_{Au} = 55$  ат.%) до 0,2968 нм ( $c_{Au} = 35$  ат.%), потім знов зростає до 0,3014 нм при зменшенні  $c_{Au}$  до 20 ат.%

Установлено, що в системі (Pу+Ag)/П після конденсації фіксується двофазний склад ГЦК-Ni<sub>3</sub>Fe + ГЦК-Ag з параметрами граток  $a(\text{ГЦК-Ni}_3\text{Fe}) = 0,3532$  нм та  $a(\text{ГЦК-Ag}) = 0,4075$  нм. Термообробка до 700 К практично не впливає на кристалічну структуру плівок (Pу+Ag)/П (розміри кристалітів 2-5 нм).

Аналіз особливостей структурно-фазового стану плівкових систем сформованих методами пошарової та одночасної конденсації, показав, що властивості плівкової системи залежать від методу її отримання та особливостей формування меж поділу між шарами. Так, відомо, що у мультишарах на основі ультратонких магнітних і немагнітних шарів при повільній конденсації утворюються супергратки, а застосування швидкого термічного осадження приводить до утворення твердих розчинів в тих же системах. Таким чином магнітні характеристики будуть залежати від методу формування і при цьому будуть суттєво відрізнятися.

Дослідження магніторезистивних властивостей показало максимальне значення величини МО = 1,8 % для системи (Fe+Ag)/П, сформованої методом одночасної конденсації компонент при  $c_{Ag} = (70-80)$  ат.%. Збільшення товщини зразків (Fe+Ag)/П від 10 до 25 нм призводить до зростання величини МО у 5 разів при  $c_{Ag} = 70$  ат.%, а у випадку коли  $c_{Ag} = 80$  ат.% збільшення товщини від 9 до 22 нм – в 3 рази, що пов'язано із збільшенням в об'ємі зразка інтерфейсів

магнітний кластер/немагнітна матриця та зростання ролі спин-залежного розсіювання електронів.

У системі (Fe+Au)/П при зменшенні концентрації атомів золота спостерігається перехід від ізотропного МО з ознаками ГМО до анізотропного МО, що пов'язано із структурним переходом т.р. Au(Fe)  $\rightarrow$  т.р.  $\alpha$ -Fe(Au) при  $c_{\text{Au}} = 45$  ат.%. Дослідження магніторезистивних властивостей плівкових систем на основі Fe і Au, отриманих одночасною конденсацією компонент, проводилися у широкому діапазоні концентрацій атомів магнітного матеріалу  $c_{\text{Au}} = (10 - 80)$  ат.%, та показали максимальну величину МО = 0,4% при  $c_{\text{Au}} = 70$  ат.%.

Дослідження впливу процесу термообробки до 750, 900 та 1100 К було здійснено для системи (Fe+Ag)/П, та показало різке зменшення величини МО до (0,30 - 0,75) % в діапазоні товщин (5 – 30) нм. Процес термовідпалювання плівкових зразків (Fe+Au)/П до 450 та 550 К фактично не змінює ні величини магнітоопору, ні характер його концентраційної залежності. При  $T_{\text{в}} = 750$  К відбувається зміщення максимуму в бік більших концентрацій, а максимальна амплітуда ефекту 0,32% спостерігається при  $c_{\text{Au}} = 60$  ат.%.

При додаванні атомів срібла до складу плівки пермалою виникає ізотропний МО, максимальною величиною 0,6 % при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат.%. При відпалювання до 500 К ізотропний характер магнітоопору зберігається, але знижується його величина до 0,3%. Подальше зростання температури відпалювання до 600 та 700 К спричиняє появу анізотропії у площині зразка з виходом на насичення при  $B_{\text{s}} = 50$  мТл.

Дослідження магнітних властивостей стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм, показали, що форма петель магнітного гістерезису та величина коерцитивності суттєво залежать від ширини і довжини зразка при сталій його товщині. Зміна розмірів зразка з  $350 \times 7$  мкм до  $7 \times 70$  мкм супроводжується змінами куту нахилу залежності  $M(B)$  та відповідним зменшенням величини  $B_{\text{c}}$  в два рази.

Отримані узагальнені розмірні залежності питомого опору та термічного коефіцієнту опору для плівок Fe, Ag та Au. В усіх випадках величина  $\rho$  зменшується при збільшенні  $d$ , виходячи на асимптотичне значення, в той же

час величина  $\beta$ , що є обернено пропорційною  $\rho$ , зростає зі збільшенням товщини, також поступово виходячи на насичення. Температурні залежності питомого опору і ТКО для функціональних плівкових матеріалів на основі Fe і Ag або Au та Ru і Ag, показали, що зміна концентрації благородного металу найбільш суттєво впливає на характер залежності  $\rho(T)$  для плівок (Au+Fe)/П. Це пов'язано з тим, що при зміні  $c_{Au}$  вже на стадії конденсації відбувається фазовий перехід від т.р. Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au). При цьому величина  $\rho$  у процесі термообробки при  $c_{Au} = 20-65$  ат.% фактично не змінюється, а у випадку  $c_{Au} = 65$  ат.% температурна залежності  $\rho$  вже на першому циклі «нагрівання  $\leftrightarrow$  охолодження» в діапазоні  $T = 300-600$  К має практично лінійний характер.

Показано, що концентраційні залежності величини питомого опору та ТКО для плівкових систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П характеризуються наявністю відповідно максимумів та мінімумів при  $c_{Ag} = 30$  ат. % у випадку зразків на основі Fe і Ag та при  $c_{Au} = 75$  ат. % для плівок на основі Fe і Au.

На основі аналізу літературних даних та власних результатів досліджень тензорезистивних властивостей одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au встановлено, що для плівок феромагнітних металів характерне зростання величини  $(\gamma)_{int}$  при збільшенні товщини зразків, в той час розмірна залежність плівок благородних металів характеризується поступовим зменшення величини  $(\gamma)_{int}$  при збільшенні  $d$ . Аналіз тензорезистивних властивостей плівкових систем на основі Fe і Ag або Au та Ru і Ag вказує на те, що певну роль повинні відігравати не тільки структурні зміни, які відбуваються у плівці при деформації, а також концентраційний ефект. Оскільки компоненти досліджуваних зразків Fe, Ru, Ag і Au мають різний тип кристалічної структури (Fe та Ru дрібнодисперсну, а плівки Ag і Au крупнокристалічну), то в плівках, сформованих на їх основі, в залежності від концентрації атомів благородних металів  $c_{Ag,Au}$  відбувається зміна характеру розподілу кристалітів та їх середнього розміру.

Аналіз концентраційних залежностей інтегрального коефіцієнта тензочутливості показав, що при  $d = 20$  нм збільшення вмісту Ag або Au в плівках (Fe+Ag)/П, (Ru+Ag)/П і (Fe+Au)/П призводить до збільшення  $(\gamma)_{int}$  від 2 до 37 (при  $c_{Ag} = 35$  ат.%), від 2 до 52 (при  $c_{Ag} = 40$  ат.%) та від 2 до 14 одиниць ( $c_{Au} = 35$  ат.%), відповідно.

**Ключові слова:** плівкові системи, феромагнітні та благородні метали, пошарова і одночасна конденсація, тверді розчини, магнітоопір, термічний коефіцієнт опору, коефіцієнт тензочутливості, ефект Керра.

### Список публікацій за темою дисертації

#### 1. Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати

1. Pazukha I.M. A comprehensive investigation of electrophysical and magnetoresistive properties of thin films based on permalloy and silver / I. M. Pazukha, **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz // Materials Research Express. – 2018. – V. 5, № 10. – P. 106409–106416.

2. Тензорезистивні властивості плівкових систем на основі пермалою та срібла / Д. О. Шуляренко, **О. В. Пилипенко**, К. В. Тищенко I.M. Пазуха, Л.В. Оdnодворець // Журнал нано- та електронної фізики. – 2018. – Т. 10, № 1. – С. 01010-1–01010-4.

3. The concentration anomaly of strain coefficient binary film system based on Au and Fe atoms / **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz, M. O. Shumakova, I. Yu. Protsenko // Problems of Atomic Science and Technology. – 2016. – №5 (105). – P. 131–135.

4. Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівок сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  / **О. В. Пилипенко**, І. М. Пазуха, А. С. Овруцький, Л. В. Оdnодворець // Журнал нано- та електронної фізики. – 2016. – Т. 8, № 1. – С. 03022-1–03022-45.

5. Структурно-фазовий стан, магніторезистивні та магнітні властивості плівок пермалою / Я. М. Литвиненко, І. М. Пазуха, **О. В. Пилипенко**, В. В. Бібик // Металлофізика и новейшие технологии. – 2015. – Т. 37, № 10. – С. 1001–1017.

6. Фазовий склад та електрофізичні властивості плівок заліза / С.І. Воробйов, Л.В. Оdnодворець, **О.В. Пилипенко**, А.М. Чорноус // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т.10, №4. – С.829 – 840.

7. Власенко О. В. Фазовий склад і терморезистивні властивості плівкових систем на основі Ge/Fe і Ag/Fe / О. В. Власенко, **О. В. Пилипенко**, Л. В. Оdnодворець, // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т. 10, № 3. – С. 511–518.

8. Quadratic magneto-optical effects in two-dimensional permalloy particles investigated by scanning X-ray microscopy / S.A. Nepijko, **O.V. Pylypenko**, L.V. Odnodvoretz, E. Kisker, H.J. Elmers, G. Schönense // Applied Physics A. – 2012. – V.111, №2. – P.557 – 561.

## 2. Наукові праці апробаційного характеру

9. Магніторезистивні властивості тришарових плівок Ni/Bi/Ni / П. С. Отич, Д. В. Подуремне, **О. В. Пилипенко**, С. І. Воробйов // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2017», м. Суми, , 17–21 квітня 2017. – Суми : СумДУ, 2017 – С. 93.

10. Магніторезистивні властивості плівкових чутливих елементів сенсорів на основі Fe і Ag або Au / С. О. Волков, **О. В. Пилипенко**, О. П. Ткач, Л. В. Однодворець // Матеріали та програма 7-мої Міжнародної науково-технічної конференції «СЕМСТ-7», м. Одеса, 30 травня – 3 червня, 2016 р. – Одеса, 2016. – С.123.

11. **Пилипенко О. В.** Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. I. Фазовий склад / О. В. Пилипенко, Г. М. Положій, Л. В. Однодворець // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», м. Суми, 18–22 квітня 2016. – Суми: СумДУ, 2016 – С. 171 – 172.

12. **Пилипенко О. В.** Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. II. Тензорезистивні властивості / О.В. Пилипенко, Г.М. Положій, М.О. Шумакова // Матеріали та програма Науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», м. Суми, 18–22 квітня 2016. – Суми: СумДУ, 2016 – С. 173.

13. **Пилипенко О. В.** Термо- і магніторезистивні властивості багатошарових плівок на основі Fe і Au / О. В. Пилипенко, С. О. Волков, А. М. Панюта // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2015», м. Суми, 20–25 квітня 2015. – Суми: СумДУ, 2015 – С. 116.

14. **Пилипенко О. В.** Контроль товщини методом кварцового резонатора при одночасній конденсації металів з двох джерел / О. В. Пилипенко,



Л. В. Однодворець // IV Міжрегіональної науково-практичної конференції молодих учених «Сучасні проблеми експериментальної та теоретичної фізики», м. Суми, 25–26 квітня 2014. – Суми: СумДПУ ім. А.С.Макаренка, 2014 – С. 112.

15. **Пилипенко О. В.** Магніторезистивні властивості гранульованих плівкових сплавів на основі Fe і Ag як чутливих елементів датчиків / О. В. Пилипенко, М. М. Корольов, Л. В. Однодворець // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2013». м. Суми, 22–27 квітня 2013. – Суми: СумДУ, 2013 – С. 128.

16. Electrophysical, magnetoresistivity andm magneto-optical properties of multilayer materials based on nanocrystalline and amorphous films / S. Nepijko, L. V. Odnodvoret, **O. V. Pylypenko**, A. I. Saltykova, O. P. Tkach, O. V. Vlasenko // Матеріали Міжнародної конференції конференції «Nanomaterials: Application & Properties-2012». Alushta, Crimea 17–22 September 2012. – Sumy, 2012. – V. 1. – P. 03TF10(1) – 03TF10(4).

17. Magneto-optic properties of multilayer film systems with giant magnetoresistance / D. M. Kondrakhova, **O. V. Pylypenko**, Yu. M. Shabelnyk, L. V. Odnodvoret, I. Yu. Protsenko // Book of abstracts of International Conference «CNM-3». Uzhhorod, 20–25 May, 2012. – Uzhhorod, 2012. – P. 54.

18. Magnetic properties of two-dimensional permalloy particles / S.A. Nepijko, L.V. Odnodvoret, **O.V. Pylypenko**, I.O. Shpetnyi, Yu.M. Shabelnyk, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012». Lviv, 19–22 April. – Lviv, 2012. – P. D33.

19. Magnetic properties investigation of nanoparticles ensembles based on solid solutions with FePt oxide shell / I.O. Shpetnyi, Ya.M. Lytvynenko, **O.V. Pylypenko**, I.Yu. Protsenko, S.A. Nepijko, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012». Lviv, 19–22 April. – Lviv, 2012. – P.E17.

20. **Пилипенко О. В.** Температурний коефіцієнт опору плівкових матеріалів на основі Fe і Ag / О.В. Пилипенко, Л.В. Однодворець, С.В. Чернов // Матеріали та програма Науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2011». м. Суми, 18–22 квітня 2011. – Суми: СумДУ, 2011. – С. 103.

## SUMMARY

**Pylypenko O. V.** Electrophysical and magnetoresistive properties of the thin film systems based on Fe, Ni, and Ag or Au. Manuscript.

Ph. D. thesis submitted for the degree of candidate of physical and mathematical (doctor of philosophy), specialty 01.04.07 – “Solid state physics”. – Sumy State University, Sumy, 2019.

Ph. D. is devoted to the complex study of the correlation of the phase state, crystal structure, and the size and concentration effects in the electrophysical and magnetoresistive properties of the thin film systems based on Fe, Ni and Ag or Au, obtained by methods of simultaneous and layer-by-layer condensation.

According to the purpose and the current research tasks, the next methods for preparing and studying functional materials based on Fe and/or Ni and Ag or Au used: layer-by-layer and simultaneous condensation in technological and high vacuum; “*in-situ*” method of quartz resonator; a method of transmission electron microscopy and electron diffraction to study the crystalline structure and phase state of film systems; energy-dispersion spectral analysis; method of high precision resistometry in the study’s magnetoresistive and electrophysical properties; methods of vibrating magnetometer and MOKE in the study of magnetic and magneto-optical properties.

Establishing correspondences between the structural-phase state and physical processes in the film materials based on Fe, Ni, and Ag or Au can be carried out under the conditions of complex studies of electrophysical, magnetoresistive, magnetic and magneto-optical properties of thin film systems, taking into account the method of preparation, and condensation and heat treatment conditions.

It established that the peculiarity of the crystalline structure of the films Ag and Au obtained by the method of electron-beam deposition is they are structurally non-continuous to a thickness of 50 nm. The analysis of the width and intensity of the lines on diffraction images before and after annealing up to 750, 900 and 1100 K shows that with increasing annealing temperature, the width of the lines in the diffraction patterns becomes narrower. The additional point reflexes appear on the

rings, indicating an increase in the grains size (areas of coherent scattering) in the process of heat treatment of samples.

An analysis of the results of the crystalline structure study of Fe films, which condensed to the substrate at room temperature, showed that the average grain size  $L$  significantly depends on the thickness of the sample. At the increase of the thickness within the range from 10 to 30 nm, the value of grain size grows three times. For  $\text{Ni}_{180}\text{Fe}_{20}(20)/\text{S}$  layers, the results of structural and electron diffraction studies showed the following. The samples after condensation have a fcc lattice with the parameter  $a = 0,3541$  nm, close to the parameter of the intermetallic phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  ( $a = 0,355$  nm). In the process of heat-treatment up to 500 K, the phase composition of the sample remains unchanged and corresponds to fcc- $\text{Ni}_3\text{Fe}$  with a slight increase lattice parameter  $a = 0,3556$  nm.

The peculiarity of the phase state of the film samples based on Fe and Ag formed by the method of layer-by-layer condensation is preserving the individuality of individual layers. In the as-deposited state, the diffraction images exhibit lines that belong to the bcc-Fe with the parameter  $a = 0.2888$  nm and fcc-Ag with  $a = 0.4086$  nm. The analysis of the data of diffraction images after annealing to 800 K showed that the diluted solid solutions s.s.-Ag(Fe) on the bases of fcc lattice stabilized. This evidenced by slight decrease in the fcc lattice parameter ( $a = 0,4083$  nm), while the bcc lattice parameter ( $a = 0,2887$  nm) remains unchanged compared to the as-deposited state.

The electron diffraction investigations of film materials on the basis of Fe and Ag prepared by co-evaporation method indicate that the granular s.s. Ag(Fe) formed in the system (Fe + Ag)/S regardless of the component concentrations and total thickness. About formation of s.s. indicates a significant reduction of the fcc lattice parameter from the sample ( $a = 0,4020$  nm) in relation to the tabular data for fcc-Ag ( $a = 0,4086$  nm). It also should be noted that the reduction of the fcc lattice parameter results in the overlapping of the lines (200), (220), and (222) with the lines (110), (200), and (211) of the bcc-Fe. In the process of heat treatment up to 750 K, there are no changes in the phase state of the samples (Fe + Ag)/S prepared by the co-

evaporation method. Only the growth of the fcc lattice parameter s.s. Ag (Fe) observed.

Thin film systems based on Fe and Au prepared by the co-evaporation method are more interesting from the phase formation processes point of view. Electron diffraction and microscopic studies indicate that the phase state of (Fe+Au)/S within the range of the thickness from 20 to 40 nm depends on component concentration. At the  $c_{\text{Au}} = 45$  at.% the fcc s.s. Au(Fe) is stabilized. At the  $c_{\text{Au}} = (15 - 35)$  at.% quasi-amorphous or bcc s.s.- $\alpha$ -Fe(Au) is formed. In this case, the lattice parameter of s.s. initially decreases from 0.4023 nm ( $c_{\text{Au}} = 55$  at.%) to 0.2968 nm ( $c_{\text{Au}} = 35$  at.%), then increases again to 0.3014 nm with decreasing  $c_{\text{Au}}$  to 20 at.%

It was established that in the system (Py + Ag)/S after condensation, the two-phase composition of fcc-Ni<sub>3</sub>Fe + fcc-Ag with lattice  $a$  (fcc-Ni<sub>3</sub>Fe) = 0,33532 nm and  $a$ (fcc- Ag) = 0,4075 nm. Heat treatment up to 700 K practically does not affect the crystalline structure of films (Py + Ag)/S (sizes of crystallites 2 – 5 nm).

The analysis of the peculiarities of the phase state and crystal structure of the film systems prepared by layer-by-layer and simultaneous condensation methods showed that their properties depend on the preparation method and the peculiarities of interfaces between layer formation. So, we know that multilayers based on ultrathin magnetic and nonmagnetic layers at the slow condensation formed a superlattice. The use of rapid thermal evaporation leads to the formation of solid solutions in the same systems. Thus, the magnetic characteristics will depend on the preparation method, and at this will be significantly different.

The study of magnetoresistive properties showed the maximal value of the magnitude of MR 1.8 % for systems (Fe + Ag)/S formed by simultaneous condensation component at  $c_{\text{Ag}}=(70 - 80)$  at.%. For the (Fe + Ag)/S system at  $c_{\text{Ag}} = 70$  at.%, the rise of the thickness from 10 to 25 nm leads to an increase of the MR value in 5 times. At the  $c_{\text{Ag}} = 80$  at.% the increase of the thickness from 9 to 22 nm leads to grows of MR magnitude in 3 times. This rise of MR value is a result of the role of electrons spin-dependent scattering grows. That is due to an increase of a number of the magnetic cluster/non-magnetic matrix interfaces.

The transition from isotropic to anisotropic MR appears when the concentration of Au atoms decreases. The main reason of this transition is a result of phase transition is the structure transition s.s. Au(Fe)  $\rightarrow$  s.s.  $\alpha$ -Fe(Au) that occurs at the  $c_{\text{Au}} = 45$  at.%. Investigation of the magnetoresistive properties of thin film systems based on Fe and Au, obtained by co-evaporation method, was carried out in a wide range of concentrations of magnetic material atoms  $c_{\text{Au}} = (10 - 80)$  at.%, and showed a maximum value of  $\text{MR} = 0.4\%$  at  $c_{\text{Au}} = 70$  at.% .

For the system (Fe + Ag)/S the study of heat treatment effect up to 750, 900, and 1100 K done. This investigation showed a sharp decrease in the magnitude of the MR to  $(0.30 - 0.75)\%$  in the thickness range  $(5 - 30)$  nm. The process of heat treatment of (Fe + Au)/S systems to 450 and 550 K does not change both the value of magnetoresistance and the shape of MR concentration dependence. The displacement of maximum at MR concentration dependences in the direction of higher concentrations after heat treatment to  $T_a = 750$  K observed. The maximum MR value of  $0.32\%$  was received at  $c_{\text{Au}} = 60$ at.%.

The isotropic MR of maximum value  $0.6\%$  is observed for permalloy thin film after addition of silver atoms with concentration  $c_{\text{Ag}} = 63$  at.%. The isotropic nature of magnetoresistance preserved after annealing to 500 K, but its value decreases to  $0.3\%$ . The further increase of the annealing temperature to 600 and 700 K causes the appearance of anisotropy in the sample plane with an exit to saturation at  $B = 50$  mT.

Investigation of the magnetic properties of Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> strips at thickness 30 nm has shown that the shape of magnetic hysteresis loops and the value of coercivity essentially depend on the width and length of the sample with its constant thickness. The change of the sample size from  $350 \times 7$  to  $7 \times 70$   $\mu\text{m}$  accompanied by the change in angle dependence  $M(B)$  and a corresponding reduction in the value of  $B_c$  twice.

The general trend of resistivity and temperature coefficient of resistance (TCR) for thin films based on Fe and Ag or Au obtained. In all cases, the value of  $\rho$  decreases with increasing  $d$  going to the asymptotic value; at the same time. The value of  $\beta$ , which is inversely proportional to  $\rho$ , increases with increasing thickness, also gradually proceeding to saturation. The analysis of the temperature dependence

of resistivity and TCR for functional films based on Fe and Ag or Au and Py and Ag showed that the change in concentration of the noble metal most significantly affects on the thermoresistive properties of (Au + Fe)/S films. That is a result of the phase transition from s.s. Au(Fe) to s.s.  $\alpha$ -Fe(Au) at the  $c_{\text{Au}}$  changing at the condensation stage. In this case, the influence of heat treatment on temperature dependence of resistivity at different Au atoms concentrations is different. At  $c_{\text{Au}} = 20 - 65$  at.% the value of  $\rho$  during heat treatment process stay practically unchanged. For thin films with  $c_{\text{Au}} = 65$  at.%, the temperature dependence of  $\rho$  is linear yet at the first cycle “heating  $\leftrightarrow$  cooling” in the range of  $T = 300 - 600$  K.

It is shown that the concentration dependences of the resistivity and TCR for film systems (Fe + Ag)/S and (Fe + Au)/S characterized by the presence of the maxima and minima, respectively, at  $c_{\text{Ag}} = 30$  at.% for samples based on Fe and Ag and at  $c_{\text{Au}} = 75$  at.% for films based on Fe and Au.

Based on analysis of literature data and our research results of the tensorial properties of Fe, Py, Ag and Au thin films shown that the value of  $(\gamma)_{\text{int}}$  for ferromagnetic materials increasing with the increasing, while the size dependence of noble films characterized by a gradual reduction of the  $(\gamma)_{\text{int}}$  with increasing  $d$ . The analysis of tensorial properties of thin film systems based on Fe and Ag or Au and Py and Ag indicate that a certain role should be played not only by the structural changes that occur in the film during deformation but also by the concentration effect. Since the components of the studied samples Fe, Py, Ag, and Au have different types of crystalline structure (Fe and Py thin films nanodispersed, and films Ag and Au are polycrystalline), then the distribution of crystallites and their average size for thin film based on them are changed depending on the component concentration.

The analysis of the concentration dependences of the integral coefficient of strain sensitivity showed that for (Fe + Ag)/S (Py + Ag)/S and (Fe + Au)/S with thickness  $d = 20$  nm the increase of Ag or Au atom concentration leads to the increase of  $(\gamma)_{\text{int}}$  from 2 to 37 (at  $c_{\text{Ag}} = 35$  at.%), from 2 to 52 (at  $c_{\text{Ag}} = 40$  at.%), and from 2 to 14 units (at  $c_{\text{Au}} = 35$  at.%), respectively.

**Keywords:** film systems, ferromagnetic and noble metals, layered and simultaneous condensation, solid solution, magnetoresistance, thermal coefficient of resistance, strain coefficient, Kerr effect.

### **The publication list of the applicant of PhD thesis**

#### **1. Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати**

1. A comprehensive investigation of electrophysical and magnetoresistive properties of thin films based on permalloy and silver / I. M. Pazukha, **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz // Materials Research Express. – 2018. – V.5, №10. – P.106409–106416.
2. Strain Properties of Thin Film Nanostructures Based on Permalloy and Silver / D. O. Shuliarenko, **O. V. Pylypenko**, K. V. Tyschenko, I. M. Pazukha, L. V. Odnodvoretz // Journal of Nano- and Electronic Physics. – 2018. – V.10, №1. – P.01010-1 – 01010-4.
3. The concentration anomaly of strain coefficient binary film system based on Au and Fe atoms / **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz, M. O. Shumakova, I. Yu. Protsenko // Problems of Atomic Science and Technology. – 2016. – №5(105). – P. 131 – 135.
4. Electrophysical and Magnetoresistive Properties of the Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> Thin Film Alloy / **O. V. Pylypenko**, I. M. Pazukha, A. S. Ovrutskyi, L. V. Odnodvoretz // Journal of Nano- and Electronic Physics. – 2016. – V.8, №3. – P.03022-1 – 03022-45.
5. Structural-phase state, magnetoresistive and magnetic properties of permalloy films / Ia. M. Lytvynenko, I. M. Pazukha, **O. V. Pylypenko**, V. V. Bibyk // Metallofiz. Noveishie Tekhnol. – 2015. – V.37, №10. – C.1377 –1393.
6. Phase composition and electrophysical properties of iron films / S. I. Vorobiov, L. V. Odnodvoretz, **O. V. Pylypenko**, A. M. Chornous // Nanosystems, nanomaterials, nanotechnology. – 2012. – V.10, №4. – P.829 – 840.
7. Phase composition and thermoresistive properties of film systems on the basis on Ge/Fe and Ag/Fe / O. V. Vlasenko, **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz //

Nanosystems, nanomaterials, nanotechnology. – 2012. – V.10, №3. – P.511 – 518.

8. Quadratic magneto-optical effects in two-dimensional permalloy particles investigated by scanning X-ray microscopy / S. A. Nepijko, **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoret, E. Kisker, H. J. Elmers, G. Schönhense // Applied Physics A. – 2012. – V.111, №2. – P.557 – 561.

## **2. The scientific works of an approbatory character**

9. Magnetoresistive properties of Ni/Bi/Ni three-layer films / P. S. Otich, D. V. Podumerne, S. I. Vorobiov, **O. V. Pylypenko** // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2017»] Sumy: SSU. – 2017. – P.93.

10. Magnetoresistive properties of film sensitive sensors based on Fe and Ag or Au / S. O. Volkov, **O. V. Pylypenko**, O. P. Tkach, L. V. Odnodvoret // Materials and Program of the 7th International Scientific and Technical Conference "SEMST-7", Odessa. – 2016. – P.123.

11. Crystal structure and physical properties of single-layered films based on the atoms Au and Fe. I. Phase composition / **O. V. Pylypenko**, H. M. Polozhiy, L. V. Odnodvoret // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2016»], Sumy: SSU. – 2016. – P. 171 – 172.

12. Crystal structure and physical properties of single-layered films based on the atoms Au and Fe. II. Tensoresistive properties/ **O. V. Pylypenko**, H. M. Polozhiy M. O. Shumakova // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2016»], Sumy: SSU. – 2016. – P.173.

13. Thermal and magnetoresistive properties of multilayered films based on Fe and Au / **O. V. Pylypenko**, S. O. Volkov, A. M. Panyuta // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2015»], Sumy: SSU. – 2015. – P.116.

14. Control of thickness by the method of a quartz resonator at simultaneous condensation of metals from two sources / **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoret // IV Interregional Scientific and Practical Conference of Young Scientists "Modern Problems of Experimental and Theoretical Physics", Sumy: Makarenka SSPU. –



2014. – P.112.

15. Magnetoresistive properties of granular film alloys based on Fe i Ag as sensitive elements of sensors / **O. V. Pylypenko**, M. M. Korolov, L. V. Odnodvoretz // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2013»], Sumy: SSU. – 2013. – P. 128.

16. Electrophysical, magnetoresistivity andm magneto-optical properties of multilayer materials based on nanocrystalline and amorphous films / S. Nepijko, L. V. Odnodvoretz, **O. V. Pylypenko**, A. I. Saltykova, O. P. Tkach, O. V. Vlasenko // Proceedings of International Conference«Nanomaterials: Application & Properties-2012». – 2012. – V.1. – P.03TF10(1) – 03TF10(4).

17. Magneto-optic properties of multilayer film systems with giant magnetoresistance / D. M. Kondrakhova, **O. V. Pylypenko**, Yu. M. Shabelnyk, L. V. Odnodvoretz, I. Yu. Protsenko // Book of abstracts of International Conference «CNM-3». – Uzhhorod, 2012. – P. 54.

18. Magnetic properties of two-dimensional permalloy particles / S. A. Nepijko, L. V. Odnodvoretz, **O. V. Pylypenko**, I. O. Shpetnyi, Yu. M. Shabelnyk, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012». – Lviv, Ukraine. – 2012. – P.D33.

19. Magnetic properties investigation of nanoparticles ensembles based on solid solutions with FePt oxide shell / I. O. Shpetnyi, Ya. M. Lytvynenko, **O. V. Pylypenko**, I. Yu. Protsenko, S. A. Nepijko, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012», Lviv, Ukraine. – 2012. – P.E17.

20. The temperature coefficient of resistance of films based on Fe and Ag / **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz, S. V. Chernov // Materials and program of the scientific and technical conference [«Physics, electronics, electrical engineering – 2011»], Sumy: SSU. – 2011. – P. 103.

## ЗМІСТ

|   | стор. |
|---|-------|
| <b>ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ</b> .....  | 21    |
| <b>ВСТУП</b> .....  | 22    |
| <b>РОЗДІЛ 1. ФУНКЦІОНАЛЬНІ ПЛІВКОВІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ<br/>МАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ<br/>(ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)</b> .....  | 27    |
| 1.1 Кристалічна структура і фазовий склад двокомпонентних плівок.....   | 28    |
| 1.2 Електромеханічні властивості та температурна залежності електричного<br>опору .....   | 35    |
| 1.3 Магніторезистивні властивості функціональних матеріалів на основі<br>магнітних і благородних металів .....  | 40    |
| Висновки до розділу 1.....  | 47    |
| <b>РОЗДІЛ 2. МЕТОДИКА ФОРМУВАННЯ ЗРАЗКІВ І ПРОВЕДЕННЯ<br/>ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ</b> .....  | 48    |
| 2.1. Прилади і обладнання для формування і дослідження нанорозмірних<br>плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au методами пошарової та<br>одночасної конденсації..... | 49    |
| 2.2. Методика дослідження температурної залежності питомого опору,<br>термічного коефіцієнту опору та коефіцієнта тензочутливості .....                                     | 54    |
| 2.3. Методика проведення досліджень магніторезистивних, магнітних та<br>магнітооптичних властивостей .....  | 58    |
| 2.4 Дослідження фазового складу і кристалічної структури.....   | 65    |
| 2.4.1. Застосування методів електронографії та просвічувальної<br>електронної мікроскопії .....   | 65    |
| 2.4.2. Метод енерго-дисперсійного аналізу (ЕДА) .....   | 66    |
| Висновки до розділу 2.....  | 68    |
| <b>РОЗДІЛ 3. КРИСТАЛІЧНА СТРУКТУРА І ФАЗОВИЙ СКЛАД<br/>ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І<br/>БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ</b> .....   | 69    |

|   |            |
|---|------------|
| 3.1 Кристалічна структура і фазовий склад одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au.....  | 69         |
| 3.2 Плівкові системи на основі Fe та Ag абоAu .....   | 78         |
| 3.3 Плівкові системи на основі Fe, Ni та Ag .....   | 87         |
| 3.4. Аналіз елементного складу .....  | 92         |
| Висновки до розділу 3.....  | 95         |
| <b>РОЗДІЛ 4. МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ, МАГНІТНІ ТА МАГНІТООПТИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ФУНКЦІОНАЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ.....</b> | <b>96</b>  |
| 4.1 Магніторезистивні і магнітооптичні властивості плівкових систем на основі Fe і Ag, одержані методом пошарової конденсації компонент ...             | 96         |
| 4.1.1. Особливості магніторезистивних властивостей .....  | 96         |
| 4.1.2 Магніто-оптичні властивості .....   | 102        |
| 4.2 Розмірні і концентраційні ефекти в магнітоопорі плівкових систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П, осаджених методом одночасної конденсації компонент .....   | 107        |
| 4.3 Вплив режиму температурної обробки зразків на величину магнітоопору функціональних елементів на основі Fe і Ag або Au .....                         | 114        |
| 4.4. Магніторезистивні властивості плівкових систем на основі Ru і Ag .....   | 117        |
| 4.4.1 Магніторезистивні та магнітні властивості тонких плівок сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ .....   | 117        |
| 4.4.2 Магнітні властивості структурованих плівок пермалою $Ni_{80}Fe_{20}$ ...  | 120        |
| 4.4.3 Вплив домішки Ag на магніторезистивні властивості тонких плівок сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$ .....   | 122        |
| Висновки до розділу 4.....  | 129        |
| <b>РОЗДІЛ 5 ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК ФУНКЦІОНАЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ.....</b>                          | <b>130</b> |
| 5.1 Терморезистивні властивості функціональних матеріалів .....   | 130        |

|   |     |
|---|-----|
| 5.1.1 Особливості терморезистивних властивостей одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au .....   | 130 |
| 5.1.2 Концентраційні ефекти в терморезистивних властивостях плівкових систем на основі Fe і Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент ..... | 138 |
| 5.1.3 Терморезистивних властивостях плівкових систем на основі Ru і Ag, осаджених методом одночасної конденсації компонент .....                                | 145 |
| 5.2 Тензорезистивні властивості .....   | 147 |
| 5.2.1 Тензоефект в одношарових плівках Fe, Ru, Ag та Au .....   | 147 |
| 5.2.2 Концентраційні ефекти в тензорезистивних властивостях плівок на основі Fe і Ru та Ag або Au отриманих методом одночасної конденсації компонент .....      | 149 |
| Висновки до розділу 5 .....   | 157 |
| <b>ВИСНОВКИ</b> .....   | 158 |
| <b>ПРИМІТКИ</b> .....   | 160 |
| <b>СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ</b> .....   | 161 |
| <b>ДОДАТОК А</b> .....  | 177 |

**ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ**

СЗРЕ – спін-залежним розсіюванням електронів;

ГМО – гігантський магнітоопір;

АМО – анізотропний магнітоопір;

МОКЕ – магніто-оптичний ефект Керра;

т.р. – тверді розчини;

ТКО – термічний коефіцієнт опору;

ПЕМ – просвічувальна електронна мікроскопія;

ГЦК – гранецентрована кубічна решітка;

ГЦП – гексагональна щільно-пакована решітка;

ОЦК – кубічна об'ємноцентрована решітка;

МО – магнітоопір;

КТ – коефіцієнт тензочутливості;

ТТП – теоретична модель Тельє, Тоссе і Пішар;

СДВП – середня довжина вільного пробігу;

Рy – Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> (сплав пермалою);

*a, c* – параметри кристалічної ґратки;

L – середній розмір зерен;

МЗ – межа зерна;

Вс – коерцитивна сила;

Вs – поле насичення;

## ВСТУП

**Актуальність теми.** Вивчення фізичних властивостей плівкових систем на основі феромагнітних і благородних металів залишається актуальною тематикою як фізики твердого тіла, так і матеріалознавства мікроелектроніки. У зв'язку з цим до таких матеріалів ставлять високі технологічні вимоги: термічна стійкість структурно-фазового складу і стабільність або, навпаки, чутливість робочих характеристик до дії температури, деформації, магнітного поля тощо. Досягти цього можна насамперед підібравши метод (пошарова або одночасна конденсація компонент) та умови формування (тиск у вакуумній камері, швидкість конденсації, температура підкладки) плівкових матеріалів, а також змінюючи товщину чи концентрацію атомів окремих компонент системи. Широке використання явища гігантського магнітоопору (ГМО) у приладобудуванні спричинило нову хвилю як експериментальних, так і теоретичних досліджень властивостей плівкових систем із спин-залежним розсіюванням електронів.

На сьогодні досить детально вивчені магнітні властивості плівкових систем на основі Fe, Ni, Ag і Au. Поряд із цим маловивченими залишаються електрофізичні (питомий опір, термічний коефіцієнт опору – ТКО, коефіцієнт тензочутливості – КТ), магніторезистивні (магнітоопір – МО, анізотропний магнітоопір – АМО), магнітооптичні (ефект МОКЕ) властивості та їх концентраційні й розмірні залежності для плівкових систем на основі феромагнітних і благородних металів, в яких формуються тверді розчини (т. р.).

Із вище зазначеного випливає доцільність комплексного дослідження кристалічної структури, фазового складу, розмірної, концентраційної й температурної залежностей електрофізичних, магніторезистивних та магнітооптичних властивостей плівкових систем на основі феромагнітних металів і сплавів (Fe, Ni) та благородних (Ag і Au) металів.

**Зв'язок роботи із науковими програмами, планами, темами.** Дисертаційна робота виконана на кафедрі електроніки, загальної та прикладної фізики Сумського державного університету в рамках держбюджетних тем:

«Термостабільні металеві спін-клапани для реалізації спінових каналів в компонентах гнучкої сенсорної електроніки» (2017–2020 рр.) № 0117U003925; «Вплив процесів гранулізації і спін-залежного розсіювання електронів на фізичні властивості плівкових твердих розчинів» (2015–2017 рр.) № 0115U000689 «Електрофізичні і магніторезистивні властивості нанорозмірних плівкових матеріалів із спін-залежним розсіюванням електронів» (2012–2014 рр.), № 0112U00138, та спільного проекту науково-технічного співробітництва «Фазові перетворення, дифузійні процеси і магніторезистивні властивості мультишарів на основі Fe і Pd, Pt або Ag» № М/362–2012 від 20.05.2012 р. між СумДУ та Університетом Барода (м. Ваходара, Індія) (2013–2014 рр.), а також у рамках державної програми МОН України «Навчання студентів і аспірантів та стажування наукових і науково-педагогічних працівників у провідних вищих навчальних закладах та наукових установах за кордоном» згідно з договором між Сумським державним університетом та Інститутом фізики Університету ім. Й. Гутенберга (м. Майнц, Німеччина) в 2011–2012 рр.

Дисертант брав участь у виконанні зазначених НДР як виконавець наукових досліджень та під час підготовки проміжних і заключних звітів.

**Мета і завдання досліджень.** Мета дисертаційної роботи полягала у встановленні загальних закономірностей в електрофізичних, магніторезистивних та магнітооптичних властивостях плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au в умовах розмірних і концентраційних ефектів.

Відповідно до поставленої мети необхідно було вирішити такі технологічні та наукові завдання:

– дослідження впливу методу та умов осадження, термообробки, товщини шарів (концентрації атомів окремих компонент) на структурно-фазовий стан плівок, отриманих методами пошарової або одночасної конденсації;

– установлення відповідності між особливостями кристалічної структури і фазового складу плівкових систем на основі феромагнітного металу (Fe), сплаву на основі Fe і Ni (Pу) та благородних металів Ag або Au з їх фізичними властивостями з урахуванням методу отримання, умов конденсації та

термообробки;

– проведення досліджень розмірних, температурних і концентраційних ефектів у МО, ТКО та КТ із точки зору практичного застосування плівкових систем на основі феромагнітних і благородних металів.

**Об'єкт дослідження** – процеси фазоутворення, розмірні й концентраційні ефекти в електрофізичних і магніторезистивних властивостях плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au.

**Предмет дослідження** – структурно-фазовий стан, електрофізичні, магніторезистивні та магнітооптичні властивості плівкових систем Fe/Ag, Fe/Au, Ru/Ag і (Fe + Ag), (Fe + Au) та (Ru + Ag).

**Методи дослідження:** одночасна та пошарова вакуумна конденсація металів термічним та електронно-променевим методами, просвічувальна електронна мікроскопія (ПЕМ) та електронографія, енергодисперсійний рентгенівський мікроаналіз (РМА), високоточна резистометрія для вимірювання магнітоопору, ТКО та КТ із використанням автоматизованих систем управління експериментом, вимірювання МОКЕ під час дослідження магнітооптичних та магнітних властивостей.

**Наукова новизна одержаних результатів.** Проведені в роботі комплексні дослідження взаємозв'язку кристалічної структури, фазового складу та електрофізичних, магніторезистивних і магнітооптичних властивостей функціональних плівкових матеріалів на основі Fe, сплаву Ru та Ag або Au дозволили одержати такі нові наукові результати:

1. Уперше встановлено, що в плівкових системах на основі Fe і Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації металів, уже на стадії конденсації відбувається формування неупорядкованих обмежених твердих розчинів: в системі (Fe + Ag)/П (П-підкладка) тверді розчини формуються на основі ГЦК ґратки Ag; в системі (Fe + Au)/П залежно від концентрації атомів Fe стабілізується ГЦК т. р. Au(Fe) ( $c_{\text{Fe}} < 55$  ат.%) та квазіаморфний або ОЦК т. р.  $\alpha$ -Fe(Au) ( $c_{\text{Fe}} = 65\text{--}85$  ат.%).

2. Уперше показано, що при заміні шару Fe на шар феромагнітного сплаву пермалою в системах на основі Ru і Ag відбувається істотне зростання



диференціального коефіцієнта поздовжньої тензочутливості до 20 – 60 одиниць, а фазовий склад плівок відповідає ГЦК-Ni<sub>3</sub>Fe + ГЦК-Ag як після конденсації, так і після відпалювання до 700 К.

3. Установлено, що для плівок на основі Fe і Au, сформованих методом одночасної конденсації, при  $c \cong 45$  ат.% Au відбувається перехід з ізотропного МО з ознаками ГМО до анізотропного МО, що пов'язано із структурним переходом т.р. Au(Fe)  $\rightarrow$  т.р.  $\alpha$ -Fe(Au).

4. Уперше одержані концентраційні залежності ТКО та МО, які показали, що максимальні значення МО (1,5–2,5%) та мінімальні - ТКО (0,8–1,0)  $\cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$  спостерігаються при концентрації атомів благородного металу від 65 до 70 ат.%, що говорить про можливість практичного застосування таких плівкових матеріалів, як температурно-стабільних функціональних елементів сенсорів магнітного поля.

**Практичне значення отриманих результатів.** Одержані експериментальні результати досліджень поглиблюють розуміння впливу процесів фазоутворення на величину і стабільність робочих характеристик плівкових систем як приладових структур. Удосконалено методику отримання твердих розчинів методом одночасної конденсації з подальшою термічною обробкою, що дало можливість отримати стабільні робочі характеристики функціональних плівкових матеріалів на основі феромагнітних і благородних металів. Крім того результати досліджень магніторезистивних і магнітооптичних властивостей плівок дало можливість визначити оптимальну концентрацію однієї з компонент та загальну товщину системи для використання їх як високоефективних чутливих елементів сенсорів. Отримані розмірні залежності електрофізичних властивостей дають більш глибокі уявлення про процеси фазоутворення і кристалічну структуру плівкових систем.

**Особистий внесок здобувача** полягає у самостійному пошуку і аналізі літературних джерел, проведенні наукових досліджень. Автор особисто отримував зразки, проводив дослідження структурно-фазового стану, електрофізичних, магніторезистивних і магнітооптичних властивостей, обробку

та інтерпритацію отриманих результатів. Постановку задач досліджень і узагальнення результатів зроблено разом із науковим керівником д-м. фіз.-мат. наук, проф. Одноворець Л.В. В обговоренні результатів досліджень брали участь проф. Проценко І.Ю., доц. Чешко І.В. та доц. Пазуха І.М. Автором особисто підготовлено тексти статей [112, 138] та тези доповідей [122,131,135-137,139], окремі розділи статей [109,111,121,129]. Основні наукові результати доповідались особисто автором на наукових семінарах і конференціях. Усі наукові положення і висновки, що винесені на захист, належать авторові дисертації.

**Апробація результатів дисертації.** Основні наукові та практичні результати роботи оприлюднені та обговорені на таких конференціях: Міжнародній науково-технічній конференції «СЕМСТ-7» (м. Одеса, 2016 р.); Міжрегіональній науково-практичній конференції молодих учених «Сучасні проблеми експериментальної та теоретичної фізики» (м. Суми, 2014 р.); науково-технічних конференціях «Фізика, електроніка, електротехніка» (м. Суми, 2011, 2013–2017 рр.); Міжнародній конференції студентів і молодих науковців із теоретичної та експериментальної фізики «ЕВРИКА» (м. Львів, 2012 р.); Міжнародній конференції «Clusters and Nanostructured Materials» (м. Ужгород, 2012 р.); Міжнародній конференції «Nanomaterials: Applications and Properties» (м. Алушта, 2012 р.); 5-й Міжнародній науковій конференції «Фізико-хімічні основи формування і модифікації мікро- і наноструктур» (Харків, 2011 р.).

**Публікації.** Результати дисертації опубліковані у 20 працях, серед яких 8 статей, у т.ч. 6 статей, що обліковуються наукометричною базою Scopus, та відносяться до фахових видань України і 12 тез доповідей.

**Структура і зміст роботи.** Робота складається із вступу, п'яти розділів, висновків та списку використаних джерел із 151 найменувань на 20 сторінках. Дисертацію викладено на 179 сторінках, із них 113 сторінок основного тексту; робота містить 79 рисунків і 11 таблиць, зокрема 55 рисунків і 10 таблиць на 40 окремих аркушах.

## РОЗДІЛ 1

### ФУНКЦІОНАЛЬНІ ПЛІВКОВІ МАТЕРІАЛИ НА ОСНОВІ МАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)

Дослідження останніх років, присвячені вивченню особливостей фізичних процесів у плівкових матеріалах на основі магнітних і благородних металів показали, що змінюючи метод (пошарова чи одночасна конденсація компонент), умови формування нанорозмірних структур (тиск у вакуумній камері, швидкість конденсації, температуру підкладки тощо), товщину, послідовність шарів чи концентрацію компонент у системі, використовуючи замість магнітного металу двокомпонентний феромагнітний сплав можна в широких межах контролювати їх магнітні, магніто-, електрофізичні та ін. властивості [1-8]. Різноманітність методів отримання тонкоплівкових систем (магнетронне та високочастотне розпилення, електрохімічне осадження, іонно-променеве випарування та ін.) [9-12] дозволяє формувати структури, товщина окремого шару яких не перевищує декількох моноатомних шарів, та реалізовувати ефекти, які не спостерігаються у масивних матеріалах. Зокрема, формування методом молекулярно-променевої епітаксії надграток типу (001)Fe/(001)Cr дозволило групі вчених під керівництвом А.Ферта відкрити явище ГМО [13], зумовлене СЗРЕ. Відкриття явища ГМО спричинило нову хвилю як експериментальних, так і теоретичних досліджень систем із СЗРЕ, та реалізувати магнітний запис інформації [14, 15].

На сьогоднішній день відомо, що СЗРЕ реалізується у багат шарових плівкових системах загального типу, мультишарах та гранульованих наноструктурах [16]. При цьому продовжується пошук функціональних матеріалів, які задовольняли б додатковим вимогам функціонального характеру, таким як висока чутливості та відтворюваність параметрів [17], а також висока термостабільність [18, 19].

## 1.1 Кристалічна структура і фазовий склад двокомпонентних плівок

Фізичні властивості сучасних функціональних матеріалів (плівкові матеріали на основі металів або напівпровідників, біоматеріали та ін.) суттєво залежать від типу кристалографічної текстури шарів, розміру зерен, крім того дія магнітного поля може змінювати структурні параметри або час синтезу, тому ведуться інтенсивні дослідження структурно-фазового стану як дво-, так і багатокомпонентних систем, акцентуючи увагу на умовах отримання та термообробки зразків [20-22]. Серед матеріалів, які знайшли широке практичне застосування, слід виділити структури на основі феромагнітного матеріалу Fe та благородних металів Ag і Au, сформовані методами пошарової та одночасної конденсації.

Згідно діаграми стану [23] двокомпонентні системи на основі Fe і Ag та Fe і Au у масивному стані характеризуються дуже обмеженою взаємною розчинністю компонент і тому є перспективними матеріалами для формування мультишарів або багатошарових структур загального типу з гладкими інтерфейсами (межами поділу між магнітними і немагнітними шарами). Однак, систематичні дослідження структурно-фазового стану функціональних матеріалів, до складу яких входять феромагнітні та благородні метали, показали, що їх фазовий склад суттєво залежить від метода отримання та умов конденсаційного процесу. Так, наприклад, в роботах [24, 25] було показано, що в системах Co-Ag та Co-Au, які як і системи Fe-Ag та Fe-Au, у масивному стані фактично не перемішуються [23], відбувається формування гранульованого твердого розчину (т.р.) при одержанні зразків методом одночасної конденсації компонент [26]. У випадку ж пошарової конденсації [27, 28] формування т.р. відбувається в процесі термообробки зразків. Авторами роботи [24] на основі аналізу значного обсягу власних та літературних даних був зроблений узагальнюючий висновок стосовно того, що в плівкових системах на основі Co і Ag або Au, отриманих різними методами пошарової конденсації, а також при одночасній конденсації компонент, можливе утворення метастабільних т.р. Ag(Co) або Au(Co) у більшості випадків з елементами гранульованого стану.

Аналізуючи дані для систем Fe-Ag та Fe-Au також можна підібрати методи та параметри конденсації (наприклад, товщину шарів, кількість повторів бішару у мультишарі тощо) таким чином, що в системі будуть реалізовані, як у мови для збереження індивідуальності окремих компонент, так і умови для формування твердих розчинів [29-34].

Так, у роботі [29] було показано, що в мультишарах  $[\text{Fe}/\text{Ag}]_n/\text{П}$ , де  $n$  змінюється в межах від 4 до 60, отриманих за кімнатної температури методом пошарової електронно-променевої конденсації, зберігається індивідуальність окремих шарів та фіксується двофазний склад ГЦК-Ag+ОЦК-Fe (див. рис.1.1а). Про високу якість інтерфейсів у сформованій структурі свідчить cross-section мікроснімок, представлений на рис. 1.1б. Однак, як показали результати роботи [30], як для збереження індивідуальності окремих шарів, так і збереження двофазного складу важливе значення має товщина окремих шарів. Автори роботи [30], використавши в своїх дослідженнях комбінований мультишар, який складається з двох частин (верхньої  $[\text{Ag}(2,6)/\text{Fe}(0,2)]_{75}$  та нижньої  $[\text{Ag}(2,6)/\text{Fe}(1,5)]_{75}$ , товщина в дужках вказана в нм) показали, що при зменшенні товщини шару Fe у мультишарі з 2,6 до 0,2 нм відбувається перехід від шаруватої структури до структури однорідної за об'ємом (рис. 1.2а).

Для реалізації задачі формування однофазної структури на основі Fe та Ag, в роботі [31] був використаний метод імпульсного лазерного осадження на охолоджену до 150 К підкладку Si(111) з природним шаром оксиду  $\text{SiO}_2$ . Граничною концентрацію атомів срібла, за якої відбувається перехід від одно- до двофазного складу є концентрація  $c_{\text{Ag}} = 40$  ат. %.

Можливість формування твердих розчинів в системах на основі Fe та Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент, також вивчалася неодноразово [35-40]. Аналіз даних робіт свідчить про той факт, що фазовий склад зазначених плівкових функціональних матеріалів суттєво залежить від концентрації магнітної і немагнітної компонент.

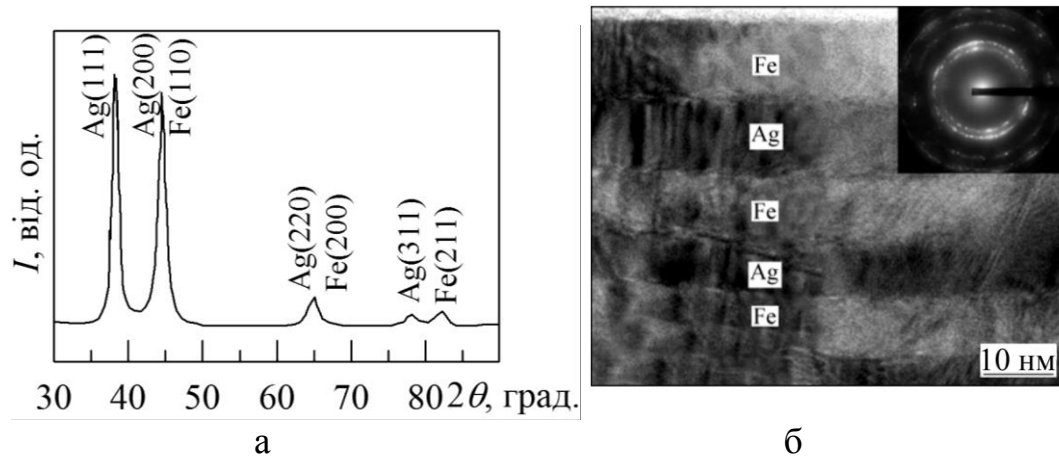


Рис. 1.1. Спектр рентгенівської дифракції (а), cross-section мікрознімків та відповідна дифракційна картина (на вставці) (б) багат шарової плівкової системи  $[Ag/Fe]_n$ . Адаптовано із роботи [29]

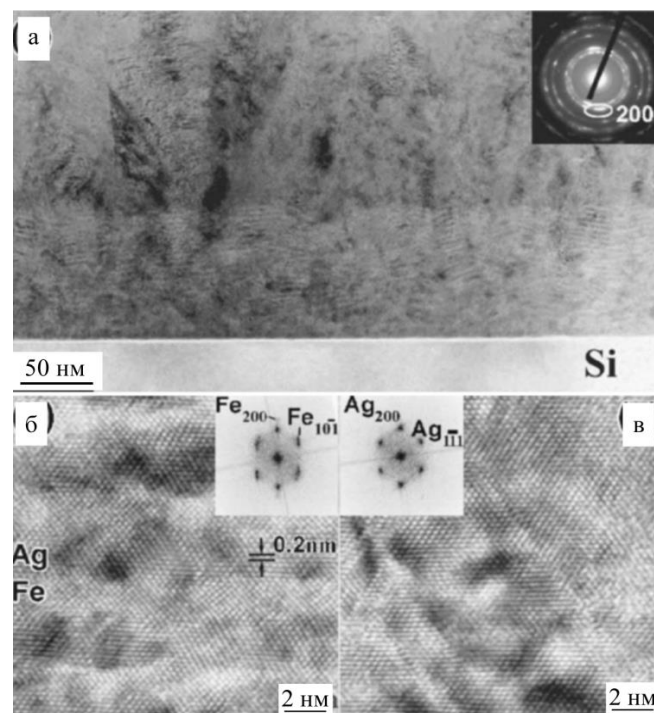


Рис. 1.2. Cross-section мікрознімків комбінованого мультишару  $Ag(2,6)/[Ag(2,6)/Fe(0,2)]_{75}/[Ag(2,6)/Fe(1,5)]_{25}/Ag(2,6)/\Pi$ : світлопольне зображення ділянки межі поділу верхньої та нижньої частин зразка та відповідна дифракційна картина (на вставці) (а), мікрознімки кристалічної структури, отриманої методом просвічувальної електронної мікроскопії високої розрізняювальної здатності від нижньої (б) та верхньої (в) частини мультишару. Адаптовано із роботи [30]

Авторами роботи [38] була отримана серія нанорозмірних кластерів з концентрацією атомів заліза  $c_{\text{Fe}} = 79, 65, 53$  та  $33$  ат.%. Всі кластери, згідно даним отриманим за допомогою метода просвічувальної електронної мікроскопії високої розрізняювальної здатності монокристалічні, а їх середній розмір становить  $(4,0 \pm 2,6)$ ,  $(6,6 \pm 3,3)$ ,  $(5,7 \pm 2,7)$  та  $(4,8 \pm 1,5)$  нм при  $c_{\text{Fe}} = 79, 65, 53$  та  $33$  ат.%. (позиція 1 на рис. 1.3). Отже середній розмір кластерів залежить від концентрації магнітного матеріалу у зразку, досягаючи свого максимуму при  $c_{\text{Fe}} = 65$  ат.%. Стосовно фазового стану зразків, то аналіз дифракційних картин (позиція 2 на рис. 1.3) свідчить про те, що, незалежно від вмісту компонент, нанорозмірні кластери мають однофазний склад: зразки з вмістом заліза  $79$  та  $65$  ат.% мають ОЦК структуру з параметром ґратки  $a = 0,330$  та  $0,339$  нм відповідно; зразки з вмістом заліза  $53$  та  $33$  ат.% – ГЦК структуру з  $a = 0,415$  та  $0,427$  нм відповідно. Слід відмітити, що в усіх випадках величина параметра ґратки є значно більшою ніж передбачалося за правилом Вегарда.

Отже, утворення однофазної структури з різним типом кристалічної ґратки свідчить про взаємну розчинність як атомів Au в ґратці Fe, так і атомів Fe в ґратці Au. При цьому відбувається зміна типу кристалічної ґратки з ОЦК на ГЦК під час збільшенні вмісту немагнітної компоненти [38].

Цікавим є той факт, що в системах на основі Fe та Au як при пошаровій [41], так і при одночасній конденсації [42] можливе утворення упорядкованої фази  $L1_0$ , за рахунок зміни режимів термообробки та температури підклади в процесі осадження зразків.  $L1_0$  фаза з параметрами ґратки  $a = 0,367$  та  $c = 0,360$  нм формується у нанокластерах, які після витримки за  $900$  К протягом  $15$  хв. були повільно охолоджені до кімнатної температури [42]. Середній розмір таких кластерів становить величину меншу за  $10$  нм. Формування фази  $L1_0$  відбувається з вихідної ГЦК фази, яка утворюється в зразках після конденсації. Параметр ґратки вихідної ГЦК фази дорівнює  $0,417$  нм, що значно перевищує табличні дані як для ГЦК-Au, так і для  $\gamma$ -Fe. Таке значне зростання параметра ґратки автори роботи [42] пов'язують з високою дефектністю структури кластерів. Концентраційний склад кластерів у

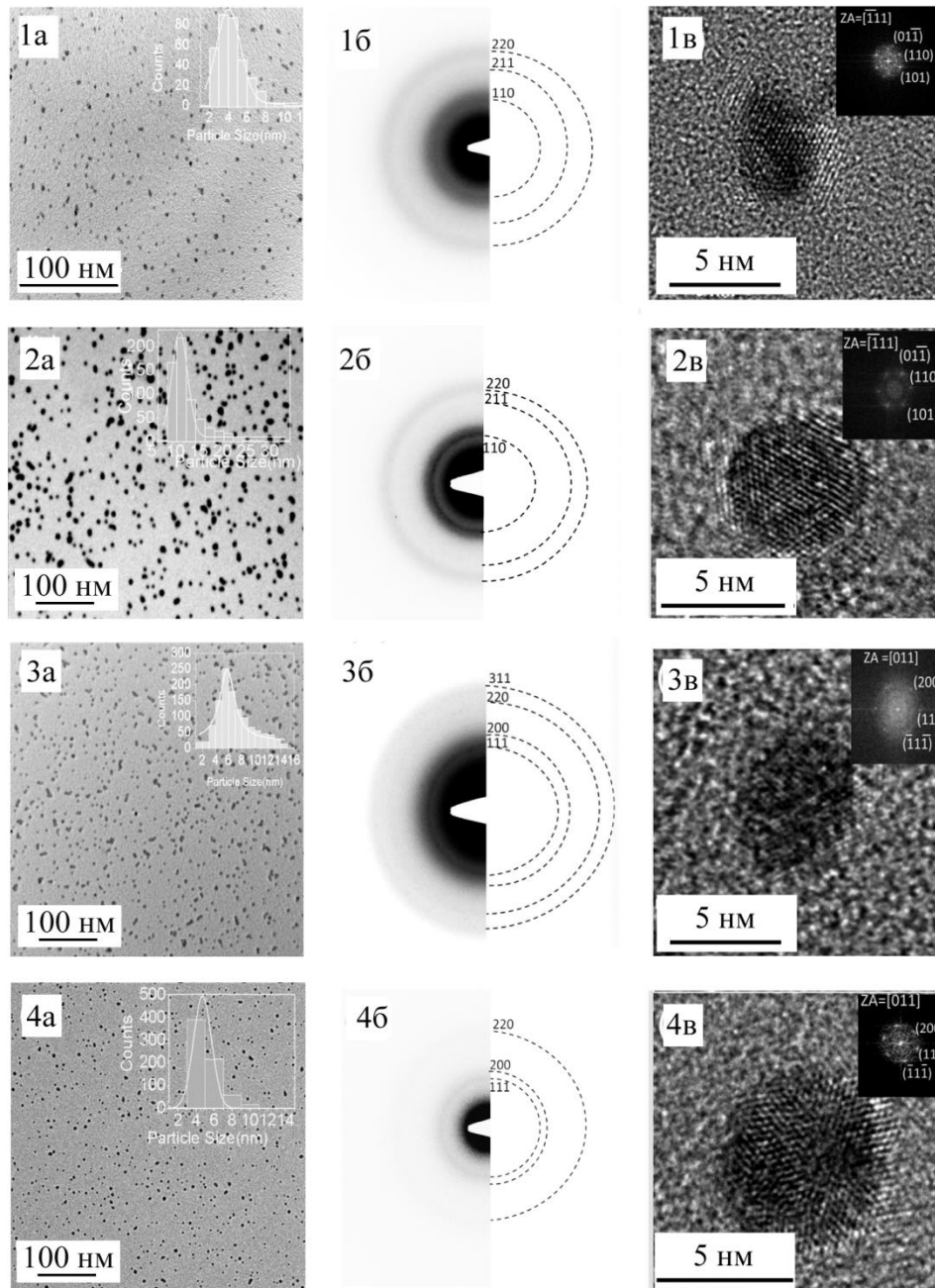


Рис. 1.3. Мікроснімки кристалічної структури та розподіл кластерів в об'ємі зразків (а1, б1, в1, г1); відповідні дифракційні картини (а2, б2, в2, г2) та мікроснімки, зроблені з використанням методу просвічувальної електронної мікроскопії високої розрізняювальної здатності (а3, б3, в3, г3) при концентрації  $c_{\text{Fe}} = 79$  (а), 65 (б), 53 (в) та 33 ат.%. Адаптовано із роботи [38]



даному випадку відповідає 51 ат.% Fe та 49 ат. % Au. Процес високотемпературного відпалювання до 600 °C приводить до заліковування структурних дефектів, формування фази  $L1_0$ , а самі кластери при цьому залишаються монокристалічними.

Досить часто альтернативою використання феромагнітних металів під час формування функціональних матеріалів електроінки стають двокомпонентні феромагнітні сплави, оскільки актуальним є формування функціональних матеріалів з низькою коерцитивністю, високим полем насичення (до 2 Тл), легкою контрольованістю магнітної анізотропії при слабких полях, а також темостабільністю у широкому температурному діапазоні [43, 44].

Серед магнітомяких сплавів на основі Ni та Fe, у залежності від фазового складу, виділяють три концентраційні області: пермалоеві сплави при концентрації атомів Fe ( $c_{Fe}$ ) до 50 ат.%; інвари при  $c_{Fe}$  до 64 ат. % та сплави при  $c_{Fe} \cong 75$  ат. %. Зупинимося більш детально на аналізі структурно-фазового стану плівок пермалою. Згідно літературних даних для плівок пермалою отриманих методом магнетронного розпилення [45], одночасної вакуумної конденсації резистивним методом [46, 47], методами електролітичного осадження [48, 49], механічного сплавлення [50, 51] та епітаксії [52, 53] їх фазовий склад також відповідає ГЦК- $Ni_3Fe$  із параметром ґратки  $a = (0,354 - 0,359)$  нм у діапазоні концентрацій  $c_{Ni} = (50 - 80)$  ат.%. Узагальнена залежність параметра ґратки свіжесконденсованих плівок пермалою, отриманих різними методами, від концентрації атомів Ni представлена на рис. 1.4а. Аналіз електронogram для плівок  $Ni_xFe_{1-x}$  з концентрацією  $c_{Ni} = (50 - 80)$  ат.%, відпалених до 900 К (рис. 1б), свідчить про те, що дифракційні картини відповідають фазі ГЦК- $Ni_3Fe$  з параметром  $a(Ni_3Fe) = (0,355 - 0,358)$  нм. Тобто в процесі термовідпалювання не залежно від концентрації атомів нікелю змін у фазовому складі плівок пермалою не відбувається. Хоча, необхідно відмітити, що при термовідпалюванні до температур  $T_B > 900$  К на електронogram спостерігалися лінії слабкої інтенсивності, що відповідають фазам  $Fe_2O_3$  і  $Fe_3O_4$ .

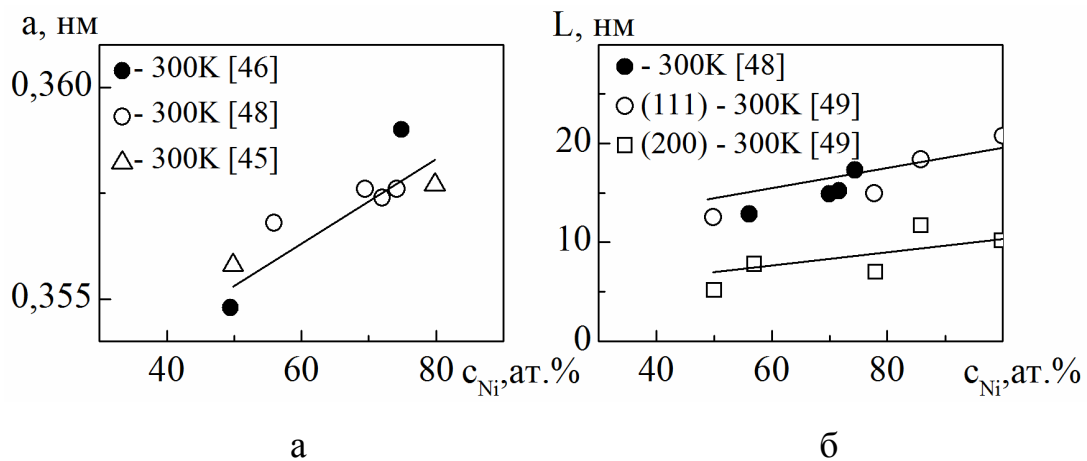


Рис. 1.4. Залежність параметра ґратки (а) і середнього розміру зерна (б) для свіжосконденсованих плівок пермалою від концентрації атомів Ni. Суцільні лінії на позиції (б) відповідають усередненим лініям розподілу розмірів зерен, розрахованих на основі ширини піків рентгенограм для кристалітів з орієнтацією (111) і (200) відповідно для електролітично осаджених плівок пермалою. Адаптовано із роботи [49]

У роботах [54, 55] показано, що при відпалюванні у температурному інтервалі (300-1500) К можливе утворення оксидів  $Fe_3O_4$ ,  $Fe_2O_3$  і  $FeO$ . Детальний аналіз впливу температури підкладки, яка змінювалася у межах від 300 до 673 К, на фазовий стан плівок  $Ni_{80}Fe_{20}$ , отриманих методом магнетронного розпилення, був проведений у роботі [45] та показано, що незалежно від температури підкладки, зразки мають ГЦК ґратку з параметром, який залишається незмінним і становить 0,356 нм. Згідно [45], процес відпалювання в інтервалі температур (300-973) К також не спричинює змін у фазовому складі.

Аналіз результатів досліджень кристалічної структури плівок пермалою з різною концентрацією компонент показав, що свіжосконденсовані зразки мають типову для магнітних матеріалів дрібнодисперсну лабіринтну структуру з середнім розміром зерна, який не перевищує 20 нм і зростає при збільшенні  $c_{Ni}$  (рис. 1.4б). У процесі відпалювання відбувається зростання середнього розміру кристалітів до (40-50) нм [45, 47], що свідчить про незалежність структурно-фазового складу плівок пермалою від метода одержання.

## 1.2 Електро­механічні вла­стивості та тем­пе­ратурна залеж­ності елек­тричного опору

Функціональні матеріали на основі Fe, пермалоевих сплавів  $Ni_xFe_{1-x}$  та Ag або Au інтенсивно досліджуються протягом останніх років у першу чергу завдяки їх магнітним та магніторезистивним вла­стивостям (мова про них піде у наступному пункті даного розділу). У зв'язку з цим кількість робіт, присвячених вивченню їх електро­механічних вла­стивостей або, наприклад, тем­пе­ратурної залеж­ності опору, є обмеженою. Однак, слід зазначити, що і електро­механічні і терморезистивні вла­стивості систем на основі феромагнітних та благородних матеріалів є важливими з точки зору їх практичного застосування. У роботах [56-58] показано, що електро­механічні вла­стивості одношарових феромагнітних плівок Fe, сплавів пермалою  $Ni_xFe_{1-x}$  та благородних металів Ag і Au суттєво відрізняються. При цьому, комбінуючи дані матеріали можна реалізувати різний структурно-фазовий стан. Отже, в даних структурах можна змінювати їх електро­механічні вла­стивості у широких межах, змінюючи концентрацію компонент у системі під час одночасної конденсації або товщину та кількість шарів при пошаровій конденсації.

Коротко зупинимося на особливостях тензорезистивних вла­стивостей одношарових плівок Fe,  $Ni_xFe_{1-x}$ , Ag та Au. Перш за все зазначимо, що згідно [59] кількісною характеристикою тензорезистивного ефекту є інтегральний  $(\gamma)_{int}$  і диференціальний  $(\gamma)_{dif}$  КТ.

1. Результати розрахунків величини  $(\gamma)_{int}$ , показали, що величина інтегрального КТ для плівок Fe товщиною  $d = (7 - 65)$  нм при деформації до 1% Fe змінюється у межах від 2,3 до 5 одиниць, в той час як величина  $(\gamma)_{int}$  для плівок Ag при  $d = (25 - 80)$  нм не перевищує 2 одиниць, а у випадку плівок Au – 2 одиниць.

2. Характер розмірної залеж­ності  $(\gamma)_{int}$  плівкових сплавів пермалою  $Ni_xFe_{1-x}$  для діапазону концентрацій  $c_{Ni} = (50-75)$  ат.% і товщин  $d = (5 - 80)$  нм суттєво залежить від концентрації атомів компонент сплаву. Якщо у випадку

$c_{Ni} = 75$  ат. % розмірна залежність інтегрального коефіцієнта тензочутливості практично лінійна, то у випадку проміжних концентрацій ( $c_{Ni} = 36$  ат. %) відбувається зміна кута її нахилу. Особливо яскраво це виражено при деформації до 2%. Також треба зазначити, що для діапазону  $c_{Ni} = (50-75)$  ат. % зберігається тенденція зростання величини  $\gamma_l$  при збільшенні товщини з виходом на насичення.

3. Для плівок Ag та Au при деформації до 1% не відбувається перехід від пружної до пластичної деформації, в той час як для плівок Fe відбувається поступове зменшення значення межі переходу ( $\varepsilon_{п}$ ) від пружної до пластичної деформації у межах (0,40-0,25) % при збільшенні товщини зразків від 7 до 65 нм.

4. Розмірна залежність КТ для одношарових плівок Ag та Au типова для одношарових плівок металів [56], тобто при збільшенні  $d$  відбувається поступове зменшення  $(\gamma)_{int}$ . Розмірна залежність для плівки Fe характеризується різким зростання величини інтегрального КТ при  $d > 30$  нм, що згідно [57] пов'язано з різними механізмами протікання пластичної деформації.

В той же час автори роботи [60], дослідивши явище розмірного ефекту в пластичності плівок Au в інтервалі  $d = (0,2-1)$  мкм, на основі отриманих деформаційних діаграм встановили, що перехід від пружної до пластичної деформації для плівок золота становить (0,05-0,15) %.

У роботі [61] проведені дослідження впливу величини середнього розміру зерна  $L$  на механічні властивості плівок Au, товщина яких змінювалася в діапазоні від 0,2 до 2 мкм. Показано, що коли розмір зерен становить величину більшу за 1,5 мкм, плівки Au мають механічні властивості аналогічні зразкам у масивному стані. При  $L < 0,5$  мкм спостерігається сильна залежність механічних властивостей плівок Au від швидкості деформації.

Дослідження механічних властивостей мультишарів Fe/Ag у залежності від товщини бішару у загальній структурі методом наноіндентування було проведено у роботі [29]. Було показано, що при зменшенні товщини бішару з 4

до 60 нм відбувається збільшення твердості мультишарів Fe/Ag (рис. 1.5). Як видно з рис. 1.5, максимальне значення твердості становить 6,35 ГПа при товщині бішару 4 нм. Враховуючи, що величини твердості для одношарових плівок Fe і Ag товщиною 500 нм, що відповідає загальній товщині мультишару, становить відповідно 7,08 і 1,33 Па, то величина 6,35 ГПа на 51% перевищує прогнозоване за правилом твердості суміші значення  $H_{mix} = 4,21$  ГПа (дана величина представлена у вигляді пунктирної лінії на рис. 1.5). Відмітимо, що твердість системи  $[\text{Fe}/\text{Ag}]_n/\text{П}$  практично перестає змінюватися при збільшенні товщини бішару Fe/Ag в діапазоні від 20 до 60 нм. Даний результат пояснюється особливостями протікання механізмів зміцнення при збільшенні кількості повторів у мультишарах.

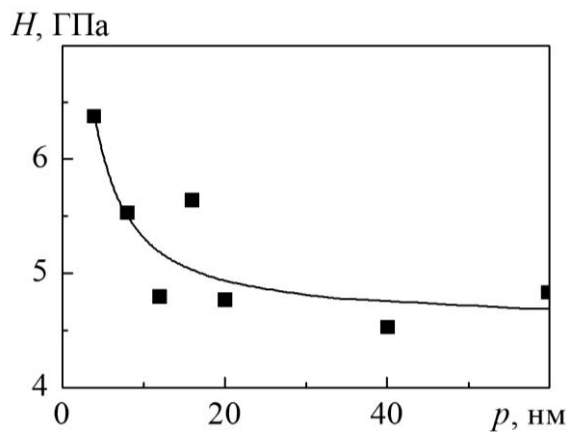


Рис. 1.5. Залежність твердості мультишару  $[\text{Fe}/\text{Ag}]_n/\text{П}$  від товщини бішару Fe/Ag. Адаптовано із роботи [29]

Механічні властивості (твердість та модуль пружності) плівкових сплавів  $\text{Fe}_x\text{Ag}_{1-x}$  загальною товщиною 1 мкм при концентрації  $c_{\text{Fe}} = 0,19, 0,29, 0,38$  ат.%, отриманих методом магнетронного розпилення, до та після термовідпалювання протягом 120 хв. при температурі 680 К були досліджені в роботі [37]. Дослідження механічних властивостей проводилося також, як і у роботі [29], з використанням методу наноідентування. Для порівняння отриманих даних у роботі були проведені дослідження одношарових плівок Fe і Ag товщиною 1 мкм. Аналіз кристалічної структури отриманих плівкових зразків показав, що для всіх трьох сплавів середній розмір зерна становить 20 нм і тому, аналізуючи експериментальні дані впливом внутрішнього розмірного ефекту [62,63] на механічні властивості плівкових сплавів  $\text{Fe}_x\text{Ag}_{1-x}$  можна знехтувати.

На рис. 1.6 представлені експериментальні дані твердості (рис. 1.6a) та

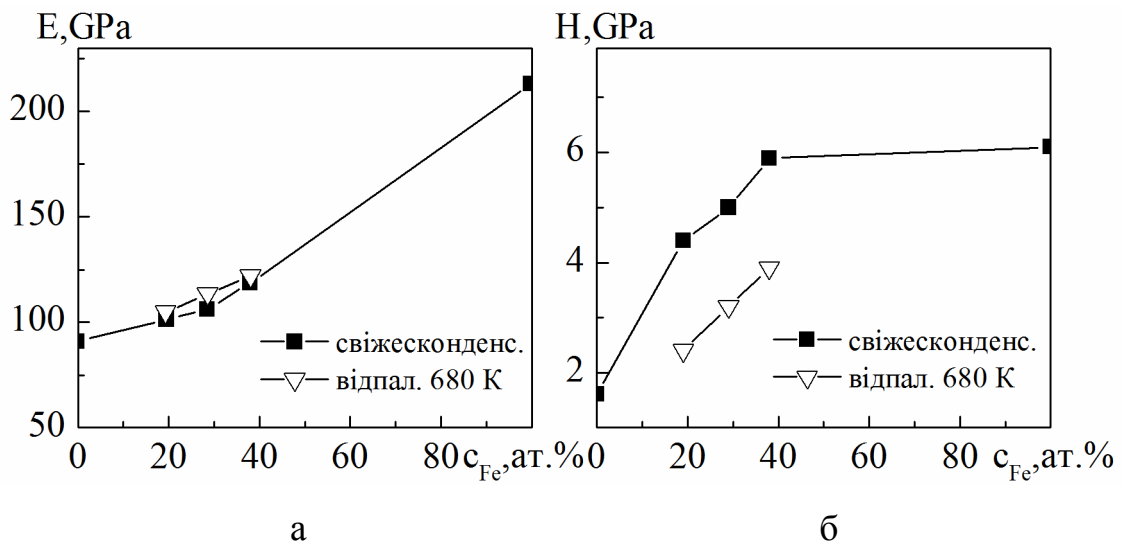


Рис. 1.6. Залежність модуля пружності (а) та твердості (б) від концентрації атомів Fe у сплаві  $Fe_xAg_{1-x}$  до та після термообробки зразків при 680 К протягом 120 хв. Адаптовано із роботи [37]

модуля пружності (рис. 1.6б) для плівкових сплавів  $Fe_xAg_{1-x}$  при  $c_{Fe} = 19, 29, 38$  ат.%, а також для одношарових плівок Fe і Ag до та після термовідпалювання 680 К. Для свіжосконденсованих зразків величина модуля пружності зростає при збільшенні концентрації атомів заліза у сплаві, що є логічним оскільки величина модуля пружності для Fe (213 ГПа) значно вища ніж для Ag (91 ГПа). Процес відпалювання фактично не змінює значення модуля пружності, оскільки його величина є нечутливою до мікроструктури і рідко залежить від режиму термообробки [64].

Величина твердості також залежить від концентрації магнітної компоненти у сплаві. Під час збільшення  $c_{Fe}$  з 0,19 до 0,38 ат.% твердість зростає з 4,4 до 5,9 ГПа, що також як і у випадку мультишарів  $[Fe/Ag]_n/П$  досліджених у роботі [29] більше ніж розрахункове значення. Слід відмітити, що на відміну від модуля пружності, термообробка зразків приводить до зменшення твердості зразків майже у два рази (2,4 ГПа при  $c_{Fe} = 0,19$  ат.% та 3,9 ГПа при  $c_{Fe} = 0,38$  ат.%).

Переходячи до аналізу літературних даних стосовно температурної залежності електричного опору функціональних матеріалів, досліджуваних у роботі, зупинимося на особливостях терморезистивних властивостей

одношарових плівок Fe, Ni<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>, Ag та Au.

По-перше, для одношарових плівок Fe, Ni<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub>, Ag та Au згідно [16, 45, 66], на першому циклі нагрівання з ростом температури відбувається характерне зменшення питомого опору, що пояснюється заліковуванням дефектів кристалічної будови. У подальшому при охолодженні та наступних циклах термообробки залежності  $\rho(T)$  мають типовий для металів характер (при збільшенні температури відбувається зростання величини питомого опору). По-друге, від товщини плівкових зразків залежить не тільки величина  $\rho$  але й форма температурної залежності питомого опору. Так, для відносно тонких зразків, товщиною 20 нм [16], спостерігається стрімке зменшення величини  $\rho$  при першому циклі нагрівання (активізація процесу заліковування дефектів) у температурному інтервалі (450 – 500) К, в той час як для відносно товстих зразків ( $d = 60-90$  нм) – в інтервалі  $T = (500-600)$  К. По-третє, основна відмінність полягає у величині питомого опору, яка для феромагнітних матеріалів за кімнатної температури порядку ( $10^{-6}-10^{-7}$ ) Ом·м, в той час як для благородних металів  $\rho \sim 10^{-8}$  Ом·м. Таким чином, змінюючи концентрацію магнітної і немагнітної компоненти під час формування функціональних матеріалів методом одночасної конденсації, можна змінювати величину питомого опору в широких межах.

Взагалі, в літературі відома невелика кількість робіт, присвячених вивченню температурної залежності електричного опору функціональних матеріалів на основі феромагнітних матеріалів Fe або Ni<sub>x</sub>Fe<sub>1-x</sub> та благородних металів Ag та Au. Прикладом таких досліджень можуть бути роботи [66-68].

Так авторами роботи [66] були проведені дослідження температурної залежності провідності мультишарів Ag/Fe/Ag, отриманих методом епітаксiального вирощування на підкладках GaAs(100) та GaAs(110). Було показано, що транспортні властивості системи суттєво залежать від умов отримання, типу підкладки та, як наслідок, від морфології інтерфейсу метал/напівпровідник. Вплив типу підкладки на електрофізичні властивості плівкових систем на основі Fe та Ag, отриманих методом одночасного

лазерного випарування, у діапазоні концентрацій  $c_{\text{Fe}} = (20-70)$  ат. % та температур  $(50-300)$  К був досліджений у роботі [67]. Вибрані два типи підкладок: низькоомна товщиною 200 мкм та питомим опором  $1,5 \cdot 10^{-4}$  Ом·м та високоомна товщиною 380 мкм та питомим опором  $(7-25) \cdot 10^{-2}$  Ом·м. За матеріал підкладки були вибрані пластини  $p$ -типу Si, леговані атомами В із шаром SiO<sub>2</sub>. Дослідження показали, що у випадку високоомної підкладки у температурному інтервалі  $(70-300)$  К відбувається монотонне зростання опору плівкового зразка, в той час у випадку низькоомної підкладки при температурах  $T > 200$  К відбувається різке зменшення величини  $\rho$ .

У роботі [69] були проведені дослідження температурної залежності питомого опору тришарових плівкових систем FeNi/Cu(Ag)/FeNi при сталій товщині феромагнітного сплаву  $d_{\text{NiFe}}$  та зміні товщини немагнітного матеріалу  $d_{\text{Cu,Ag}}$  в межах від 2 до 30 нм. Встановлено, що при товщинах немагнітного прошарку  $d_{\text{Cu,Ag}}$  менших за 10 нм спостерігається зменшення величини  $\rho$  при зростанні температури відпалювання в інтервалі від 300 до 700 К, а при  $d_{\text{Cu,Ag}}$  більших за 20 нм питомий опір зменшується при відпалювання до 550 К, а подальша термообробка до 700 К спричинює його незначне зростання.

### **1.3. Магніторезистивні властивості функціональних матеріалів на основі магнітних і благородних металів**

Детальний аналіз магніторезистивних властивостей одношарових плівок Fe у діапазоні товщин  $(10-60)$  нм до та після термообробки в широкому інтервалі температур (від 300 до 900 К) для трьох геометрій вимірювання магнітоопору (поздовжньої (магнітне поле у площині плівки і паралельне до струму), поперечної (магнітне поле у площині плівки, але перпендикулярне до струму) та перпендикулярної (магнітне поле перпендикулярне до площини плівки)) був проведений у роботах [70,71].

До характерних особливостей польових залежностей магнітоопору свіжосконденсованих зразків автори [70,71] відносять наступні. По-перше, незалежно від товщини для всіх зразків проявляється анізотропний характер



МО, що характеризується від'ємним магніторезистивним ефектом у поздовжній геометрії та додатнім МО – у поперечній та перпендикулярній геометрії. У магнітонеупорядкованих плівках Fe, магнітоопір відображає магнітний внесок у розсіюванні електронів провідності, який залежить від величини і орієнтації спонтанної намагніченості. Відповідно до цього у магнітоопорі можна виділити дві складові. Для однорідних феромагнетиків практичне значення має тільки та складова, яка пов'язана з орієнтацією намагніченості. У магнітному полі, яке викликає обертання намагніченості, зміна електричного опору зразка відбувається саме за рахунок анізотропного магнітоопору. По-друге, анізотропний характер польових залежностей МО зберігається навіть після термообробки зразків до 900 К; процес термообробки до 700 К приводить до незначного зростання амплітуди магніторезистивного ефекту, а висотемпературна обробка до 900 К – падіння амплітуди МО.

Результати дослідження магнітоопору плівок пермалою у діапазоні товщин (15-600) нм, отриманих різними методами, у залежності від  $c_{Ni}$ , температури вимірювання і матеріалу підкладки при поздовжній орієнтації магнітного поля були представлені у роботах [47, 72-77]. Аналіз даних робіт показав, що величина МО плівок  $Ni_xFe_{1-x}$  при температурі вимірювання  $T = 300$  К змінюється у межах від 0,1 (у деяких випадках для зразків товщиною 20 нм навіть менше 0,1% [73]) до 5% [72, 74]. У середньому величина МО при кімнатній температурі становить 3%. При зменшенні температури вимірювання до 77 К відбувається зростання МО майже в 2,5 рази [74], а при 4,2 К – в 3-3,5 рази [74].

Серед характерних особливостей польових залежностей також необхідно відзначити, що МО має анізотропний характер. Причина виникнення анізотропного магнітоопору у феромагнітних металах пов'язана із процесами  $s-d$  розсіювання шляхом спін-орбітальної взаємодії електронів провідності [74, 78]. Опір плівки залежить від взаємної орієнтації векторів намагніченості і густини електричного струму. Аналіз концентраційних і розмірних залежностей для плівок пермалою показав, що максимальне значення величини АМО для зразків товщиною 250 нм становить 5% було отримано при

$c_{Ni} = 90$  ат.%, що відповідає даним для масивних зразків. Відповідно, при зменшенні товщини плівок пермалою сталої концентрації відбувається зменшення величини АМО [77]. Середнє значення анізотропного магнітоопору для тонкопліткових зразків становить 3-4% за кімнатній температурі.

Перейдемо до аналізу результатів дослідження магніторезистивних властивостей функціональних матеріалів на основі магнітних ( $Fe$ ,  $Ni_xFe_{1-x}$ ) і благородних металів ( $Au$ ,  $Ag$ ).

На відміну від електрофізичних, магніторезистивні властивості пліткових системах на основі  $Fe$  та благородних металів, отриманих методами одночасної [80-84] та пошарової конденсації [68, 85-87], вивчені достатньо добре. Показано, що в функціональних матеріалах на основі  $Fe$  та  $Au$  або  $Ag$  проявляється ефект ГМО [13, 14]. Про це свідчить той факт, що польові залежності магнітоопору у поздовжній та поперечній геометрії вимірювання мають ізотропний характер та повністю повторюють одна одну, як це показано на рис. 1.7. Величина ГМО залежить не тільки від концентрації компонент у системі [79-81], а також від температури вимірювання [68, 79, 86] та режиму термообробки [79]. Наприклад, як показано на рис. 1.7, для мультишарів  $[Ag(2,6)/Fe(0,2)]_{75}$  при зменшенні температури вимірювання з 290 до 4,2 К відбувається суттєве зростання величини МО з 5,55 до 26% відповідно, що пов'язано зі збільшення ймовірності спин-залежного розсіювання носіїв заряду, який і зумовлює ГМО ефект, по відношенню до інших процесів розсіювання, що відбуваються в об'ємі плівкового зразка. Подібний результат був отриманий у роботі [79] для пліткових системах на основі  $Fe$  та  $Ag$ , отриманих методом одночасної конденсації. Згідно [79] для систем при  $c_{Fe} = 20$  ат.% амплітуда ГМО ефекту зростає з 6,59 до 27,9% при зменшенні температури вимірювання з 300 до 4,2 К. Це свідчить про той факт, що, незважаючи на те, що в системах, отриманих методами пошарової та одночасної конденсації, можлива реалізація різного структурно-фазового стану (описано у пункті 1.1 даного розділу), їх магніторезистивні властивості не залежать від методу формування зразків. Значно сильніше на величину магнітоопору та на ймовірність прояву ГМО ефекту впливає зміна концентрації компонент у системі.

На рис. 1.8 представлені концентраційні залежності магнітоопору для плівкових систем на основі Fe та Ag або Au у залежності від температури вимірювання та методу отримання зразків. Порівняльний аналіз залежностей  $MO(c_{Fe})$ , для систем Fe-Ag та Fe-Au, отриманих методом одночасного магнетронного розпилення (температура вимірювання магнітоопору 4,2 К) [79], показав, що на обох графіках спостерігається максимум при  $c_{Fe} = 17$  та 15 ат.% відповідно (рис. 1.8а). Амплітуда MO сягає величини 30,3% (система Fe-Ag) та 22,5% (систем Fe-Au). Збільшення температури вимірювання ефекту до 300 К не приводить до зміни характеру залежності  $MO(c_{Fe})$ , однак, згідно даним робіт [81, 82], приводить до зміщення максимуму у бік більших концентрацій заліза. Так, наприклад, у роботі [80] максимум на концентраційній залежності магнітоопору для системи Fe-Ag, отриманих методом одночасного магнетронного розпилення, спостерігається при  $c_{Fe} = 32$  ат.% (MO = 5%, рис. 1.8б). При формування плівкових зразків методом молекулярно-променевої епітаксії, максимальне значення MO = 2,75 % було отримане при  $c_{Fe} = 33,5$  ат.% (рис. 1.8в).

Оскільки, функціональні матеріали із спин-залежним розсіюванням електронів, до яких відносяться і системи на основі Fe та Ag або Au, досить часто використовуються при формуванні елементної бази мікро- і наноелектроніки, а також сенсорної техніки [88-90], то до магнітних характеристик таких структур висуваються різні вимоги. При цьому, забезпечення їх термічної стабільності є одним із пріоритетних напрямків при формуванні елементної бази. У зв'язку з цим значна увага дослідників приділяється пошуку матеріалів, що мають термостабільні магніторезистивні властивості.

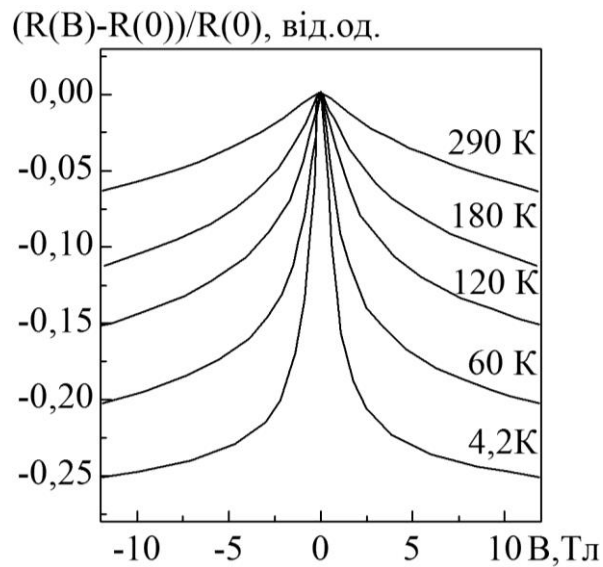


Рис. 1.7. Польові залежність магнітоопору у поздовжній та поперечній геометрії вимірювання для мультишарів  $[\text{Ag}(2,6)/\text{Fe}(0,2)]_{75}$  у залежності від температури вимірювання. Адаптовано із роботи [68]

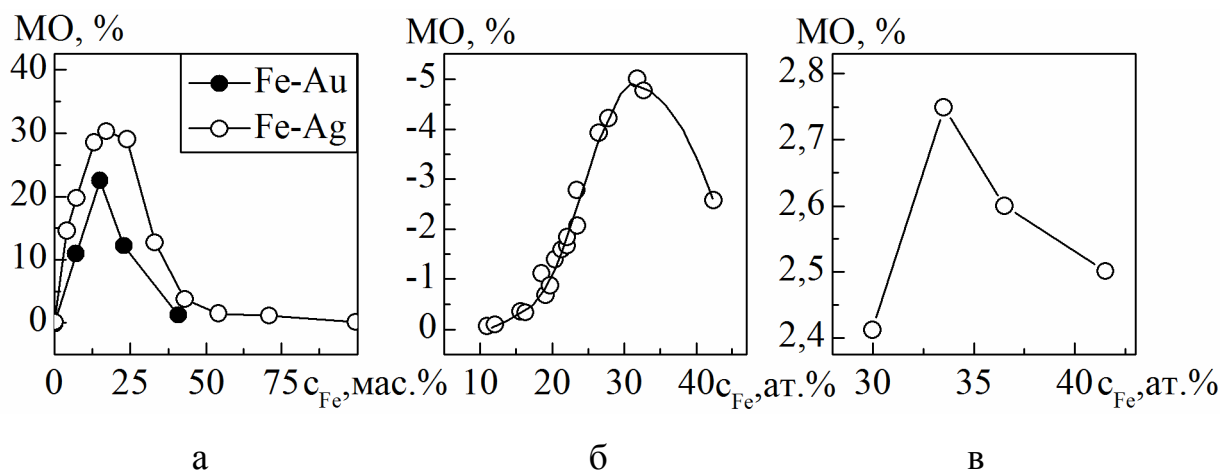


Рис. 1.8. Залежність величини магнітоопору від концентрації атомів заліза у плівкових системах на основі Fe та Ag або Au, отриманих методом одночасного магнетронного розпилення [79, 80] у залежності від температури вимірювання  $T_B = 4,2$  [79] (а), 300 К [80] (б) та методом молекулярно-променевої епітаксії при 300 К [81] (в). Адаптовано із робіт [79-81]

Однак, як видно з рис. 1.9, процес термообробки лише до 500 К приводить до незначного зростання у величні МО, незалежно від температури вимірювання ефекту. При збільшенні температури відпалювання в інтервалі від 500 до 750 К відбувається різке зменшення амплітуди магніторезистивного ефекту до 1%, що швидше за все є результатом змін у структурно-фазовому стані плівкових зразків, а також змін їх доменної структури.

Робота [91] присвячена дослідженню магніторезистивних властивостей плівкових зразків, сформованих на основі пермалою  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  та Ag методом одночасної електронно-променевої конденсації в широкому інтервалі концентрації компонент від 5 до 95 ваг.%. Показано, що як і у випадку систем на основі Fe, на концентраційних залежностях магнітоопору (рис. 1.10) спостерігається максимум у 6% при  $c(\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}) = 21$  ваг.% за кімнатної температури. Даний максимум зміщується в бік менших концентрацій при зменшенні температури вимірювання ефекту до 77 К (МО = 13 %). Величини МО, отримані у роботі [91], є дещо більшими, порівняно з результатами більш ранніх робіт для аналогічних систем [92, 93], отриманих резистивним методом випарування. Процес термовідпалювання до 600 К приводить до незначного зростання величини МО для всього діапазону концентрацій. Отже, слід зазначити, що системи на основі пермалою є більш температурностабільними у порівнянні з системами на основі Fe.

У роботі [94] було досліджено вплив часу термообробки при 680 К на магніторезистивні властивості багатошарових плівкових системи зразків  $[\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}(2 \text{ нм})/\text{Ag}(4 \text{ нм})]_{20}/\text{П}$ , отриманих методом магнетронного розпилення на підкладки монокристалічного кремнію Si(100). Загальна товщина зразків становила 300 нм. Час термообробки змінювався від 1,5 до 3 год. Показано, що свіжосконденсовані зразки характеризуються незначною величиною магніторезистивного ефекту (0,15 %), яка зростає до 0,8 % після термообробки системи при 680 К протягом 2 год. Подальше збільшення час термообробки до 3 год. приводить до поступового зменшення величини МО до 0,4%.

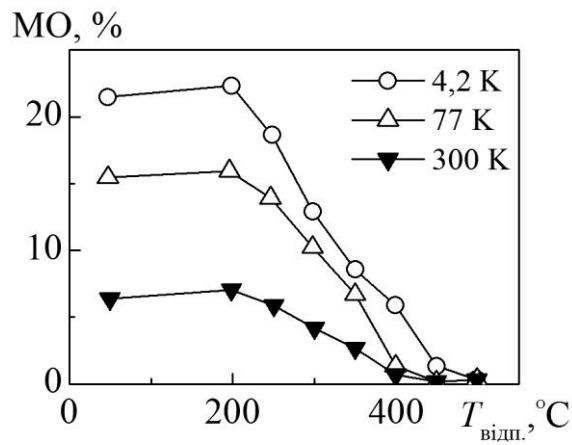


Рис. 1.9. Залежність величини МО від температури відпалювання для плівкових зразків на основі Fe та Ag при  $c_{\text{Fe}} = 20$  ат.%, отриманих методом одночасного магнетронного розпилення. Адаптовано із роботи [79]

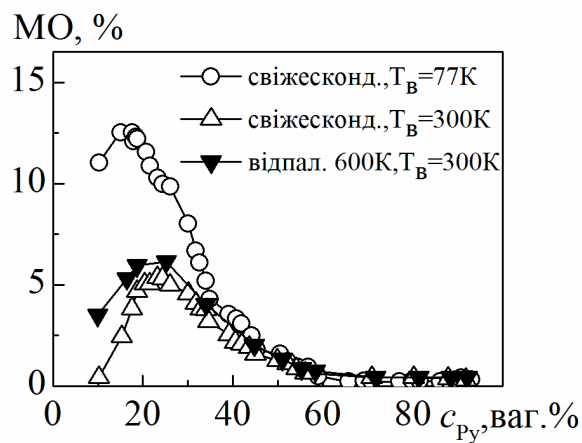


Рис. 1.10. Залежність величини МО від концентрації атомів пермалюю у плівкових системах на основі пермалюю  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  (Py) та Ag, отриманих методом одночасного електронно-променевого осадження. Адаптовано із роботи [91]

На основі проведеного аналізу літературних даних можна зробити висновок, що більш перспективними з точки зору реалізації ефекту ГМО та отримання більш високих його значень, є системи на основі феромагнітних сплавів  $Ni_xFe_{1-x}$  та Ag, отримані методом одночасного електронно-променевого випарування з двох незалежних джерел у порівнянні з пошаровою конденсацією.

### Висновки до розділу 1

1. У плівкових матеріалах на основі феромагнітного (Fe) та благородних (Ag, Au) металів, не зважаючи на низьку взаємну розчинність компонент, у залежності від методу їх формування можна реалізувати різний структурно-фазовий стан: від збереження індивідуальності окремих шарів при пошаровій конденсації (двофазний склад ОЦК-Fe+ГЦК-Ag або Au) до утворення неупорядкованих твердих розчинів на основі ГЦК- або ОЦК-ґратки у залежності від концентрації компонент, а також упорядкованої фази  $L1_0$  у процесі термообробки.

2. Альтернативою однокомпонентним феромагнітним металам можуть бути феромагнітні сплави типу  $Ni_xFe_{1-x}$ , в яких стабілізуються фази ГЦК- $Ni_3Fe$ , ГЦК-NiFe та  $\alpha$ -фази Ni-Fe у залежності від концентрації компонент.

3. У літературі наведена дуже обмежена кількість даних стосовно тензорезистивних властивостей та температурної залежності електричного опору плівкових матеріалів на основі Fe,  $Ni_xFe_{1-x}$  та Ag або Au, хоча вищевказані властивості складових компонент вивчені достатньо добре.

4. Для формування плівкових матеріалів на основі Fe,  $Ni_xFe_{1-x}$  та Ag або Au з високостабільними магніторезистивними характеристиками в області високих (до 900 К) температур, необхідно провести комплексні дослідження їх фазового складу, кристалічної структури та магніторезистивних властивостей до та після відпалювання до різних температур, змінюючи концентрацію компонент при одночасній та товщину шарів при пошаровій конденсації.

## РОЗДІЛ 2

### МЕТОДИКА ФОРМУВАННЯ ЗРАЗКІВ І ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

За результатами літературного огляду була визначена мета дисертаційної роботи, яка полягає у комплексному вивченні електрофізичних (питомий опір, ТКО, інтегральний та диференціальний коефіцієнти тензочутливості), магніторезистивних (МО, АМО, ГМО), магнітних та магнітооптичних властивостей плівкових матеріалів на основі Fe, сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , Ag або Au; дослідженні особливостей фазових перетворень кристалічної структури та структурних змін системи в процесі термообробки та з варіюванням товщини матеріалів.

При виконанні експериментальної частини були використані наступні методи:

- одночасна та пошарова вакуумна конденсація плівок Fe, Ru та Ag або Au;
- метод кварцового резонатора для точного контролю ефективної товщини плівок в процесі їх конденсації;
- просвічувальна електронна мікроскопія та електроннографія для вивчення процесів фазоутворення і кристалічної структури двокомпонентних плівок;
- енергодисперсійний аналіз для визначення хімічного складу і концентрації компонент у плівкових зразках;
- вакуумна термообробка з метою вивчення терморезистивних властивостей;
- тензометрія для вивчення тензорезистивних властивостей;
- дослідження польових залежностей магнітоопору в трьох геометріях вимірювання (поздовжньої, поперечної та перпендикулярній);
- методи вібраційної магнітометрії та магнітооптичного ефекту Керра для дослідження магнітних і магнітооптичних властивостей.

Детальний опис обладнання та вищезазначених методик, які використовувалися під час експериментальних досліджень, наведений нижче.



## 2.1. Прилади і обладнання для формування і дослідження дво- та трикомпонентних плівкових систем на основі Fe, Ni та Ag або Au методами пошарової та одночасної конденсації

Осадження плівкових зразків відбувалося у вакуумній камері установки ВУП-5М при тиску газів залишкової атмосфери  $p \cong 10^{-4}$  Па та високо-вакуумній камері Caburn MDC Europe (Інституті фізики університету ім. Й. Гутенберга у м. Майнц) при  $p \cong 10^{-7}$  Па (рис. 2.1) на різні типи підкладок. Ступінь вакууму  $10^{-7}$  Па досягалася за допомогою турбомолекулярного, магніторозрядного та сорбційних насосів ( $p \cong 10^{-7}$  Па). Як випарники використовувались електронно-променеві гармати з водяним охолодженням, які дають можливість підтримувати стабільну швидкість випаровування матеріалів протягом досить довгого часу (від декількох хвилин до декількох годин). Як вихідні матеріалів використовувалися метали високої чистоти: Au(999,99), Fe(999,99), Ag(999,99), Ru(промисловий сплав 79 НМ (79-80 мас.% Ni, 2-5 мас.% Mo, 13-16 мас.% Fe)). Швидкість випарування металів електронно-променевими гарматами може варіювання в межах (0,05 – 0,3) нм/с [95]. Швидкість осадження досліджуваних зразків для кожного металу підбиралася індивідуально в процесі експерименту, виходячи з поставленої задачі, і становила (0,05 – 0,15) нм/хв.

Температура підкладки під час формування плівкових систем підтримувалася близькою до температури Дебая. Це сприяє отриманню функціональних матеріалів максимально можливої чистоти [96]. Температура Дебая, наприклад, для заліза та срібла складає 467 К та 225 К відповідно [97]. Цей факт було враховано та встановлено додатковий нагрівач, що дало можливість підтримувати необхідну сталу температуру підкладки під час осадження плівкових систем в діапазоні (300 – 600) К.

Товщина осадженого металу контролювалася “*in situ*” методом кварцового резонатора, принцип роботи якого базується на зменшенні частоти кварцевої пластини зі збільшенням її маси [98]. Для забезпечення необхідної термостабільності використовували кварц РГ-08 із низьким температурним

коефіцієнтом лінійного розширення при кімнатних температурах. Частота вихідного сигналу вимірювалась частотоміром побудованим на мікроконтролері ATmega 328, який має можливість передачі даних на персональний комп'ютер через послідовний інтерфейс USB. Для кращої візуалізації та контролю товщини осаджуваного матеріалу було розроблено програмне забезпечення у середовищі програмування Arduino. Метою розробки даної програми була реалізація розрахунку миттєвої швидкості конденсації, загальної товщини та концентрації компонент. Для роботи програмно-апаратного комплексу необхідно лише ввести у відповідні графи густину вихідних матеріалів, під'єднати дроти до кварцевих резонаторів, подати живлення до приладу та натиснути кнопку Start/restart.

Для розрахунку товщини тонкої плівки використовувалася формула [99]:

$$d = \frac{N_q \cdot \rho_q}{\rho_f \cdot f^2} \cdot (f_q - f), \quad (2.1)$$

де  $N_q$  – частотна стала для сколу кварцового кристалу,  $N_q = 1,668 \cdot 10^5$  Гц·см;

$\rho_q, \rho_f$  – густина плівки та кварцу відповідно,  $\rho_q = 2,65$  г/см<sup>3</sup>;

$f_q, f$  – резонансні частоти кварцової пластини до та після осадження на неї плівки відповідно.

Конденсація багат шарових плівкових систем відбувалася з низу в гору почерговим випаруванням металів з використанням електронно-променевої гармати як випарників. Відстань від випарників до площини підкладкотримача складала 10 см. Контроль товщини отриманих проводився методом кварцового резонатора. Випарники, підкладкотримач та вимірювачі товщини були розташовані у вакуумній камері таким чином, що відстань від голівки аноду електронно-променевої гармати, з якої випаровувався метал, до кварцової пластини та підкладки на яку проходило осадження була однаковою.

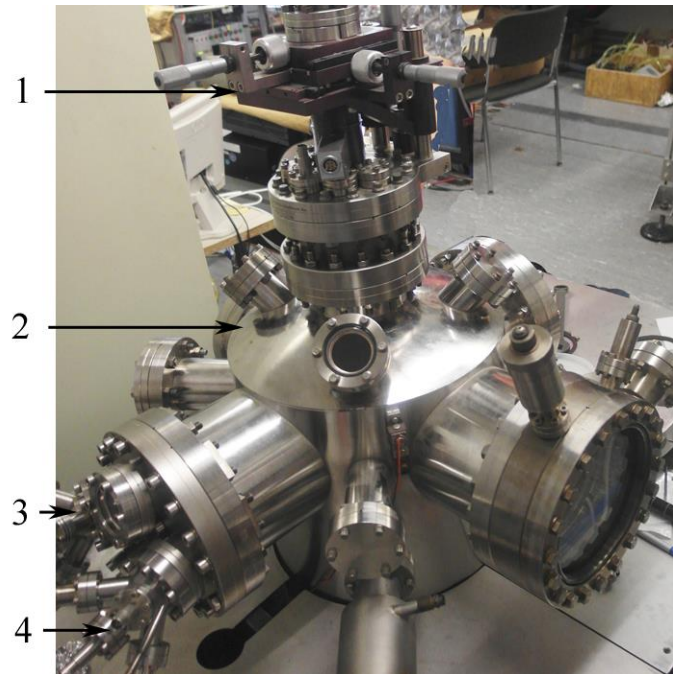


Рис. 2.1. Зовнішній вигляд високовакуумної камери для отримання зразків: 1 – маніпулятор для переміщення тримача зразків в середині високовакуумної камери; 2 – високовакуумна камера, в якій безпосередньо відбувалось осадження; 3, 4 – випарники

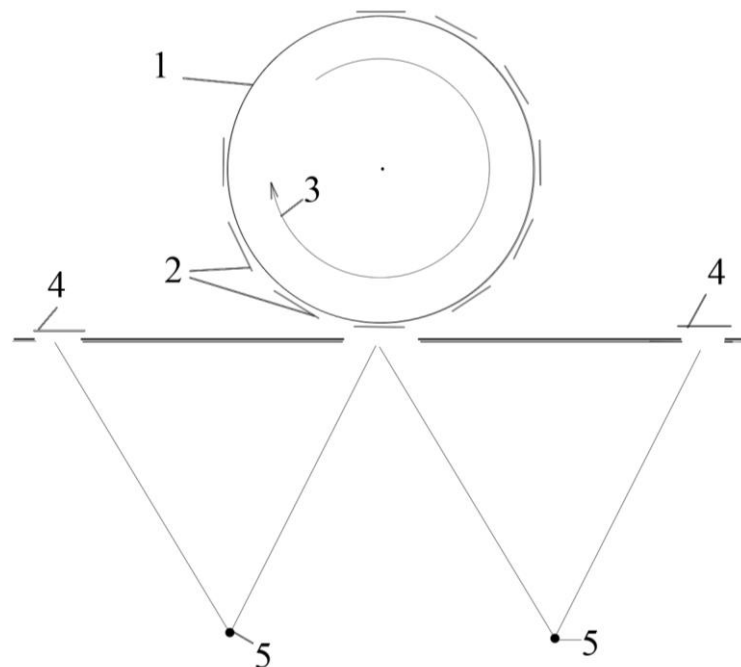


Рис. 2.2. Схематичне зображення підкладотримача барабанного типу: 1 – тримач підкладок (барабан); 2 – підкладки, на яких формувалися плівкові зразки; 3 – напрям обертання; 4 – кварцеві пластини для контролю товщини осадженого матеріалу; 5 – випарники

Підкладко-тримач було виготовлено у формі барабану (рис. 2.2). Це дало можливість в одному технологічному циклі відкачування осаджувати до 10-ти зразків з різними товщинами шарів та різними їх комбінаціями у багатошаровій системі. Також у конструкції підкладко-тримача було встановлено нагрівач з екранами для можливості підігріву безпосередньо зразка, на який відбувалося осадження. Контроль температури підкладки під час конденсації здійснювався за допомогою термопари, яка була розташована безпосередньо біля зразка.

Метод одночасної конденсації був використаний з метою формування в одному технологічному циклі серії зразків, у яких концентрація компонент змінюється в широкому інтервалі (від 5 до 95 ат.%). Для реалізації методу одночасної конденсації було виготовлено підкладкотримач особливої конструкції, на якому розташовувалось в ряд між кварцовими резонаторами до 10 підкладок одночасно (рис. 2.3.а). При конденсації плівкових сплавів однією з головних характеристик є дотримання заданої стехіометрії по всій товщині плівкової системи. У цьому випадку особливо важливим є контроль швидкості конденсації на протязі всього часу осадження. Вирішити дану проблему також можна за рахунок реалізації програми контролю швидкості конденсації одночасно з двох джерел з використанням двох кварцових пластин [100].

Виходячи із геометрії розташування випарників, підкладок та кварцових пластин, схематично представлено на рис. 2.3б, здійснювався розрахунок ефективної товщини окремих компонент для заданої точки підкладки II за співвідношенням для точкового випарника [100]:

$$d_1 = d_{01} \cdot \left[ 1 + \left( \frac{l_1}{h} \right)^2 \right]^{-\frac{3}{2}}, \quad d_2 = d_{02} \cdot \left[ 1 + \left( \frac{l_2}{h} \right)^2 \right]^{-\frac{3}{2}}, \quad (2.2)$$

де  $d_0$  – товщина плівки в точці над випарником.

На основі розрахункових даних за співвідношенням (2.2), враховуючи що конденсація проводилася безперервно зі сталою швидкістю, проводилися розрахунки концентрації компонент для кожного з отриманих зразків за співвідношенням:

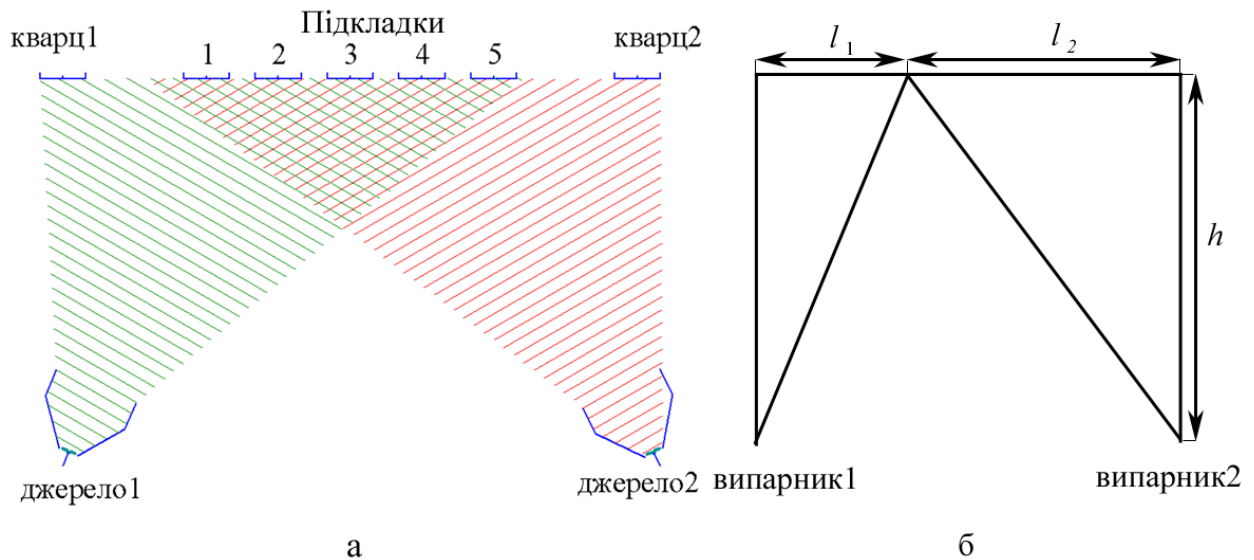


Рис.2.3. Геометрія системи випарники-підкладки-вимірювачі товщини для отримання плівкових сплавів з різною концентрацією компонент (а) та розрахунку їх концентрації (б)

$$c_{Fe} = \frac{D_{Fe} d_{Fe} \mu_{Fe}^{-1}}{D_{Fe} d_{Fe} \mu_{Fe}^{-1} + D_{Ag} d_{Ag} \mu_{Ag}^{-1}}, \quad (2.3)$$

де  $D$  – густина матеріалу;

$d$  – ефективна товщина компонентів плівкового зразка;

$\mu$  – молярна маса елементів.

У подальшому контроль концентрації компонент сконденсованої серії плівкових зразків, здійснювався за допомогою енерго-дисперсійного аналізу, який детально буде описаний у подальшому. Порівняльний аналіз розрахункових та експериментальних даних стосовно концентрації компонент у системах показав, що вони співпадають у межах похибки вимірювання.

## 2.2. Методика дослідження температурної залежності питомого опору, термічного коефіцієнту опору та коефіцієнта тензочутливості

Дослідження температурної залежності питомого опору, з метою подальшого аналізу температурної залежності термічного коефіцієнту опору (ТКО) функціональних матеріалів, проводилося у вакуумній камері установки ВУП-5М при тиску газів залишкової атмосфери  $p \cong 10^{-4}$  Па з використанням системи, 3D-модель якої представлена на рис 2.4.

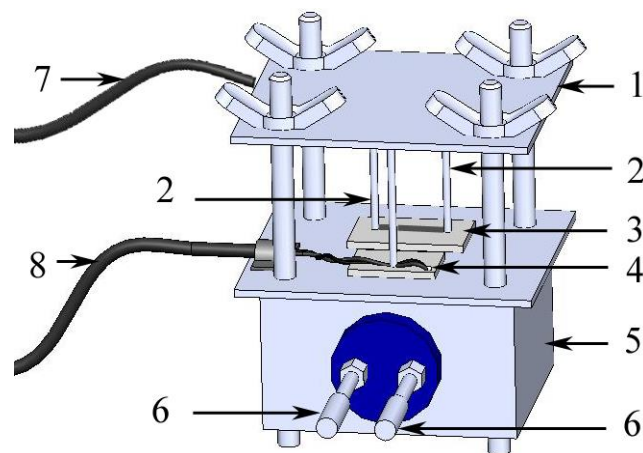


Рис. 2.4. 3D-модель системи нагрівач-зразок-електричні контакти: 1 – тримач електричних контактів для вимірювання опору; 2 – електричні контакти телескопічного типу; 3 – підкладка з нанесеним на неї плівковим зразком; 4 – термопара; 5 – корпус нагрівача; 6 – контакти нагрівача; 7 – дроти для вимірювання опору; 8 – дроти для вимірювання температури

Як нагрівач використовувалася вольфрамова спіраль з дроту товщиною 0,3 мм або галогенна лампочка потужністю 100 Вт, що розміщала у корпусі з подвійним екрануванням. Використання електричних контактів телескопічного типу дало можливість проводити вимірювання електрофізичних характеристик безпосередньо досліджуваної плівкової системи без використання контактних майданчиків та додатково зменшити теплові втрати, які виникають при використанні громіздких контактів прижимного типу. Єдиною вимогою до зразків було чітке дотримання їх геометричних розмірів, що було реалізовано

шляхом використання масок, виготовлених з високою точністю із нержавіючої сталі. Геометричні розміри масок для дослідження температурної залежності електричного опору становили  $1 \times 10$  мм.

Термообробка зразків проводилася, як правило, протягом декількох циклів «нагрівання↔охолодження» у автоматизованому режимі, який дозволяє здійснювати контроль швидкості нагрівання зразків, проводити запис та обробку експериментальних даних (опір та температура). Для реалізації автоматизованого режиму був розроблений програмно-апаратний комплекс, структурна схема якого представлена на рис. 2.5.а.

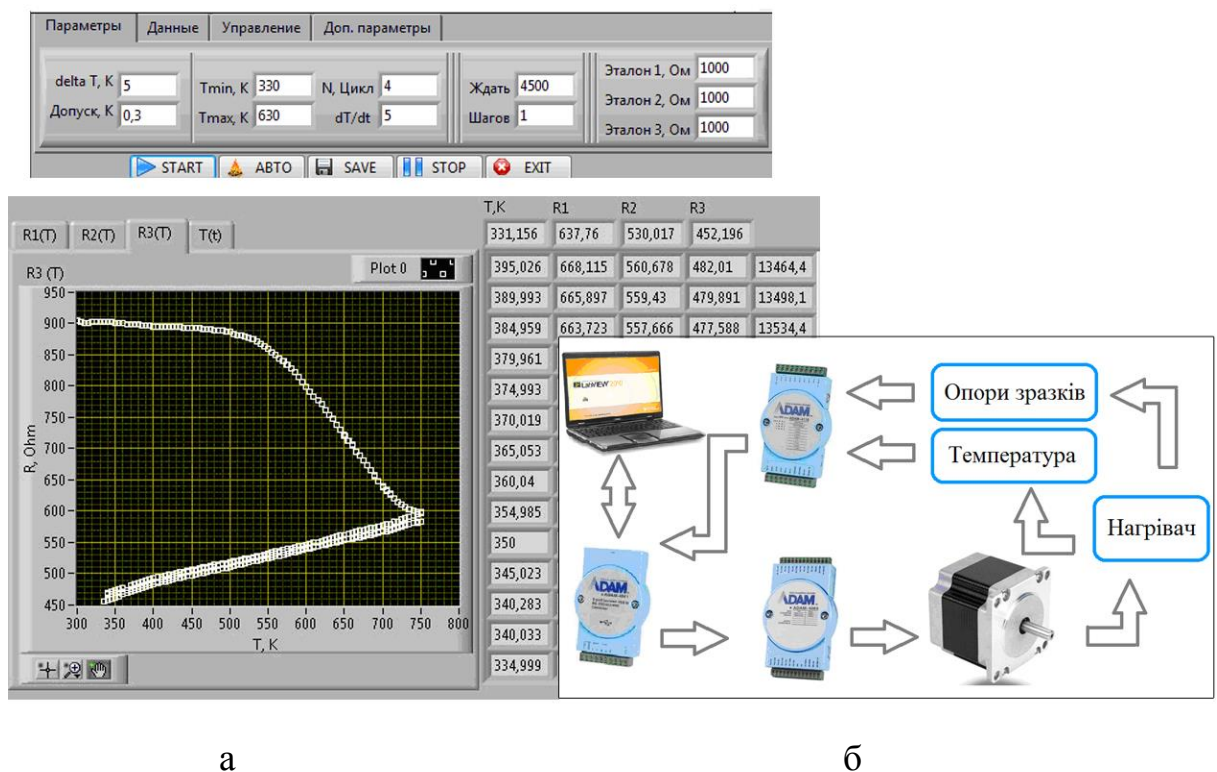


Рис. 2.5. Зовнішній вигляд головного вікна програми для автоматичного відпалювання зразків за схемою «нагрів - охолодження» (а) та структурна схема автоматизованої системи для дослідження терморезистивних властивостей плівкових матеріалів (б)

Програмне забезпечення для керування експериментальним обладнанням у процесі здійснення термообробки було розроблено у середовищі графічного програмування LabVIEW. Програма побудована у стилі багатовіконного інтерфейсу. На рис. 2.5.б представлено головне вікно програми. На вкладках

головного вікна програми розташовані елементи керування (вони задають параметри термовідпалення та роботи програмно-апаратного комплексу) та деякі з елементів виводу інформації. Керування джерелом струму нагрівача здійснювалося з ПК через релейний модуль ADAM-4068, контроль температури - термопара j-типу, підключеної до ПК через АЦП ADAM-4118.

Вимірювання електричного опору проводилось за чотирьохточковою схемою з використанням 8 каналних 16 бітних сигма-дельта АЦП ADAM-4018 і ADAM-4118 [101-103]. Для визначення величини опору кожного зразка було сконструйовано окремий вимірювальний контур на основі постійних резисторів високого класу точності.

Дослідження тензорезистивних властивостей плівкових систем проводилося у вакуумній камері установки ВУП-5М при тиску газів залишкової атмосфери  $p \cong 10^{-4}$  Па. Як матеріал підкладки, на яку осаджувалися досліджувані плівкові зразки, був використаний полістирол (розмір пластин становив 5x35x0,05 мм), який характеризується пружною деформацією на розтяг у межах заданого у даній роботі діапазону вимірювань (до 2%). Підкладки закріплювалися на алюмінієвих вушках для кращої фіксації у деформаційній машині. Перед формуванням плівкових систем на полістиролові підкладках методом термічного вакуумного осадження проводилося нанесення мідних контактних майданчиків товщиною  $d = 100$  нм, що було обумовлено конструкцією деформаційної машини та особливостями проведення експериментальних досліджень. Геометричні розміри плівкових зразків також задавалися за рахунок використання маски розмірами 1x10 мм.

Дослідження тензорезистивних властивостей проводилося протягом 3-х деформаційних циклів «навантаження ↔ зняття навантаження» для двох деформаційних інтервалів  $\Delta\varepsilon_{11} = 1\%$  та  $\Delta\varepsilon_{12} = 2\%$ . Дослідження проводилися за допомогою деформаційної машини (рис. 2.6) на базі мікрогвинта (ціна поділки – 0,01 мм) з використанням автоматизованого комплексу для дослідження тензорезистивних властивостей плівкових структур, детально описаного у роботі [104].



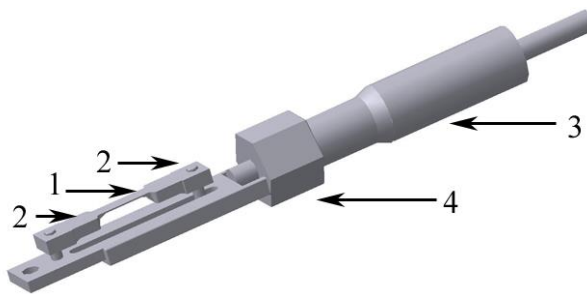


Рис. 2.6. 3D-модель деформаційної машини: 1 – досліджуваний зразок; 2 – тримачі зразка (контакти); 3 – мікрогвинт; 4 – область кріплення машинки до вакуумної камери

У результаті досліджень були отримані деформаційні залежності опору  $R(\Delta\varepsilon_l)$ , які перебудовувалися у графіки залежностей  $\Delta R / R(0)$  ( $\Delta R = R(\varepsilon_l) - R(0)$ ) від  $\varepsilon_l$  (рис. 2.7а).

Із отриманих деформаційних залежностей було проведено розрахунки диференціального (миттєвого)  $\gamma_{ldif}$  та інтегрального (середнього)  $\gamma_{lint}$  коефіцієнтів поздовжньої тензочутливості відповідно за співвідношеннями:

$$\gamma_{ldif} = \frac{1}{R_i(\varepsilon_l)} \frac{dR_i}{d\varepsilon_{li}}, \quad \gamma_{lint} = \frac{1}{R(0)} \frac{R(\varepsilon_l) - R(0)}{\Delta\varepsilon_l},$$

де  $R(0)$  – опір при нульовій поздовжній деформації;  $R_i$  і  $dR_i$  – електричний опір плівкового зразка на початку деформаційного інтервалу  $\Delta\varepsilon_{li}$  і його зміна при збільшенні поздовжньої деформації на  $d\varepsilon_{li}$ , відповідно. На основі розрахункових даних будувався графік залежності диференціального КТ від деформації  $\varepsilon_l$  (рис. 2.7б).

Також, виходячи з робочих залежностей  $\Delta R / R(0)$  від  $\varepsilon_l$ , визначався перехід від пружної до пластичної деформації  $(\varepsilon_l)_n$ . Оскільки, перехід від пружної до пластичної деформації відбувається не миттєво, а розтягнутий у часі, то визначається усереднене значення деформації переходу згідно методики представленої на рис. 2.7а. Як видно з рис. 2.7а, на графіку для першого циклу навантаження до залежності в місці їх перетину проводяться дві дотичні (перед початком та після зміни кута нахилу). Точка перетину цих дотичних відповідає величині  $(\varepsilon_l)_n$ .

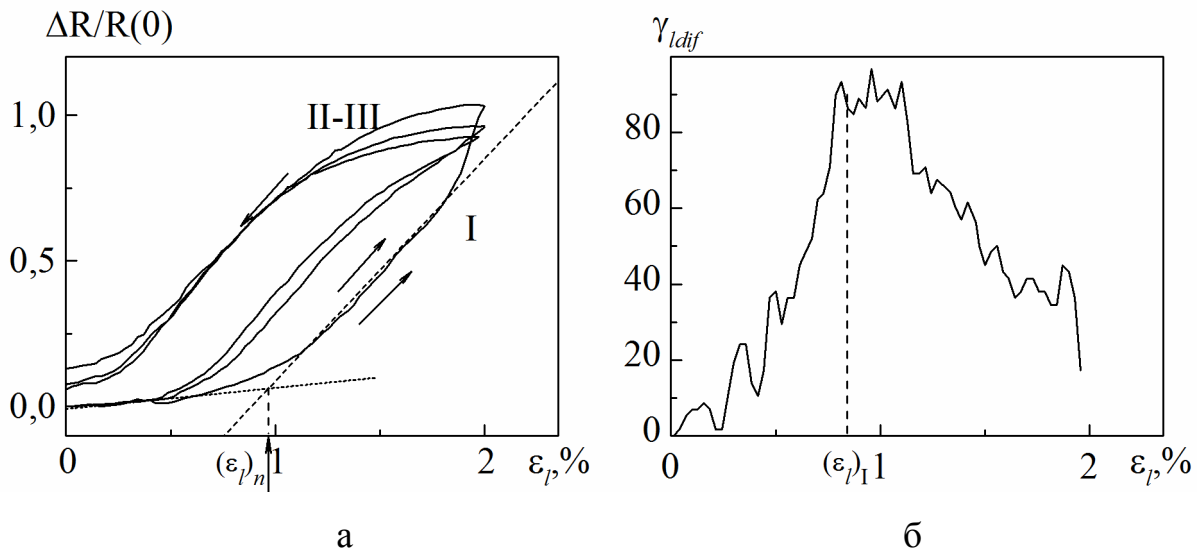


Рис. 2.7. Методика визначення переходу від пружної до пластичної деформації на залежності  $\Delta R / R(0)$  від  $\varepsilon_l$  (а) та величини деформації, при якій спостерігається перший максимум на залежності  $\gamma_{dif}$  від  $\varepsilon_l$  (б)

Слід зазначити, що залежності диференціального коефіцієнта тензочутливості від деформації у всьому діапазоні досліджуваних товщин мають нелінійний характер, що проявляється в тому, що на залежностях спостерігається локальний пік. Його величина та положення на осі деформації залежить від складу та товщини досліджуваного зразка. Важливим параметром, виходячи з нелінійності залежності, є величина  $\varepsilon_l$  (рис. 2.7 б), яка більша за  $(\varepsilon_l)_n$ , і визначає область найбільшої чутливості електричного опору до деформації.

### 2.3 Методика проведення досліджень магніторезистивних, магнітних та магнітооптичних властивостей

При дослідженні магніторезистивних, магнітних та магнітооптичних властивостей функціональних матеріалів як підкладки були використані полікристалічні ситалові пластини з геометричними розмірами  $10 \times 10$  мм та пластини монокристалічного кремнію покриті захисним шаром нітриду кремнію.

З метою визначення впливу температури на магніторезистивні, магнітні та магнітооптичні властивостей, всі зразки проходили термообробку за схемою «нагрівання → витримка при заданій температурі протягом 20 хв. → охолодження до кімнатної температури». Процес термообробки здійснювався шляхом запису терморезистивних характеристик при використанні мідного столику із площею рівномірного прогріву  $20 \text{ см}^2$ . Це дозволяло розміщувати на його поверхні одночасно до 20 зразків та проводити їх термообробку за ідентичних умов. Рівномірний прогрів столику та зразків забезпечувався використанням екранів та мінімальним контактом даної конструкції зі стінками вакуумної камери. Контакт термопари при цьому фіксувався безпосередньо на ситаловій пластині такого ж розміру, як і ті, на які було сконденсовано досліджувані плівкові системи.

Дослідження магніторезистивних властивостей свіжесконденсованих функціональних матеріалів проводилися за кімнатної температури  $T \cong 300 \text{ K}$  з використанням чотириточкової схеми вимірювання електричного опору у змінному магнітному полі. Магнітне поле забезпечувалося електромагнітами, а максимальна величина магнітної індукції  $B$  складала  $500 \text{ мТл}$ . Досліджуваний зразок закріплювався на підкладкотримачі, який розташовувався між сердечниками магніту та мав можливість обертатися, змінюючи кут між площиною зразка та напрямком ліній магнітної індукції (рис. 2.8). Це на ряду з взаємоперпендикулярним розташуванням контактів, через які подавався струм та вимірювалась напруга, дало можливість проводити вимірювання в трьох геометріях (перпендикулярній, поздовжній та поперечній).

Вимірювання проводилися в автоматизованому режимі для чого була розроблена відповідна програмна та апаратна частина. Автоматизований комплекс складається з електромагніту, уніполярного блока живлення електромагніту Philips PM 2811, мультиметра для вимірювання опору Keithley 2000 Digital, 12-ти бітного АЦП-ЦАП NI USB 6008, системи реле для зміни полярності магнітного поля та модуля повороту зразка. Більш детально принцип проведення вимірювань описано у роботі [105].

Для розрахунку величини магнітоопору використовувалися співвідношення (2.4) для зразків, у яких спостерігався ефект ГМО, та співвідношення (2.5) для зразків, в яких спостерігалася гістерезисна польова магніторезистивна залежність.

$$MO = \frac{\Delta R}{R_S} = \frac{R(B) - R(B_S)}{R(B_S)}, \quad (2.4)$$

$$MO = \frac{\Delta R}{R(B_{max})} = \frac{R(B_{max}) - R(B)}{R(B_{max})}, \quad (2.5)$$

де  $R(B)$  – опір плівки при заданому полі;

$R(B_S)$  – опір плівки при полі насичення  $B_S$ ;

$R(B_{max})$  – опір плівки при максимальному полі  $B_{max}$ .

Типова польова залежність магнітоопору представлена на рис. 2.9. У тому випадку, коли визначалась коерцитивна сила, експериментальні дані перебудовувалися в координатах  $\frac{\Delta R}{R(0)} = \frac{R(B) - R(0)}{R(0)}$  від величини  $B$ .

Магнітооптичні методи є перспективними для вимірювання магнітних властивостей багатошарових плівкових систем, в яких спостерігається ефект ГМО та структур типу феромагнетик/діелектрик/феромагнетик, що характеризуються великим тунельним магнітоопором.

Дослідження магнітооптичного ефекту Керра (МОКЕ) для плівкових систем проводилося на установці в інституті фізики університету ім. Й. Гуттенберга (м. Майнц, Німеччина). Криві намагнічування вимірювалися для двох геометрій: поздовжній та перпендикулярній. Зовнішній вигляд установки для дослідження МОКЕ та її схема представлені на рис. 2.10. Приклади залежностей кута повороту Керра від індукції магнітного поля представлені на рис. 2.11.

При вимірюванні МОКЕ використовуються два магнітооптичні ефекти – це ефект Керра та Фарадея. Перший проявляється у тому, що після відбиття лінійно поляризованого світла від зразка, він стає еліптично поляризованим та

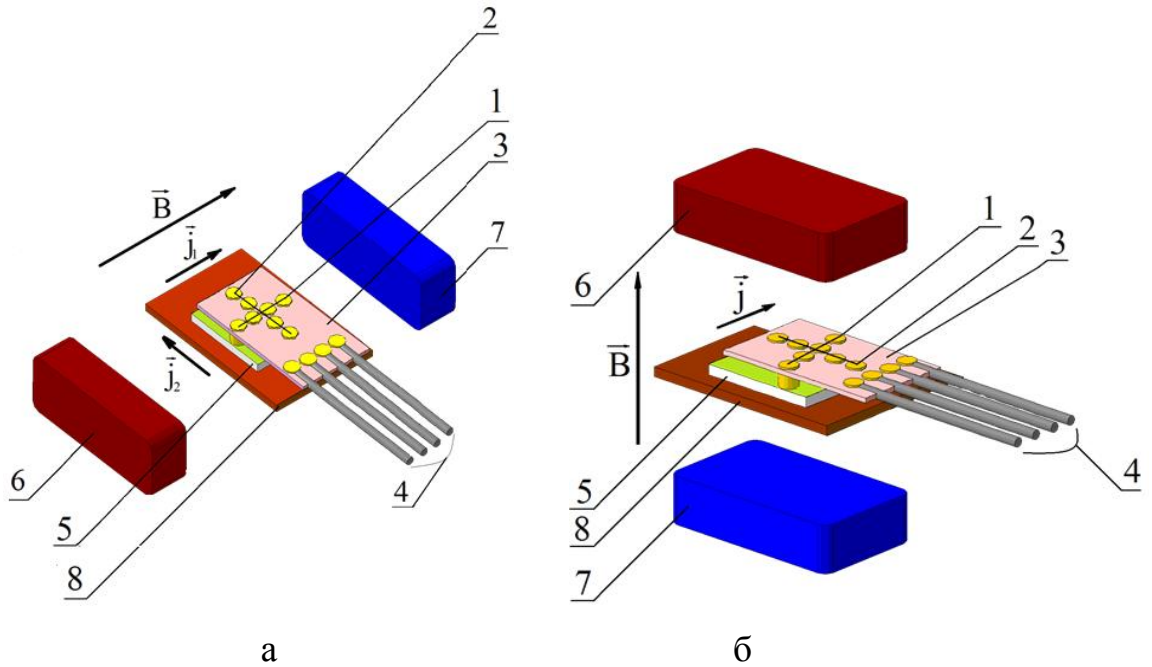


Рис. 2.8. Схематичне підключення контактів та розташування зразка відносно полюсів магніту при вимірюванні магнітоопору у поздовжній і поперечній (а) та перпендикулярній (б) геометріях вимірювання: 1, 2 – притискні контакти; 3 – підкладка з притискними контактами; 4 – виводи для підключення омметра; 5 – досліджуваний зразок; 6, 7 – електромагніти; 8 – підкладка-тримач

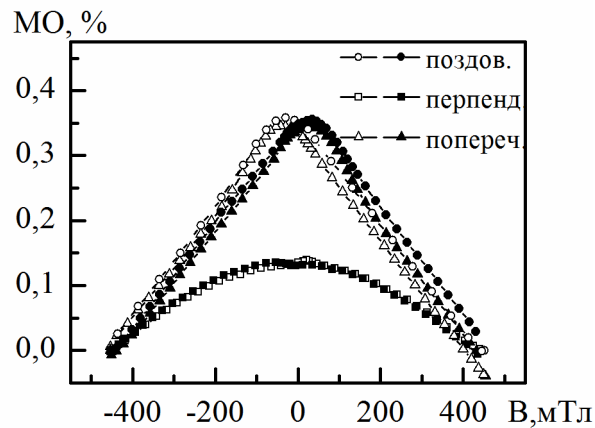
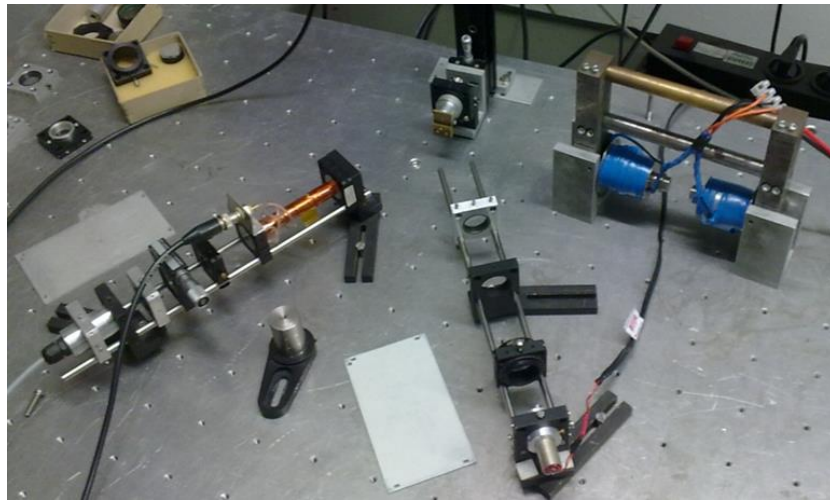
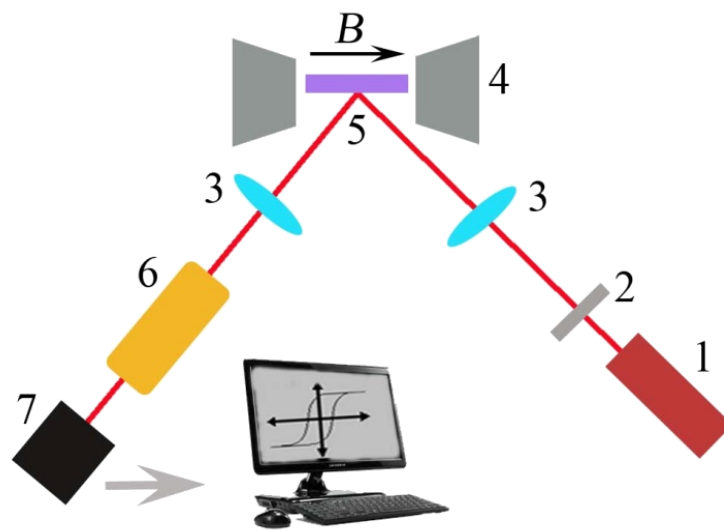


Рис.2.9. Польові залежності магнітоопору плівкової системи  $Fe_xAu_{1-x}/\Pi$ , де  $x = 30$  ат.% виміряні для трьох геометрій вимірювання (поздовжньої, поперечної та перпендикулярної)



а



б

Рис. 2.10. Зовнішній вигляд (а) та схема установки для вимірювання МОКЕ (б): 1 – лазер; 2 – поляризатор; 3 – фокусуючі лінзи; 4 – електромагніт; 5 – зразок; 6 – модулятор Фарадея; 7 – фотодетектор для передавання сигналу на комп'ютер

площина поляризації повертається. Ефект Фарадея проявляється у зміні поляризації світла при проходженні крізь середовище. Принцип вимірювання МОКЕ базується на тому, що будується залежність кута повороту Керра (визначається за допомогою модулятора Фарадея) від індукції магнітного поля – петля намагнічування, яка дозволяє визначити індукцію розмагнічування, поле насичення та залишкову намагніченість плівки.

Для вимірювання повороту площини поляризації при намагнічуванні функціональних матеріалів у залежності від величини прикладеного зовнішнього магнітного поля використовувалося випромінювання He-Ne лазера з  $\lambda = 632.8$  нм (напівпровідниковий лазер з  $\lambda = 650$  нм). Таке випромінювання проходить через поляризатор та відбивається від поверхні зразка і направляється на аналізатор, за яким встановлюється фотоприймач. Як поляризатор та аналізатор використовувалися лінзи Глана-Томсона.

Лазерне випромінювання фокусувалося на поверхні зразка за допомогою додаткової фокусуючої лінзи. В результаті відбивання світла від поверхні плівки відбувається поворот площини поляризації, величина якого змінюється разом із намагніченістю зразка. Для намагнічування зразків використовувався електромагніт, що дозволяє виконувати вимірювання в діапазоні магнітних полів  $B = (0 - 150)$  мТл.

Для дослідження магнітних характеристик за об'ємом досліджуваних зразків був використаний вібраційний магнітометр, зовнішній вигляд якого представлено на рис. 2.12.а.

У роботі був використаний вібраційний магнітометр VSM-7312 американської фірми Lake Shore Cryotronics, Inc., який дає можливість експериментально досліджувати магнітний момент і його кутові залежності в широкому діапазоні полів та температур для всіх типів матеріалів (діа-, пара-, феро-, антиферо- та феримагнетики, магніто-оптичні і анізотропні матеріали, порошки, плівки, монокристали, рідини тощо) за допомогою комп'ютерно-автоматизованого комплексу. Приклад петель магнітного гістерезису представлено на рис. 2.12 б. На основі цих залежностей визначалися

коерцитивна сила ( $B_c$ ), намагніченість насичення ( $M_s$ ) та залишкова намагніченість ( $M_r$ ).

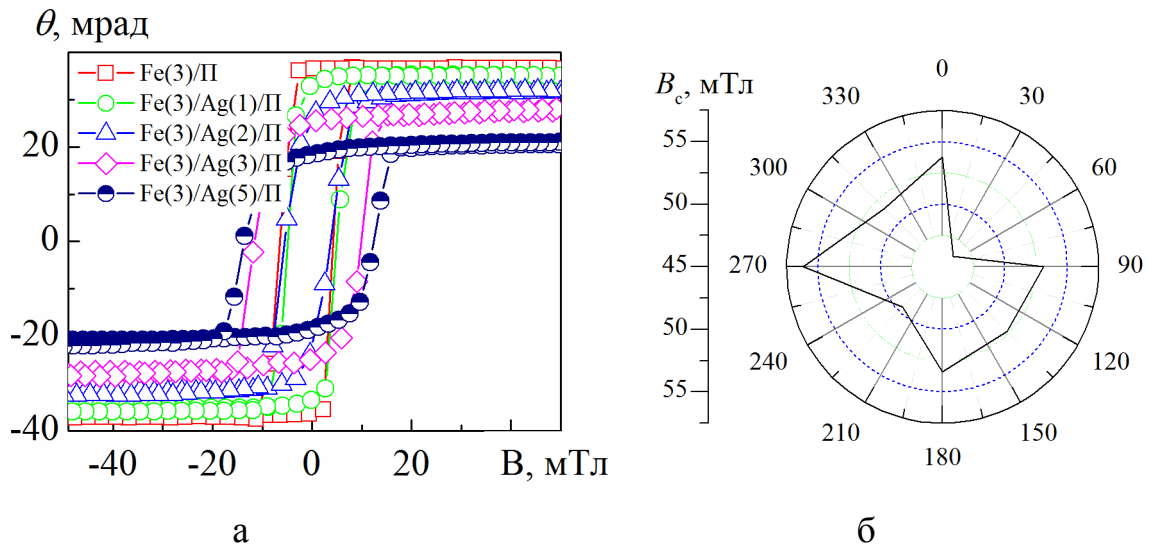


Рис. 2.11. Приклади залежностей кута повороту Керра від індукції магнітного поля (а) та коерцитивної сили  $B_c$  від кута повороту зразка в полярних координатах для плівкових зразків на основі Fe та Ag

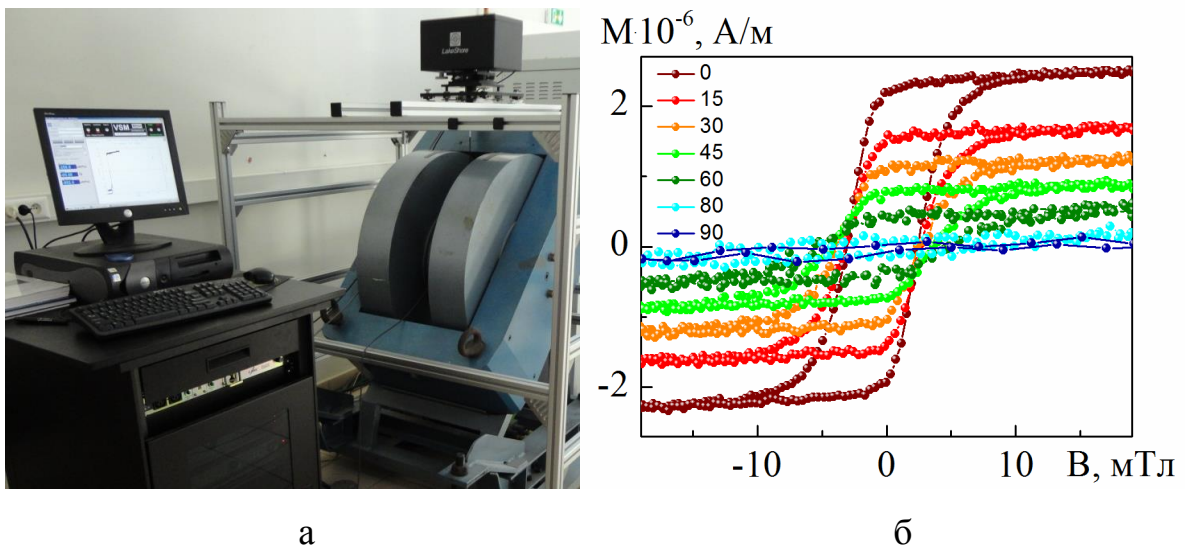


Рис.2.12. Зовнішній вигляд вібраційного магнітометра VSM-7312 (а) та приклад польових залежності виміряні при різних кутах методом вібраційної магнітометрії для плівкового зразка Ag(3)/Fe(5)/Pi (б)



## 2.4. Дослідження фазового складу і кристалічної структури

### 2.4.1. Застосування методів електроннографії та просвічувальної електронної мікроскопії

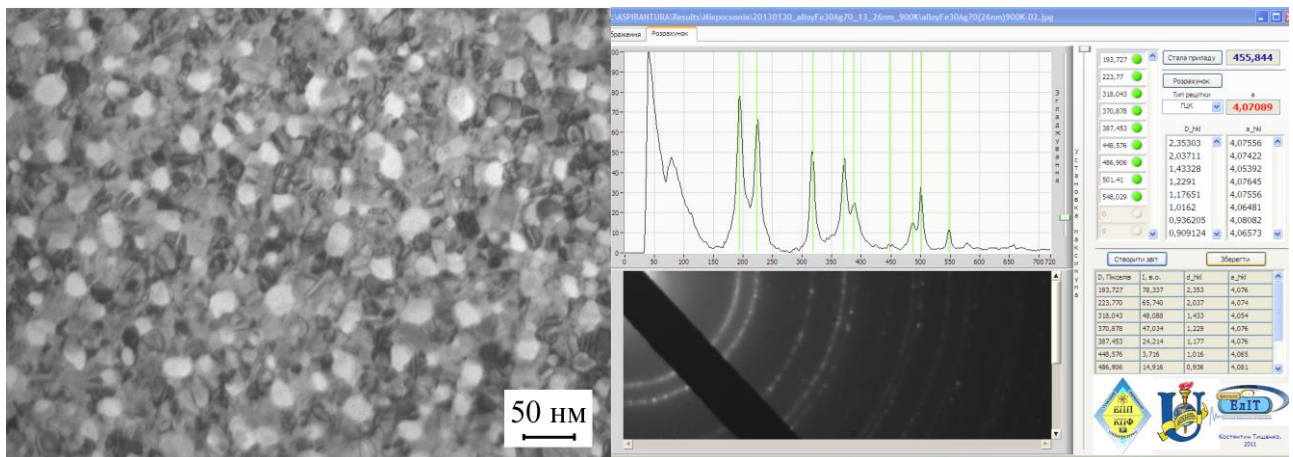
Структура плівкових зразків та їх фазовий склад залежить від ряду факторів, серед яких слід відмітити умови одержання та вплив на зразок як в процесі конденсації так і по її завершенню різних фізичних факторів: температури, магнітних та електричних полів, деформації тощо. Для проведення електроннографічних та електронно-мікроскопічних досліджень був використаний просвічувальний електронний мікроскоп з високою розрізняювальною здатністю ПЕМ-125К. Діапазон збільшень в режимі ПЕМ складає величину  $(1-200) \cdot 10^3$  разів, точність визначення параметру кристалічної ґратки  $\pm 0,0001$  нм. Як підкладки використовувалися вуглецеві плівки попередньо сконденсовані на скол монокристалу NaCl та препаративані на мікроскопічні мідні або платинові сіточки.

Термообробка мікроскопічних сіточок із досліджуваними зразками проводилася також з використанням мідного столику та екранів. Додатково до цього сіточки розміщалися між двома ситалових пластинами що забезпечувало їх гарне закріплення та унеможливлення термодифузії атомів міді із столику у плівковий зразок.

Обробка електроннограм отриманих методом ПЕМ досліджень плівкових зразків проводилася за стандартною методикою детально описаною в роботах [106, 107]. Спочатку на основі дифракційної картини від тонкої плівки Al (еталон) товщиною 30-40 нм визначалася стала приладу (C). Потім на електроннограмах отриманих для досліджуваних зразків проводились вимірювання діаметрів дифракційних кілець, розраховувались відповідні ним міжплощинні відстані ( $d_{hkl}$ ) та параметр ґратки (a) за допомогою співвідношень для кристалів кубічної сингонії:

$$C = D_{hkl}^0 \cdot d_{hkl}^0, \quad d_{hkl} = \frac{C}{D_{hkl}}, \quad a_{hkl} = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (2.8)$$

Приклад мікроструктури та електронограми від плівкової системи на основі Fe та Ag представлено на рис. 2.14.а. Для аналізу картин дифракції нами була використано програмне забезпечення детально описане у [108], зовнішній вигляд вікна програми якого представлено на рис. 2.14.б. Дана програма дає можливість видаляти фон з отриманого спектру, який не несе в собі корисної інформації, проводити операції згладжування для зниження рівня шуму, пов'язаного з оцифровуванням зображення. За положенням піків на отриманих спектрах для еталонного зразка проводиться визначення сталої приладу, після чого – безпосереднє розшифрування дифракційних картин згідно методики описаної вище. Основними перевагами даного програмного забезпечення є знаходження на електронограмах положення кілець малої інтенсивності, точне визначення інтенсивності всіх кілець відносно найяскравішого та можливість аналізу їх ширини.



а

б

Рис. 2.14. Структура (а) та зовнішній вигляд вікна програми аналізу дифракційної картини (б) плівкового зразка  $Fe_xAg_{1-x}/Pi$ , де  $x = 30$  ат.%, товщиною 30нм, відпаленого до 900К

#### 2.4.2. Метод енерго-дисперсійного аналізу (ЕДА)

Ренгеноспектральний метод дослідження був використаний для контролю наявності домішок та визначення концентрації компонент. Методика ЕДА базується на аналізі енергетичного спектру рентгенівського випромінювання,

що виникає при опроміненні зразка високоенергетичним пучком електронів. Для більш коректного проведення аналізу плівкових зразків як підкладки використовувалися кремнієві пластини.

У процесі кількісного аналізу розраховувалось концентрація заданого елемента. В аналізаторах використовується широко розповсюджений метод ZAF-коррекції і метод Phi-Rho-Z який дозволяє з високою точністю розрахувати в зразку концентрацію легких елементів, для чого із спектру характеристичного рентгенівського випромінювання необхідно виключити фон (безперервне рентгенівське випромінювання) методом цифрової фільтрації. Енергодисперсійні спектри отримувалися на сканувальний електронному мікроскопі JSM-6400 (вакуум  $10^{-5}$  Па), який знаходиться в Інституті фізики університету ім. Й. Гуттенберга у м. Майнц (Німеччина), за допомогою приставки WINEDS High Performance X-ray Microanalysis.

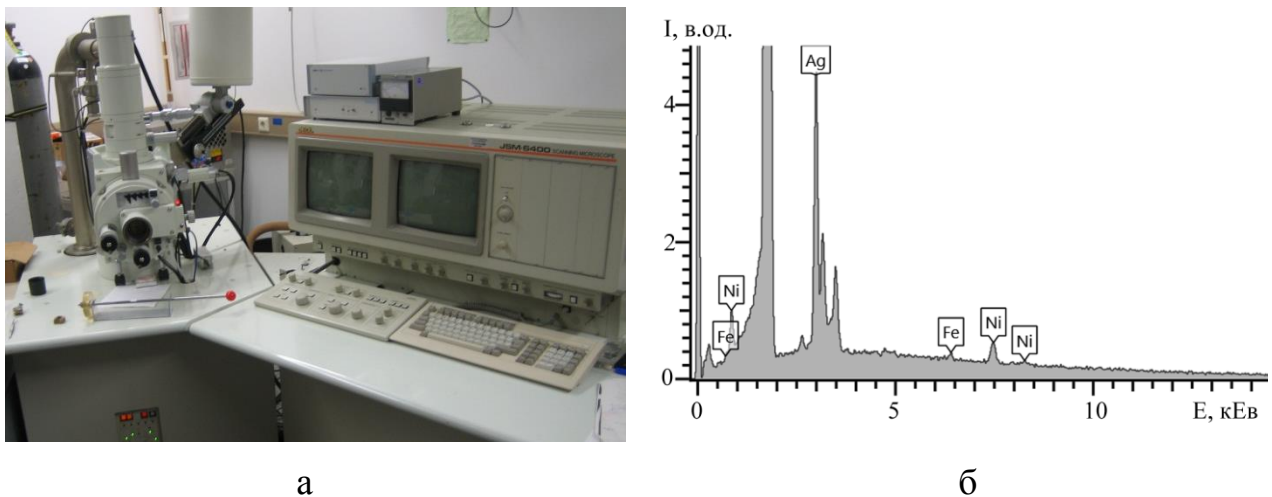


Рис. 2.15. Загальний вигляд сканувального електронного мікроскопу JSM-6400 (а) та приклад ЕДА спектру, отриманий від плівкового зразка на основі Ру та Ag при  $c_{Ag} = 82$  ат.%

Для усунення домішок і створення вакууму, вакуумна камера додатково обладнана посудиною охолодженою рідким азотом, як для конденсації домішок так і для охолодження детектора аналізу спектру рентгенівського випромінювання DX3000 Detector Power Supply. На рис. 2.15 представлений

зовнішній вигляд растрового мікроскопу та наведений приклад спектру ЕДА, що був знятий від плівкового зразка на основі Рu та Ag при  $c_{Ag} = 82$  ат. %.

## Висновки до розділу 2

1. Відповідно до задач досліджень були застосовані такі методи отримання та дослідження функціональних матеріалів на основі Fe та/або Ni та Ag або Au: пошарова та одночасна конденсація в технологічному та надвисокому вакуумі; метод кварцового резонатора для вимірювання товщини *in-situ*; метод просвічувальної електронної мікроскопії і електронографії для дослідження кристалічної структури і фазового складу плівкових систем; енерго-дисперсійний спектральний аналіз; метод високоточної резистометрії при дослідженні магніторезистивних та електрофізичних властивостей; методи вібраційної магнітометрії, МОКЕ та феромагнітного резонансу при дослідженні магнітних та магнітооптичних властивостей.

2. Встановлення відповідностей між структурно-фазовим станом та фізичними процесами в плівкових матеріалах на основі Fe, Ni та Ag або Au може бути проведено за умови комплексних досліджень електрофізичних, магніторезистивних, магнітних та магнітооптичних властивостей плівкових систем, з урахуванням методу отримання, умов конденсації та термообробки.

3. Виходячи з особливостей експериментальних досліджень особливу увагу було приділено точності вимірювань, розробці та вдосконаленню програмно-апаратних комплексів з контролю швидкості конденсації та товщини отриманих плівкових систем і дослідженню їх електрофізичних властивостей.

### РОЗДІЛ 3

## КРИСТАЛІЧНА СТРУКТУРА І ФАЗОВИЙ СКЛАД ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ

Як було зазначено в літературному огляді при формуванні плівкових матеріалів на основі феромагнітних і благородних металів у залежності від методу їх отримання можна реалізувати різний структурно-фазовий стан: від збереження індивідуальності окремих шарів при пошаровій конденсації до утворення неупорядкованих твердих розчинів. Формування різного фазового стану у процесі конденсації або його зміна у процесі термообробки може суттєво вплинути на магніторезистивні та електрофізичні властивості. Тому перш ніж перейти до безпосереднього їх вивчення, необхідно дослідити особливості структурно-фазового стану систем на основі Fe і Ag або Au, а також сплаву пермалою  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  і Ag.

### 3.1 Кристалічна структура і фазовий склад одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au [109, 111, 112]

Дослідження фазового складу і кристалічної структури плівок Fe (рис. 3.1) проводилося також з метою встановлення впливу температури підкладки ( $T_{\text{п}}$ ) на їх структурно-фазовий стан. Формування зразків відбувалося на підкладках, які знаходилися за кімнатної температури та підігріті до 500 К. Температура 500 К була вибрана на основі даних роботи [62], згідно якої при даній температурі плівки Fe мають найменшу шорсткість. Шорсткість інтерфейсів на межі магнітний/немагнітний метал є одним із ключових факторів при формуванні структур, в яких реалізується ефект спин-залежного розсіювання електронів. Також аналіз літературних даних показав, що на структурні та магнітні властивості плівок Fe впливають не тільки матеріал підкладки, а також і їх ефективна товщина [110,113-116], тому при дослідженні електрофізичних та магніторезистивних властивостей використовувався однаковий тип підкладки, а ефективна товщина змінювалася в межах від 5 до 50 нм.

Як видно з рисунків 3.1а та 3.1в, не залежно від температури підкладки та ефективної товщини плівок Fe, на електроннограмах спостерігаються чітко виражені лінії, які відповідають кристалографічним площинам (110), (200), (211), (310). Розшифровка електроннограм показує, що у свіжесконденсованому стані, як при кімнатній температурі підкладки, так і підігрітій до 500 К, плівки заліза мають ОЦК структуру з параметром кристалічної ґратки  $a = 0,286$  нм, що відповідає даним для масивного ОЦК-Fe [117].

Аналіз дослідження кристалічної структури плівок Fe, сконденсованих на підкладки за кімнатної температури (рис. 3.1б), показав, що середній розмір зерна  $L$  суттєво залежить від його товщини. Так при переході від товщини 10 нм до 30 нм величина  $L$  зростає приблизно в три рази (з 10 до 30 нм). Поряд з цим конденсація на підігріту підкладку дозволяє отримати зразки зі значно більшими розмірами кристалів навіть при відносно малій ефективній товщині (рис. 3.1г). Величина  $L$  зростає більше ніж у 5 разів при ефективній товщині зразка 10 нм. Зміну характеру кристалічної структури плівкових матеріалів при конденсації на підігріту підкладку автори роботи [118, 119] пов'язують з підвищенням рухливості атомів, що абсорбуються. Це приводить до згладжування невідповідностей у орієнтації, що виникають при рості сусідніх зародків, внаслідок збільшення поверхневої та об'ємної дифузії. Результатом змін характеру протікання дифузійних процесів стає зменшення площі меж зерен та зниження повної енергії плівки, що приводить до зменшення внутрішніх макронапружень, та як наслідок, до зменшення її розтріскування.

Отже, на даному етапі можна зробити висновок, що для формування шарів Fe без розтріскувань, з чіткою електроннограмою та меншою густиною дефектів, сконденсованих безпосередньо на підкладку, необхідно проводити її підігрів.

Слід зазначити, що на електроннограмах не фіксуються домішкові фази. Зокрема відсутні лінії, що належать оксидній фазі  $Fe_3O_4$ , яка зазвичай утворюється внаслідок взаємодії атомів заліза з газами залишкової атмосфери у вакуумній камері або безпосередньо у колоні мікроскопу як результат розігріву зразка електронним променем. Подальші дослідження, детально представлені у

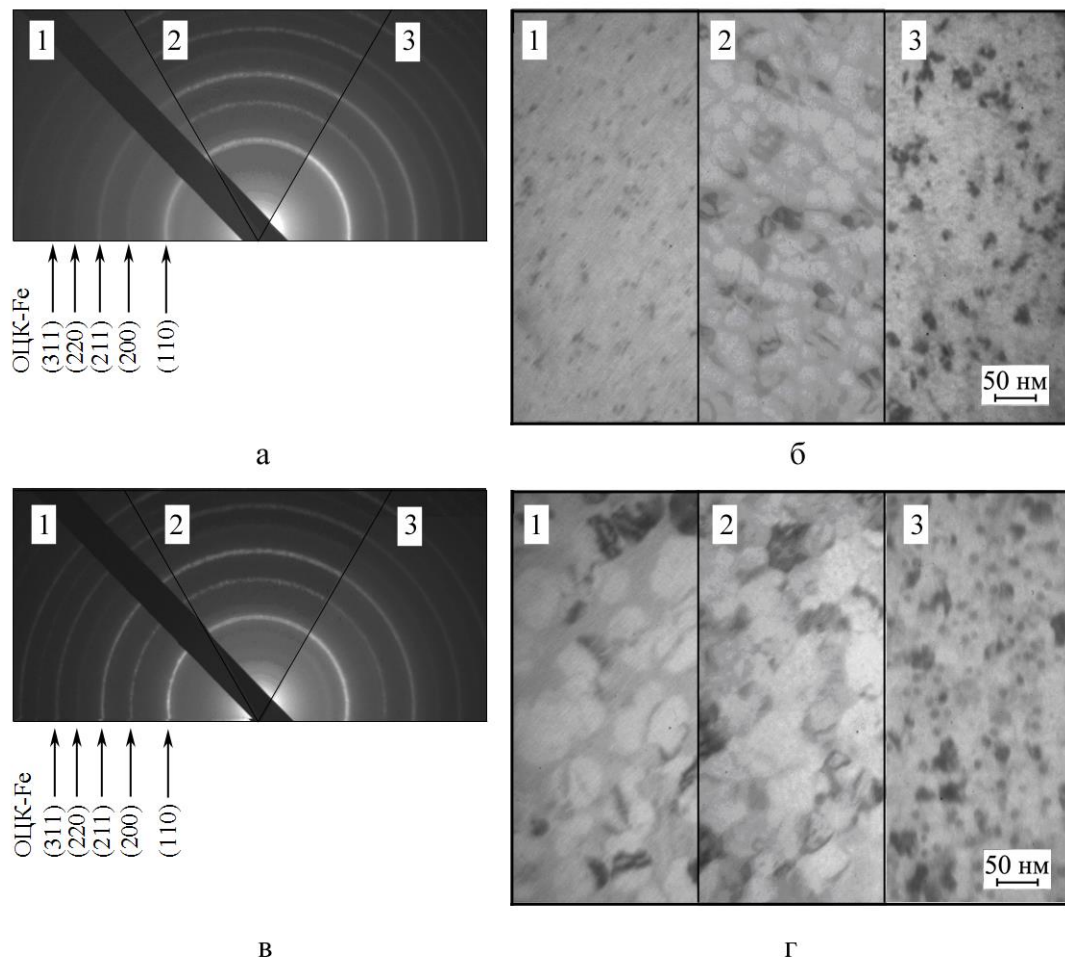


Рис. 3.1. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (б, г) від плівок Fe, сконденсованих при температурі підкладки  $T_p = 300$  (а, б) та 500 К (в, г) при товщині зразків 10 (1), 30 (2) та 50 нм (3)

[109] показали, що температура, за якої починається процес окислення плівок Fe є розмірно-залежною величиною, як і температура заліковування дефектів. При збільшенні товщини зразка з 10 до 100 нм відбувається поступове зростання температури, за якої відбувається хімічний перехід  $Fe \rightarrow Fe + Fe_3O_4$  (з 550 до 720 К). Це пояснює відсутність ліній оксидної фази  $Fe_3O_4$  на електронограмах для зразків, осаджених на підігріту до 500 К підкладку (рис. 3.1в). Цей факт необхідно враховувати при термостабілізації функціональних елементів, сформованих на основі Fe.

Типова електронограма та мікроструктура для плівок Fe товщиною (5-50) нм, осаджених за кімнатної температури та відпаленої до  $T_B = 800$  К, меншої за температуру хімічного переходу  $Fe \rightarrow Fe + Fe_3O_4$ , на прикладі зразка Fe(50)/П

представлені на рис. 3.2. Обробка результатів електронно-мікроскопічних досліджень показала, що фазовий склад даного зразка відповідає ОЦК структурі з середнім параметром ґратки  $\bar{a} = 0,2873$  нм, що дещо більше у порівнянні зі свіжосконденсованим зразком. Також процес відпалювання до 800 К приводить до збільшення середнього розміру кристалітів приблизно у (2-3) рази.

При формуванні функціональних елементів альтернативою Fe в даній роботі став феромагнітний сплав пермалой  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ . Інтервал досліджуваних товщин, як і у випадку одношарових плівок Fe, становив (5-50) нм. На рис. 3.3 представлені типові для плівок пермалою дифракційні картини та мікроснімки кристалічної структури після конденсації та відпалювання до 500 К, що відповідає температурі заліковування дефектів, для зразка  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(20)/\text{П}$ . Аналіз результатів структурних та електроннографічних досліджень показав наступне. Зразки після конденсації мають ГЦК-ґратку з параметром  $a = 0,3541$  нм, близькому до параметру інтерметаллідної фази  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  ( $a = 0,355$  нм [120]). Оксидні фази електроннографічно не фіксуються, що свідчить про достатньо високу чистоту отриманих зразків після осадження.

У процесі термовідпалювання до 500 К фазовий склад зразка залишається незмінним і відповідає ГЦК- $\text{Ni}_3\text{Fe}$  з дещо збільшеним параметром ґратки  $a = 0,3556$  нм. Утворення оксидних фаз не відбувається. Про це свідчить відсутність додаткових ліній на електроннограмах після відпалювання (рис. 3.3в). Даний результат узгоджується з результатами, представленими у літературному огляді, згідно яких утворення оксидних фаз у плівках Ru відбувається при температурах вищих за 900 К. Див. наприклад [45].

Як видно з рис. 3.3б, зразки мають дрібнодисперсну структуру. Середній розмір зерен не перевищує 5 нм. Процес термовідпалювання не вносить змін у характер кристалічної структури зразків. Вона залишається нанорозміною. Величина  $L$  не перебільшує 6 нм. Такий результат узгоджується з даними роботи [65], автори якої отримали аналогічний результат для плівок пермалою  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , осаджених методом магнетронного розпилення. Вони показали, що



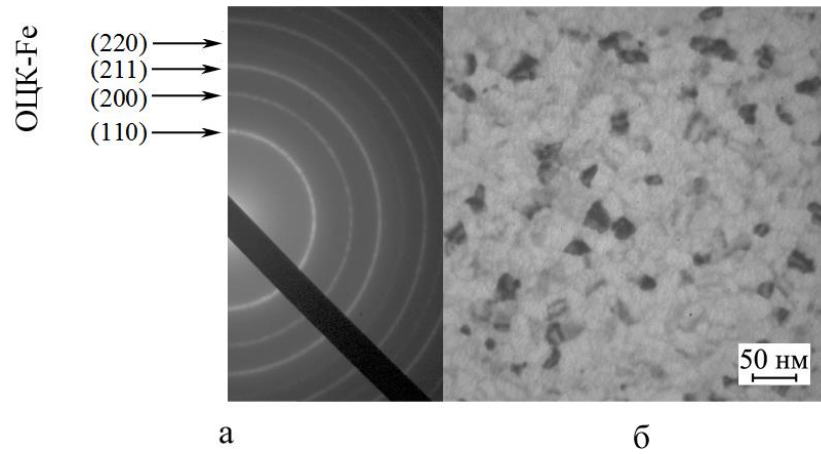


Рис. 3.2. Дифракційна картина (а) та мікроснімок кристалічної структури (б) плівки Fe(40)/П після термовідпалювання до 800 К

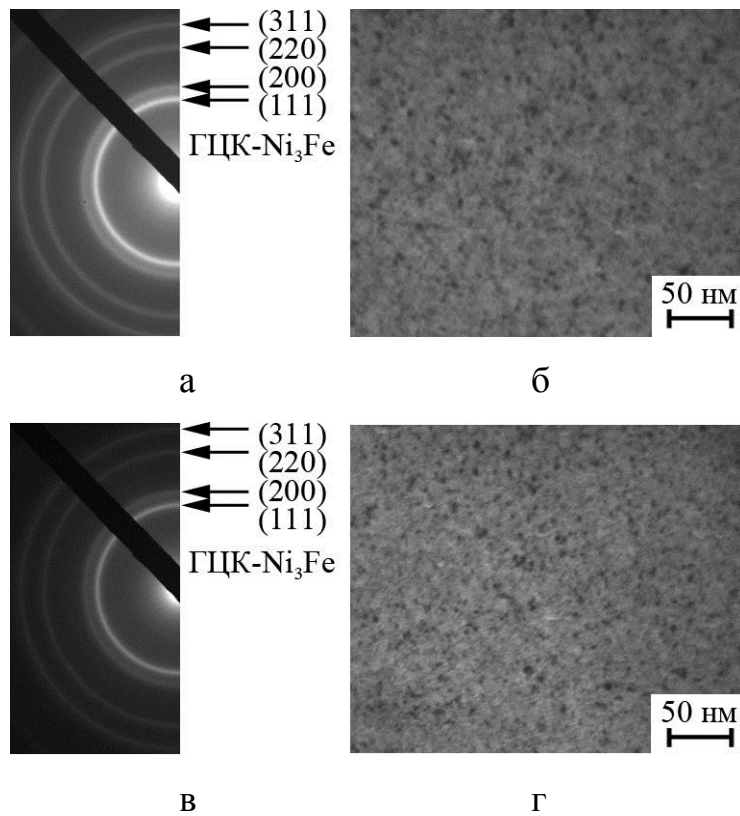


Рис. 3.3. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (в, г) плівки Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(20)/П після конденсації (а, б) та термовідпалювання до 500 К (в, г)

термообробка зразків у діапазоні  $T = 300-523$  К приводить до незначного зростання середнього розміру кристалітів з 4,7 до 5,3 нм, тобто фактично не спричиняє змін у кристалічній структурі зразків.

Дослідження структурно-фазового стану плівок Ag проводилося у більш широкому інтервалі товщин ( $d = 5-100$  нм) та температур ( $T = 300-1100$  К). Результати показали наступне. Для всього діапазону досліджуваних товщин за вибраних умов конденсації фазовий стан плівок Ag відповідає ГЦК структурі з середнім параметром ґратки  $\bar{a}$  (ГЦК-Ag) = 0,4085 нм, який може несуттєво зростати у процесі термообробки (рис. 3.3, табл. 3.1). Особливістю кристалічної структури плівок Ag є те, що навіть при товщині 30 нм вони можуть бути структурно-несуцільними. На мікроснімках кристалічної структури присутні канали між незрощеними ділянками зразка (рис. 3.4).

Більш детальний аналіз зміни кристалічної структури та фазового складу плівок Ag у процесі термовідпалювання в діапазоні від 300 до 1100 К розглянемо на прикладі зразка Ag(20)/П (рис. 3.5). Аналіз ширини та інтенсивності ліній на електронограмах до та після відпалювання до 750, 900 та 1100 К (рис. 3.5а) показує наступне. З ростом температури відпалювання ширина ліній на дифракційних картинах стає вужчою, при цьому на самих кільцях з'являються додаткові точкові рефлекси, що свідчить про збільшення розміру зерен (областей когерентного розсіювання) у процесі термообробки зразків. Це підтверджують мікроснімки кристалічної структури, отримані при різних температурах відпалювання і представлені на рис. 3.5б. Після конденсації (300 К) зразок є несуцільним, про що свідчить велика кількість каналів у площині зразка, та має кристалічну структуру з середнім розміром зерна  $L = 10$  нм. При температурі 750 К відбувається не тільки суттєве зростання середнього розміру кристалітів, а й ширини каналів між ними. Утворюється система острівців розмірами від 30 до 200 нм ізольованих один від одного. Подальше підвищення температури до 900 та 1100 К приводить до укрупнення зерен в самих острівцях, а їх форма і розмір суттєво не змінюється.

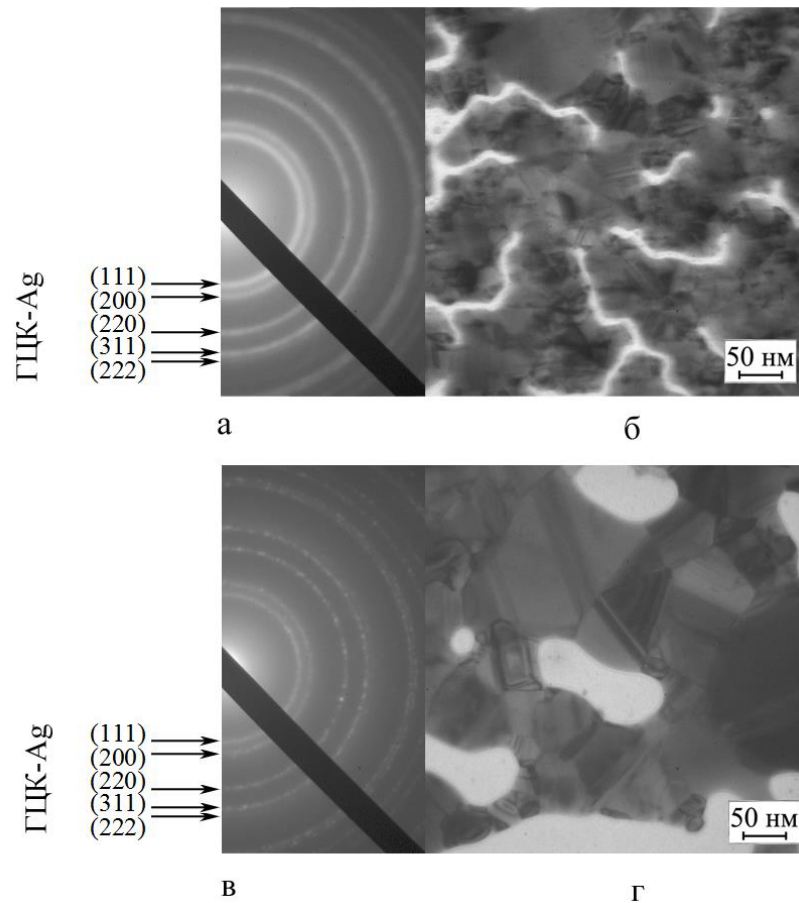


Рис. 3.4. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (б, г) плівки Ag(30)/П до (а, б) та після термовідпалювання до  $T = 800$  К (в, г)

Таблиця 3.1

### Розшифровка дифракційних картин плівкового зразка Ag(30)/П після конденсації

| №   | 300 К          |     |        |                | 800 К                 |     |        |                | $d_{hkl}^0$ , нм<br>[123] |
|---|----------------|-----|--------|----------------|-----------------------|-----|--------|----------------|---------------------------|
|   | $d_{hkl}$ , нм | hkl | фаза   | $a_{hkl}$ , нм | $d_{hkl}$ , нм        | hkl | фаза   | $a_{hkl}$ , нм |                           |
| 1   | 0,2359         | 111 | ГЦК-Аg | 0,4087         | 0,2359                | 111 | ГЦК-Аg | 0,4083         | 0,2360                    |
| 2   | 0,2063         | 200 | ГЦК-Аg | 0,4080         | 0,2044                | 200 | ГЦК-Аg | 0,4088         | 0,2040                    |
| 3   | 0,1449         | 220 | ГЦК-Аg | 0,4087         | 0,146                 | 220 | ГЦК-Аg | 0,4089         | 0,1445                    |
| 4   | 0,1238         | 311 | ГЦК-Аg | 0,4086         | 0,1232                | 311 | ГЦК-Аg | 0,4086         | 0,1232                    |
| 5   | 0,1180         | 222 | ГЦК-Аg | 0,4084         | 0,1179                | 222 | ГЦК-Аg | 0,4085         | 0,1179                    |
| $\bar{a} = 0,4085$ нм, $a_0 = 0,4086$ нм [123]. |                |     |        |                | $\bar{a} = 0,4086$ нм |     |        |                |                           |

Д.С. – дуже сильна, С. – сильна, сл. – слабка

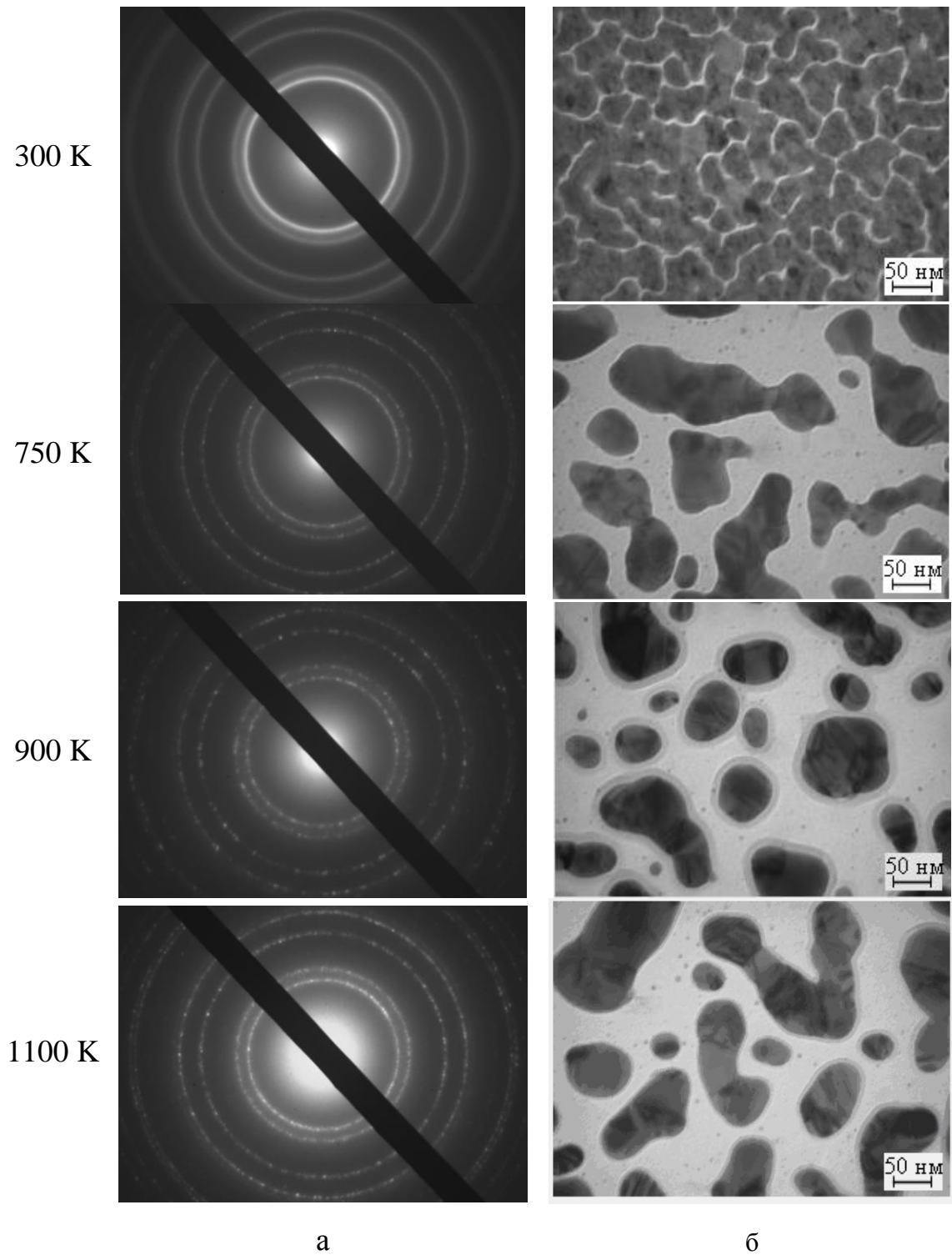


Рис. 3.5. Дифракційні картини (а) та мікроснімки кристалічної структури (б) від плівкового зразка  $\text{Ag}(20)/\text{П}$  після конденсації (300 К) та термовідпалювання до 750, 900 та 1100 К

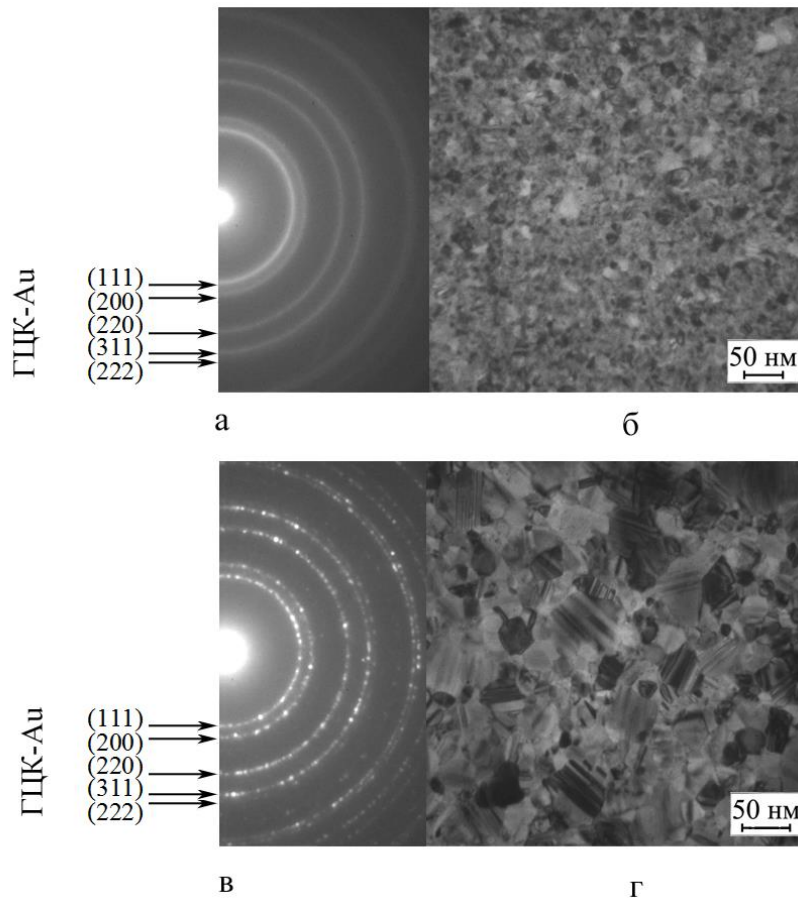


Рис. 3.6. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (б, г) від плівкового зразка Au(20)/Пі після конденсації (а, б) та термовідпалювання до 800 К (в, г)

Таблиця 3.2

**Розшифровка дифракційних картин плівки Au(20)/Пі після конденсації та термовідпалювання до 700 К**

| №   | 300 К          |     |        |                | 800 К                 |     |        |                | $d_{hkl}^0$ , нм<br>[117] |
|---|----------------|-----|--------|----------------|-----------------------|-----|--------|----------------|---------------------------|
|   | $d_{hkl}$ , нм | hkl | фаза   | $a_{hkl}$ , нм | $d_{hkl}$ , нм        | hkl | фаза   | $a_{hkl}$ , нм |                           |
| 1   | 0,2352         | 111 | ГЦК-Au | 0,4073         | 0,2354                | 111 | ГЦК-Au | 0,4077         | 0,236                     |
| 2   | 0,2037         | 200 | ГЦК-Au | 0,4074         | 0,2038                | 200 | ГЦК-Au | 0,4076         | 0,204                     |
| 3   | 0,1442         | 220 | ГЦК-Au | 0,4074         | 0,1443                | 220 | ГЦК-Au | 0,4081         | 0,144                     |
| 4   | 0,1228         | 311 | ГЦК-Au | 0,4076         | 0,1230                | 311 | ГЦК-Au | 0,4079         | 0,123                     |
| 5   | 0,0936         | 222 | ГЦК-Au | 0,4079         | 0,0936                | 222 | ГЦК-Au | 0,4079         | 0,117                     |
| $\bar{a} = 0,4075$ нм, $a_0 = 0,4078$ нм [123]. |                |     |        |                | $\bar{a} = 0,4078$ нм |     |        |                |                           |

На відміну від плівок Ag одношарові плівки Au формують суцільну структуру без каналів вже при товщині зразка 20 нм (рис. 3.6). Фазовий склад відповідає ГЦК-структурі з середнім параметром ґратки  $\bar{a} = 0,4075$  нм. Термовідпалювання не впливає на фазовий склад. При цьому слід відзначити, що параметр ґратки плівок, відпалених до 700 К, зростає ( $\bar{a} = 0,4078$  нм), а на електроннограмах формуються додаткові рефлекси, що слід пов'язувати з протіканням рекристалізаційних процесів при відпалюванні. Результати розшифровки електроннограм до та після термовідпалювання представлені у таблиці 3.2. Кристалічна структура плівок Au після конденсації типова для плівок благородних металів – кристалічна з досить чіткою огранкою окремих кристалітів з середнім розміром  $L = (10-15)$  нм (рис. 3.6б). У процесі термовідпалювання до 700 К відбуваються інтенсивні рекристалізаційні процеси, що призводять до суттєвого зростання зерен у (4-5) разів.

### 3.2 Плівкові системи на основі Fe та Ag або Au [121,122]

Згідно діаграми стану системи Ag-Fe для масивних зразків [23] взаємна розчинність компонент дуже обмежена у відповідності із правилом Юм-Розері. У масивному стані в системах на основі Fe та Ag не формуються інтерметалідні сполуки та не відбуваються твердофазні перетворення до температури у 1230 К. Однак, аналіз літературних даних показав, що у залежності від вибраного методу конденсації, фазовий склад систем на основі Fe та Ag може кардинально змінюватися. Враховуючи що у даній роботі були застосовані два методи формування зразків: одночасна та пошарова конденсація, тому проведено дослідження і аналіз структурно-фазового стану зразків, отриманих обома методами.

Розглянемо особливості фазового складу та кристалічної структури плівкових зразків на основі Fe та Ag, сформованих методом пошарової конденсації на прикладі двошарової системи Ag(30)/Fe(30)/П (рис. 3.7). У попередньому пункті зазначалося, що при нанесенні шарів Fe безпосередньо на

підкладку з метою запобігання розтріскувань та мінімізації густини дефектів у зразках у вихідному стані, її необхідно підігрівати. Тому при пошаровій конденсації шар Fe наносився на підігріту до 400 К підкладку.

Дослідження фазового складу пліткових зразків на основі Fe і Ag показало наступне. У невідпаленому стані (рис. 3.7а, таблиця 3.3) на електронограмах спостерігаються лінії, які належать ОЦК-гратці Fe із параметром  $\bar{a} = 0,2088$  нм та ГЦК-гратці Ag із  $\bar{a} = 0,4086$  нм. Вказані елементи належать компонентам вихідного зразка, а параметри ґратки відповідають величинам параметра ґратки для масивних Fe і Ag у межах похибки експерименту [23]. Порівняльний аналіз відносних інтенсивностей ліній на електронограмах, що належать фазам ГЦК-Ag і ОЦК-Fe, для двошарової системи Ag(30)/Fe(30)/П (рис. 3.6а) з відповідними лініями, що належать одношаровим зразкам Fe (рис. 3.1а) і Ag (рис. 3.4а) показав деяку невідповідність. Дана невідповідність у характері відносних інтенсивностей ліній на електронограмах пов'язана з накладанням ліній із міжплощинними відстанями  $d_{200}(\text{Ag})$  з  $d_{110}(\text{Fe})$ ,  $d_{220}(\text{Ag})$  з  $d_{200}(\text{Fe})$  та  $d_{222}(\text{Ag})$  з  $d_{211}(\text{Fe})$  (див. таблиця 3.3).

При зміні товщини окремих шарів у системі Ag/Fe/П зміна фазового складу ГЦК-Ag+ОЦК-Fe не відбувається. Даний результат узгоджується з даними роботи [28,124] і свідчить про те, що у пліткових системах на основі Fe і Ag, сформованих методом пошарової конденсації, до великої міри зберігається індивідуальність окремих шарів.

На мікрознімках кристалічної структури плівки Ag(30)/Fe(30)/П після конденсації (рис. 3.7) можна чітко виділити кристаліти, які належать фазі ГЦК-Ag, порівнюючи отриманий результат з даними для одношарових плівок. Середній розмір зерен ГЦК-Ag становить величину  $L = 30$  нм.

Аналізуючи дані розшифровки електронограм плівки Ag(30)/Fe(30)/П після відпалювання до 800 К (рис. 3.6б, табл. 3.3) слід зазначити, що у процесі термообробки відбувається незначне зменшення параметра ГЦК-ґратки ( $a = 0,4083$  нм), в той час як параметр ОЦК-ґратки ( $a = 0,2887$  нм) залишається незмінним у порівнянні з невідпаленим зразком. Це свідчить про те, що у процесі термовідпалювання в системах, отриманих методом пошарової



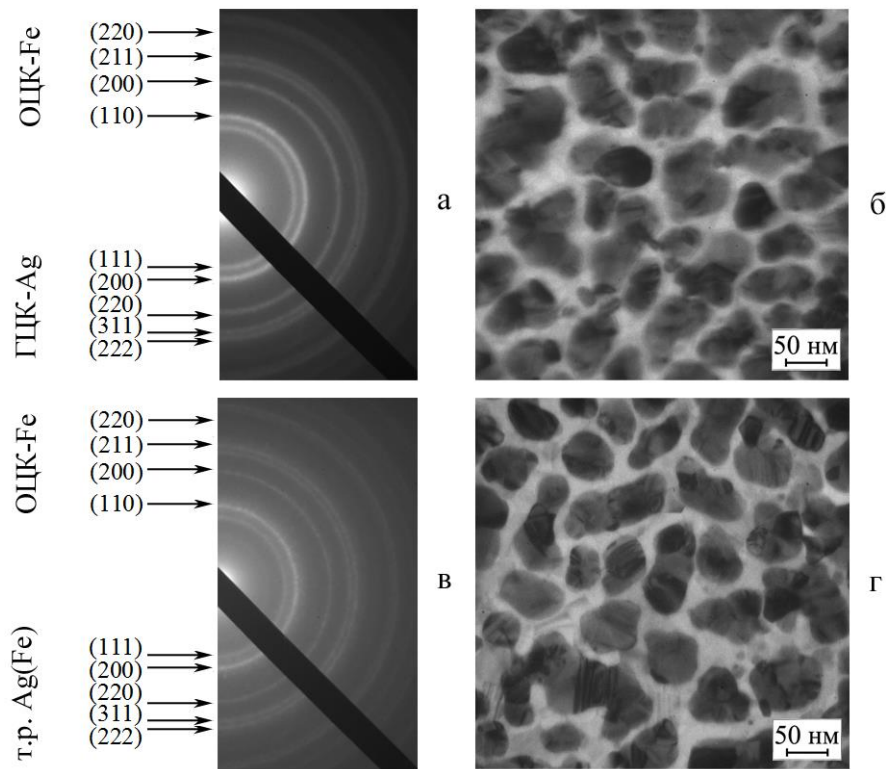


Рис. 3.7. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (б, г) тонкоплівкової системи Ag(30)/Fe(30)/П, отримана методом пошарової конденсації, до (а, б) та після термовідпалювання до  $T = 800$  К (в, г)

Таблиця 3.3

**Розшифрування електронограми від плівки Ag(30)/Fe(30)/П після конденсації та термовідпалювання до  $T = 800$ К**

| №  | I, в.о. | $d_{hkl}$ , нм | Фаза   | $hkl$ | $a$ , нм | $T = 300$ К  |             | $T = 800$ К |          |
|--|---------|----------------|--------|-------|----------|--|-------------|-------------|----------|
|  |         |                |        |       |          | $d_{hkl}$ , нм   | Фаза        | $hkl$       | $a$ , нм |
| 1  | С       | 0,2358         | ГЦК-Ag | 111   | 0,4084   | 0,2359   | т.р. Ag(Fe) | 111         | 0,4087   |
| 2  | Д.С.    | 0,2041         | ГЦК-Ag | 200   | 0,4081   | 0,2044   | т.р. Ag(Fe) | 200         | 0,4088   |
|  |         |                | ОЦК-Fe | 110   | 0,2886   |  | ОЦК-Fe      | 110         | 0,2890   |
| 3  | С.      | 0,1443         | ГЦК-Ag | 220   | 0,4081   | 0,1442   | т.р. Ag(Fe) | 220         | 0,4078   |
|  |         |                | ОЦК-Fe | 200   | 0,2886   |  | ОЦК-Fe      | 200         | 0,2884   |
| 4  | С.      | 0,1235         | ГЦК-Ag | 311   | 0,4095   | 0,1231   | т.р. Ag(Fe) | 311         | 4,083    |
| 5  | С.      | 0,1180         | ГЦК-Ag | 222   | 0,4087   | 0,1178   | т.р. Ag(Fe) | 222         | 0,4079   |
|  |         |                | ОЦК-Fe | 211   | 0,2890   |  | ОЦК-Fe      | 211         | 0,2886   |
| 6  | сл.     | 0,1022         | ГЦК-Ag | 400   | 0,4088   | 0,1021   | т.р. Ag(Fe) | 400         | 0,4082   |
|  |         |                | ОЦК-Fe | 220   | 0,2890   |  | ОЦК-Fe      | 220         | 0,2887   |
| 7  | сл.     | 0,2358         | ГЦК-Ag | 331   | 0,4084   | 0,2359   | т.р. Ag(Fe) | 331         | 0,4087   |
| $\bar{a}_{Ag} = 0,4086$ нм, $a_0^{Ag} = 0,4086$ нм<br>$\bar{a}_{Fe} = 0,2888$ нм, $a_0^{Fe} = 0,2860$ нм |         |                |        |       |          | $\bar{a}_{m.p.} = 0,4083$ нм, $a_0^{Ag} = 0,4086$ нм<br>$\bar{a}_{Fe} = 0,2887$ нм, $a_0^{Fe} = 0,2860$ нм |             |             |          |

Д.С. – дуже сильна, С. – сильна, сл. – слабка



конденсації, відбувається стабілізація розбавленого т.р. Ag(Fe) на основі ГЦК-гратки. Розчинність атомів Fe у шарі Ag у даному випадку незначна, оскільки розрахунковий параметр ГЦК-гратки для твердого розчину не на багато менший у порівнянні з даними для чистого Ag ( $a_0(\text{ГЦК-Ag}) = 0,4086$  нм). Аналогічний результат був отриманий у роботах [30, 32, 37].

При дослідженні кристалічної структури функціональних матеріалів, сформованих на основі феромагнітних матеріалів, особливу увагу слід приділяти аналізу розміру зерен феромагнітного матеріалу та характеру їх розподілу в об'ємі плівкового зразка. Це пов'язано з тим, що у залежності від їх розміру, зерна можуть знаходитися у суперпарамагнітному, однодоменному та багатодоменному, феромагнітному станах. Саме доменна структура і морфологія зерен відіграє ключову роль у прояві ефекту гігантського магнітоопору [125, 126], про який мова піде у наступному розділі.

Порівнюючи мікроснімки кристалічної структури зразка до та після термовідпалювання (рис. 3.7а, 3.7в) слід зазначити, що в процесі відпалювання двошарової плівки розміри кристалітів не змінюються, але при цьому проходять активні процеси рекристалізації. Також слід відмітити, що на мікроснімку, представленою на рис. 3.7в гранули ОЦК-Fe чітко не фіксуються, як і в роботах [32, 33] та мають неправильну форму, як і в роботах [32, 37].

Електроннографічні дослідження функціональних елементів на основі Fe і Ag, сформовані методом одночасної конденсації компонент вказують на те, що незалежно від концентрації компонент та загальної товщини, в системі (Fe+Ag)/П відбувається утворення ГЦК т.р. Ag(Fe) (рис. 3.8, табл. 3.4). Про формування т.р. свідчить суттєве зменшення параметра ГЦК-гратки від досліджуваного зразка ( $\bar{a}_{\text{Ag+Fe}} = 0,4020$  нм) відносно до табличних даних для ГЦК-Ag ( $a_0^{\text{Ag}} = 0,4086$  нм) [117]. Також слід відмітити, що зменшення параметра ГЦК-гратки приводить до накладання ліній (200), (220) і (222) з лініями (110), (200) і (211) від ОЦК-Fe. Результатом цього накладання є перерозподіл інтенсивностей дифракційних кілець та їх уширення на електроннограмах після конденсації (рис. 3.8а). У процесі термовідпалювання до 750 К не відбувається

змін у фазовому стані зразків (Fe+Ag)/П, отриманих одночасної конденсацією компонент. Спостерігається лише зростання параметра ГЦК-гратки т.р. Ag(Fe) (див. 3.8в і табл. 3.4).

Розглянемо більш детально, які зміни відбуваються у характері кристалічної структури зразків після термовідпалювання до різних температур. Як видно з рис. 3.8б та 3.9а після конденсації на мікроснімках кристалічної структури чітко можна виділити два типи зерен (сірого та чорного кольору), що підтверджує висновок про присутність фази ОЦК-Fe у зразку. У процесі термовідпалювання відбувається зростання кристалітів сірого кольору, що швидше за все належать сформованому твердому розчину, та локалізація частинок Fe за межами зерен. Контраст між двома типами кристалітів стає більш суттєвим при підвищенні температури відпалювання зразків до 900 та 1100 К. На мікроснімках рис. 3.9в та 3.9г на фоні великих зерен ( $L = 50\text{нм}$ ) чітко виділяються маленькі частинки розмірами близькими до 5 нм. Збільшення зерен т.р. у процесі термообробки до високих температур приводить до збільшення відстані між частинками заліза, що впливає на магніторезистивні властивості досліджуваних зразків. Це буде показано у наступному розділі роботи.

Більш цікавими, з точки зору змін у фазовому стані при зміні концентрації компонент, є системи на основі Fe і Au, сформовані методом одночасної конденсації компонент. Оскільки взаємна розчинність атомів Au в ОЦК гратці Fe або в ГЦП гратці Co у масивному стані дуже обмежена ( $\sim 1$  ат. %), то тому вважалось, що у плівковому стані вона також обмежена, хоча й може складати величину до 10 ат. %. Однак, експериментальні дослідження останніх років [38, 40, 42, 127, 128] показали, що у плівковій системі на основі Fe і Au при різних концентраціях атомів Fe утворюються інтерметаліди: із ГЦК граткою (фаза  $L1_1 - \text{Fe}_3\text{Au}$ ;  $L1_2 - \text{FeAu}$ ) або із ГЦТ граткою  $L1_0 - \text{FeAu}_3$

На рис. 3.10 представлені дифракційні картини для зразків загальною товщиною 20 нм, у яких концентрація благородної компоненти зменшується від 60 (позиція а) до 20 ат.% (позиція г). Результати розшифровки електроннограм зведені у таблиці 3.5.

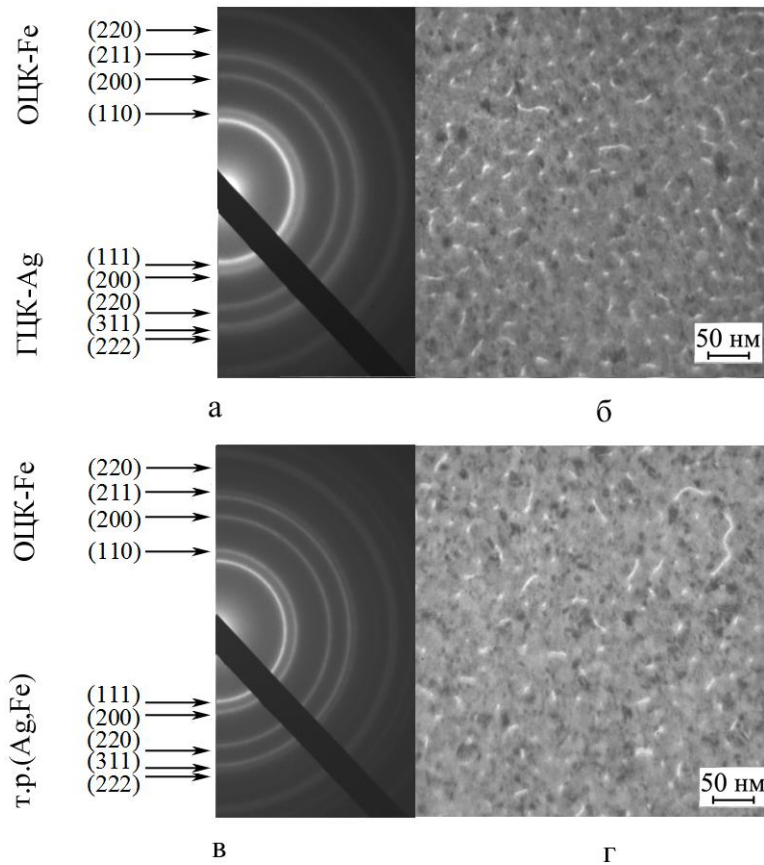


Рис. 3.8. Дифракційні картини (а, в) та мікроснімки кристалічної структури (б, г) системи  $(\text{Fe}+\text{Ag})/\text{П}$ , отриманої методом одночасної конденсації компонент, загальною товщиною 20 нм при  $c_{\text{Ag}} = 70$  ат.%, до (а, б) та після термовідпалювання до  $T = 750$  К (в, г)

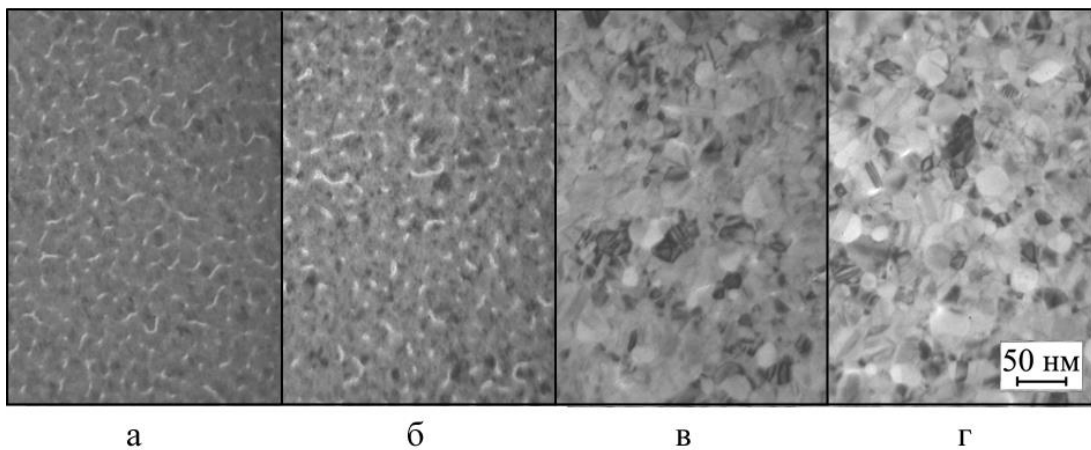


Рис. 3.9. Мікроснімки кристалічної структури плівкової системи  $(\text{Fe}+\text{Ag})/\text{П}$  при  $c_{\text{Ag}} = 70$  ат.% загальною товщиною 15 нм після конденсації при  $T_{\text{п}} = 300$  К(а) та термовідпалювання при  $T_{\text{в}} = 750$  (б), 900 (в) та 1100 К (г)

Таблиця 3.4

**Розшифрування електронограми від плівки (Fe+Ag)/П де  $c_{Ag} = 70$  ат.% загальною товщиною 13 нм після конденсації та термовідпалювання до  $T = 800\text{K}$**

| №   | $I, \text{в.о.}$ | $d_{hkl}, \text{нм}$ | фаза   | $hkl$ | $a, \text{нм}$ | $T = 300 \text{ K}$  |             | $T = 800 \text{ K}$ |                |
|---|------------------|----------------------|--------|-------|----------------|--|-------------|---------------------|----------------|
|   |                  |                      |        |       |                | $d_{hkl}, \text{нм}$   | фаза        | $hkl$               | $a, \text{нм}$ |
| 1   | Д.С.             | 0,2300               | ГЦК-Ag | 111   | 0,3983         | 0,2319   | т.р. Ag(Fe) | 111                 | 0,4017         |
| 2   | С.               | 0,2037               | ГЦК-Ag | 200   | 0,4075         | 0,2029   | т.р. Ag(Fe) | 200                 | 0,4058         |
|   |                  |                      | ОЦК-Fe | 110   | 0,2881         |  | ОЦК-Fe      | 110                 | 0,2869         |
| 3   | С.               | 0,1416               | ГЦК-Ag | 220   | 0,4006         | 0,1429   | т.р. Ag(Fe) | 220                 | 0,4043         |
|   |                  |                      | ОЦК-Fe | 200   | 0,2826         |  | ОЦК-Fe      | 200                 | 0,2858         |
| 4   | С.               | 0,1210               | ГЦК-Ag | 311   | 0,4012         | 0,1219   | т.р. Ag(Fe) | 311                 | 0,4043         |
| 5   | сл.              | 0,1156               | ГЦК-Ag | 222   | 0,4003         | 0,1168   | т.р. Ag(Fe) | 222                 | 0,4048         |
|   |                  |                      | ОЦК-Fe | 211   | 0,2832         |  | ОЦК-Fe      | 211                 | 0,2861         |
| $a_0^{Ag} = 0,4086 \text{ нм}, \bar{a}_{Ag(Fe)}' = 0,4020 \text{ нм};$<br>$a_0^{Fe} = 0,2860 \text{ нм}, \bar{a}_{Fe} = 0,2846 \text{ нм}.$ |                  |                      |        |       |                | $\bar{a}_{Ag(Fe)} = 0,4042 \text{ нм};$<br>$\bar{a}_{Fe} = 0,2862 \text{ нм}.$ |             |                     |                |

Дифракційні і електронно-мікроскопічні дослідження (рис. 3.10 а-г) вказують на те, що у плівкових зразках товщиною (20 – 40) нм безпосередньо після одночасної конденсації компонент стабілізується ГЦК фаза т.р. Au(Fe) до концентрації  $c_{Au} = 45$  ат.% не залежно від товщини зразка, а при  $c_{Au} = 15-35$  ат.% – квазіаморфний або кристалічний т.р.- $\alpha$ -Fe(Au). При цьому параметр ґратки т.р. спочатку зменшується з 0,4023 нм ( $c_{Au} = 55$  ат.%) до 0,2968 нм ( $c_{Au} = 35$  ат.%), потім знов зростає до 0,3014 нм при зменшенні  $c_{Au}$  до 20 ат.% [129]. Залежність параметра ґратки вказаних т.р. від концентрації атомів заліза  $c_{Fe}$  добре узгоджується із даними робіт [40] і [127]. У той же час утворення твердого розчину на основі  $\gamma$ -Fe у даній роботі, як і у роботі [128], не спостерігалось.

Аналіз мікрознімків кристалічної структури показав, що при переході від т.р. Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au) відбувається диспергування кристалічної структури зразків. При цьому їх структуру можна інтерпретувати як квазіаморфну (рис. 3.10 д-з). Слід зазначити, що згідно даних робіт [38, 40] т.р. Au(Fe) є неупорядкованим приблизно у діапазоні  $c_{Au} > 50$  ат.%. При концентрації благородного матеріалу близької до 50 ат.% відбувається формування

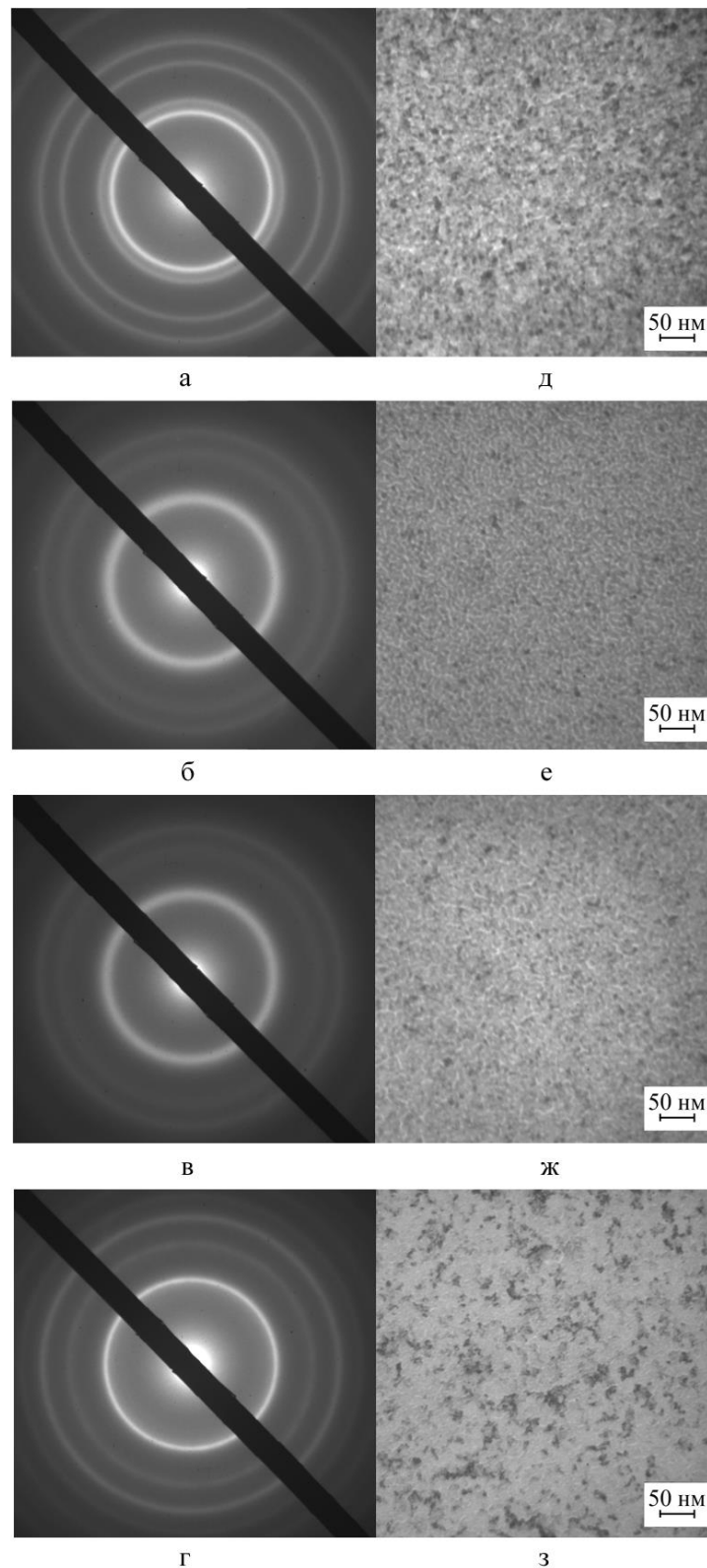


Рис. 3.10. Дифракційні картини (а-г) та мікроснімки кристалічної структури (д-з) для пліткових систем (Fe+Au)/П, в яких у залежності від концентрації компонент змінюється структурно-фазовий стан від ГЦК т.р.-Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au). Концентрація, ат.% Au: а, д - 60; б, е - 45; в, ж - 35 та г, з - 20

Таблиця 3.5

Розшифрування електронограми від плівок (Fe+Au)/П де  $c_{Au} = 60, 45, 35$  та  
20 ат.% загальною товщиною  $d = 20$  нм після конденсації

| $c_{Au}$ , ат.%   | № | $I$ , в.о. | $d_{hkl}$ , нм | Фаза             | $hkl$ | $a$ , нм |
|---|---|------------|----------------|------------------|-------|----------|
| 60  | 1 | Д.С.       | 0,2318         | т.р. Au(Fe)      | 111   | 0,4015   |
|   | 2 | С.         | 0,2027         | т.р. Au(Fe)      | 200   | 0,4054   |
|   | 3 | С.         | 0,1418         | т.р. Au(Fe)      | 220   | 0,4012   |
|   | 4 | С.         | 0,1209         | т.р. Au(Fe)      | 311   | 0,4011   |
|   | 5 | сл.        | 0,1162         | т.р. Au(Fe)      | 222   | 0,4024   |
| $\bar{a}_{Au(Fe)} = 0,4023$ нм, $a_0^{Au} = 0,4078$ нм        |   |            |                |                  |       |          |
| 45  | 1 | Д.С.       | 0,2006         | т.р. Au(Fe)      | 200   | 0,4011   |
|   | 2 | С.         | 0,1410         | т.р. Au(Fe)      | 220   | 0,3987   |
|   | 3 | С.         | 0,1200         | т.р. Au(Fe)      | 311   | 0,3982   |
|   | 4 | С.         | 0,1145         | т.р. Au(Fe)      | 222   | 0,3966   |
| $\bar{a}_{Au(Fe)} = 0,3987$ нм, $a_0^{Au} = 0,4078$ нм        |   |            |                |                  |       |          |
| 35  | 1 | Д.С.       | 0,2203         | $\alpha$ -Fe(Au) | 110   | 0,3116   |
|   | 2 | С.         | 0,1415         | $\alpha$ -Fe(Au) | 200   | 0,2830   |
|   | 3 | С.         | 0,1207         | $\alpha$ -Fe(Au) | 211   | 0,2958   |
| $\bar{a}_{\alpha-Fe(Au)} = 0,2968$ нм, $a_0^{Fe} = 0,2866$ нм |   |            |                |                  |       |          |
| 20  | 1 |            | 0,2139         | $\alpha$ -Fe(Au) | 110   | 0,3025   |
|   | 2 |            | 0,1495         | $\alpha$ -Fe(Au) | 200   | 0,2990   |
|   | 3 |            | 0,1228         | $\alpha$ -Fe(Au) | 211   | 0,3009   |
|   | 4 |            | 0,1072         | $\alpha$ -Fe(Au) | 220   | 0,3032   |
| $\bar{a}_{\alpha-Fe(Au)} = 0,3014$ нм, $a_0^{Fe} = 0,2866$ нм |   |            |                |                  |       |          |

нанокластерів на основі впорядкованого т.р. Fe(Au) із структурою  $L1_0$  [41, 42] та параметрами тетрагональної ґратки  $a = 0,367$  нм і  $c = 0,360$  нм [42]. Відмітимо, що у випадку роботи [41] формування фази  $L1_0$  відбувалося у мультишарах  $[\text{Fe}1\text{ML}/\text{Au}1\text{ML}]_{100}$ .

### 3.3 Плівкові системи на основі Ru та Ag [129]

На рис. 3.11 та 3.12 представлені типові електронोगрами та мікроснімки кристалічної структури для плівкових систем (Ru+Ag)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент, загальною товщиною 50 нм при  $c(\text{Ag}) = 63$  ат.% у свіжосконденсованому стані (рис. 3.11) та після термовідпалювання до температури заліковування дефектів 500 К (рис. 3.12). Особлива увага приділялася вивченню структурно-фазового стану зразків при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат.%, оскільки при даній концентрації реалізується найбільше значення ізотропного магнітоопору. Також додатково проводився аналіз компонентів плівкових зразків (пермалою та срібла). Відповідні електронोगрами та мікроснімки також представлені на рис. 3.11 та 3.12. Результати розшифровки електронogram зведені відповідно у табл. 3.6. та 3.7.

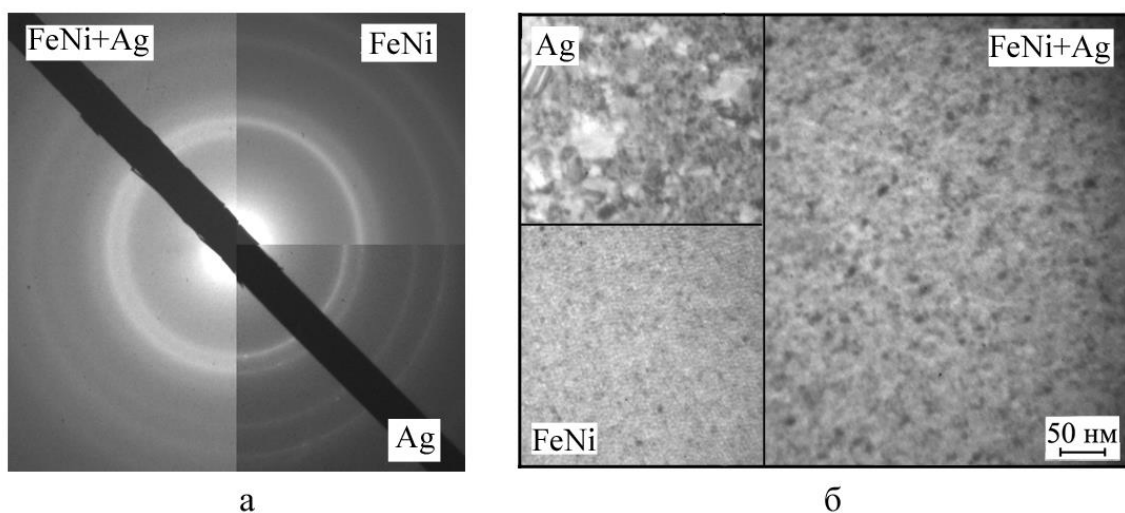


Рис. 3.11. Дифракційні картини (а) та мікроснімки кристалічної структури (б) плівкового зразка (Ru+Ag)/П при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат. % загальною товщиною 50 нм та його складових компонент після конденсації

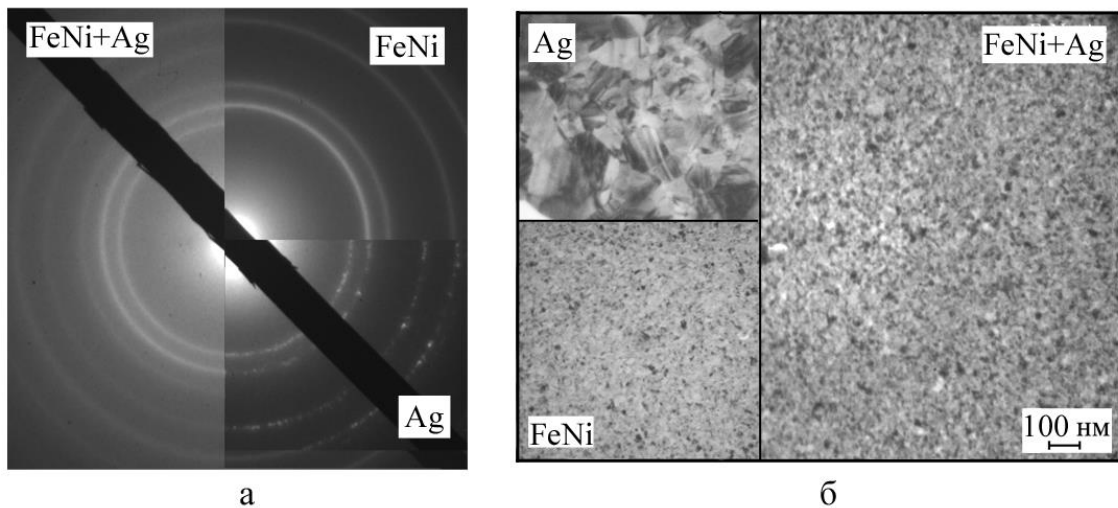


Рис. 3.12. Дифракційні картини (а) та мікроснімки кристалічної структури (б) плівкового зразка (Pу+Ag)/П при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат. % загальною товщиною 50 нм та його складових компонент після термовідпалювання до 500 К

Дослідження фазового складу плівкових зразків на основі пермалою та срібла показали наступне. У невідпаленому стані (рис. 3.11, табл. 3.6) на електронограмах спостерігаються лінії, які відповідають комбінації двох ГЦК ґраток. Зіставляючи електронограми для зразка (Pу+Ag)/П з електронограмами для його складових компонент, як це показано на рис. 3.11 а, можна побачити чітке співпадіння дифракційних кілець зразка на основі пермалою і срібла та відповідних зразків складових компонент. Отже, можна зробити висновок, в системи (Pу+Ag)/П фіксується двофазний склад, який відповідає комбінації ГЦК- $\text{Ni}_3\text{Fe}$  + ГЦК-Ag. Даний висновок підтверджують і порівняльний аналіз розшифровки дифракційних картин, представлений у таблицях 3.6 та 3.7. Параметри ґратки для зразка (Pу+Ag)/П становлять  $\bar{a}$  (ГЦК- $\text{Ni}_3\text{Fe}$ ) = 0,3532 нм та  $\bar{a}$  (ГЦК-Ag) = 0,4075, що відповідає даним для складових компонент. Параметр ґратки для одношарової плівки срібла становить величину 0,4076 нм, а для одношарової плівки пермалою – 0,3537 нм, що у межах похибки експерименту відповідає величинам параметра ґратки для масивних матеріалів [117, 120].



Таблиця 3.6

**Розшифровка дифракційної картини плівкового зразка (Pу+Ag)/П до та після термовідпалювання до 500 К**

| №  | (Pу+Ag)/П,<br>$c_{Ag} = 63$ ат. %, $d = 50$ нм<br>300 К |       |                        |  | (Pу+Ag)/П,<br>$c_{Ag} = 63$ ат. %, $d = 50$ нм<br>500 К |       |                        |                | $d_{hkl}^0$ , нм<br>[123,<br>126] |
|--|---|-------|------------------------|--|---|-------|------------------------|----------------|-----------------------------------|
|  | $d_{hkl}$ , нм  | $hkl$ | фаза                   | $a_{hkl}$ , нм   | $d_{hkl}$ , нм  | $hkl$ | фаза                   | $a_{hkl}$ , нм |                                   |
| 1  | 0,2351  | 111   | ГЦК-Ag                 | 0,4072   | 0,2360  | 111   | ГЦК-Ag                 | 0,4087         | 0,2360                            |
| 3  | 0,2040  | 200   | ГЦК-Ag                 | 0,4080   | 0,2045  | 200   | ГЦК-Ag                 | 0,4090         | 0,2040                            |
|  |   | 111   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3533   |   | 111   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3550         | 0,2044                            |
| 5  | 0,1763  | 200   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3526   | 0,1772  | 200   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3544         | 0,1772                            |
| 6  | 0,1440  | 220   | ГЦК-Ag                 | 0,4072   | 0,1442  | 220   | ГЦК-Ag                 | 0,4078         | 0,1445                            |
| 7  | 0,1235  | 311   | ГЦК-Ag                 | 0,4079   | 0,1232  | 311   | ГЦК-Ag                 | 0,4086         | 0,1232                            |
|  |   | 220   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3500   | 0,1250  | 220   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3535         | 0,1253                            |
|  | 0,1069  | 311   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3545   | 0,1072  | 311   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3555         | 0,1069                            |
| $\bar{a}$ (ГЦК-Ag) = 0,4075 нм;<br>$\bar{a}$ (ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe) = 0,3532 нм. |   |       |                        | $\bar{a}$ (ГЦК-Ag) = 0,4085 нм;<br>$\bar{a}$ (ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe) = 0,3546 нм. |   |       |                        |                |                                   |
| $a_0$ (ГЦК-Ag) = 0,4086 нм; $a_0$ (ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe) = 0,354 нм.             |   |       |                        |  |   |       |                        |                |                                   |

Таблиця 3.7

**Розшифровка дифракційної картини складових компонент системи (Pу+Ag)/П після конденсації та термовідпалювання до 500 К**

|                       | № | 300 К          |       |                        |                       | 500 К          |       |                        |                | $d_{hkl}^0$ , нм<br>[123,<br>126] |
|-----------------------|---|----------------|-------|------------------------|-----------------------|----------------|-------|------------------------|----------------|-----------------------------------|
|                       |   | $d_{hkl}$ , нм | $hkl$ | фаза                   | $a_{hkl}$ , нм        | $d_{hkl}$ , нм | $hkl$ | фаза                   | $a_{hkl}$ , нм |                                   |
| Ag                    | 1 | 0,2355         | 111   | ГЦК-Ag                 | 0,4079                | 0,2357         | 111   | ГЦК-Ag                 | 0,4082         | 0,2360                            |
|                       | 2 | 0,2040         | 200   | ГЦК-Ag                 | 0,4080                | 0,2041         | 200   | ГЦК-Ag                 | 0,4082         | 0,2040                            |
|                       | 3 | 0,1440         | 220   | ГЦК-Ag                 | 0,4073                | 0,1443         | 220   | ГЦК-Ag                 | 0,4081         | 0,1445                            |
|                       | 4 | 0,1227         | 311   | ГЦК-Ag                 | 0,4070                | 0,1231         | 311   | ГЦК-Ag                 | 0,4082         | 0,1232                            |
|                       | 5 | 0,1177         | 222   | ГЦК-Ag                 | 0,4077                | 0,1179         | 222   | ГЦК-Ag                 | 0,4084         | 0,1179                            |
| $\bar{a} = 0,4076$ нм |   |                |       |                        | $\bar{a} = 0,4082$ нм |                |       |                        |                |                                   |
| Pу                    | 1 | 0,2040         | 111   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3533                | 0,2043         | 111   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3538         | 0,2044                            |
|                       | 2 | 0,1769         | 200   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3538                | 0,1771         | 200   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3524         | 0,1772                            |
|                       | 3 | 0,1250         | 220   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3535                | 0,1252         | 220   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3541         | 0,1253                            |
|                       | 4 | 0,1067         | 311   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3538                | 0,1070         | 311   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3548         | 0,1069                            |
|                       | 5 | 0,1022         | 222   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3540                | 0,1024         | 222   | ГЦК-Ni <sub>3</sub> Fe | 0,3547         | 0,1023                            |
| $\bar{a} = 0,3537$ нм |   |                |       |                        | $\bar{a} = 0,3540$ нм |                |       |                        |                |                                   |

Відсутність додаткових ліній свідчить про той факт, що домішкові фази (оксиди, карбіди тощо) не утворюються або знаходяться в такій кількості, що електроннографічно не фіксуються.

Слід відмітити, що внаслідок накладання ліній з міжплощинними відстанями  $d_{200}(\text{Ag})$  та  $d_{311}(\text{Ni}_3\text{Fe})$  відбувається зростання інтенсивності відповідного дифракційного кільця. Також відмічаємо, що на електроннограмі для зразка на основі пермалою і срібла, отриманого одночасною конденсацією компонент, дифракційні кільця є дещо розмитими. Це пов'язано з тим, що зразок у вихідному стані має нанорозмірну структуру. Даний висновок підтверджують результати досліджень кристалічної структури зразків після конденсації. Як видно з рис. 3.12б, кристалічна структура для одношарової плівки Ag крупнодисперсна з середнім розміром зерна  $L = 20$  нм. В той же час одношарова плівка пермалою має типову для феромагнітних матеріалів лабіринтну структуру з середнім розміром зерна, що не перевищує 5 нм. Кристалічна структура системи (Ru+Ag)/П представляє собою комбінацію двох типів зазначених вище структур. Внаслідок особливостей процесу формування зразка, а саме використання одночасної конденсації компонент системи, відбувається стагнація росту кристалітів Ag, що приводить до зменшення їх середнього розміру.

Рис. 3.13 ілюструє дифракційні картини та мікрознімки кристалічної структури системи (Ru+Ag)/П при зменшенні загальної товщини до 20 нм та збільшенні температури відпалювання до 700 К.

Чітко видно, що зміна умов термообробки зразка до 700 К не приводить до змін його фазового стану (рис. 3.13в). Дифракційні картини представляють собою комбінацію двох ГЦК ґраток з параметрами 0,3562 та 0,4084 нм, відповідно для пермалою та срібла. Вплив процесу термообробки до 700 К на кристаліти Ru та Ag різний. Кристаліти Ru нанорозмірні ( $L = 2-5$  нм) і несуттєво зростають у процесі відпалювання. В той же час кристаліти Ag зростають більш суттєво (рис. 3.13е), хоча збільшення їх знов-таки не настільки суттєве у порівнянні з одношаровими плівками Ag.

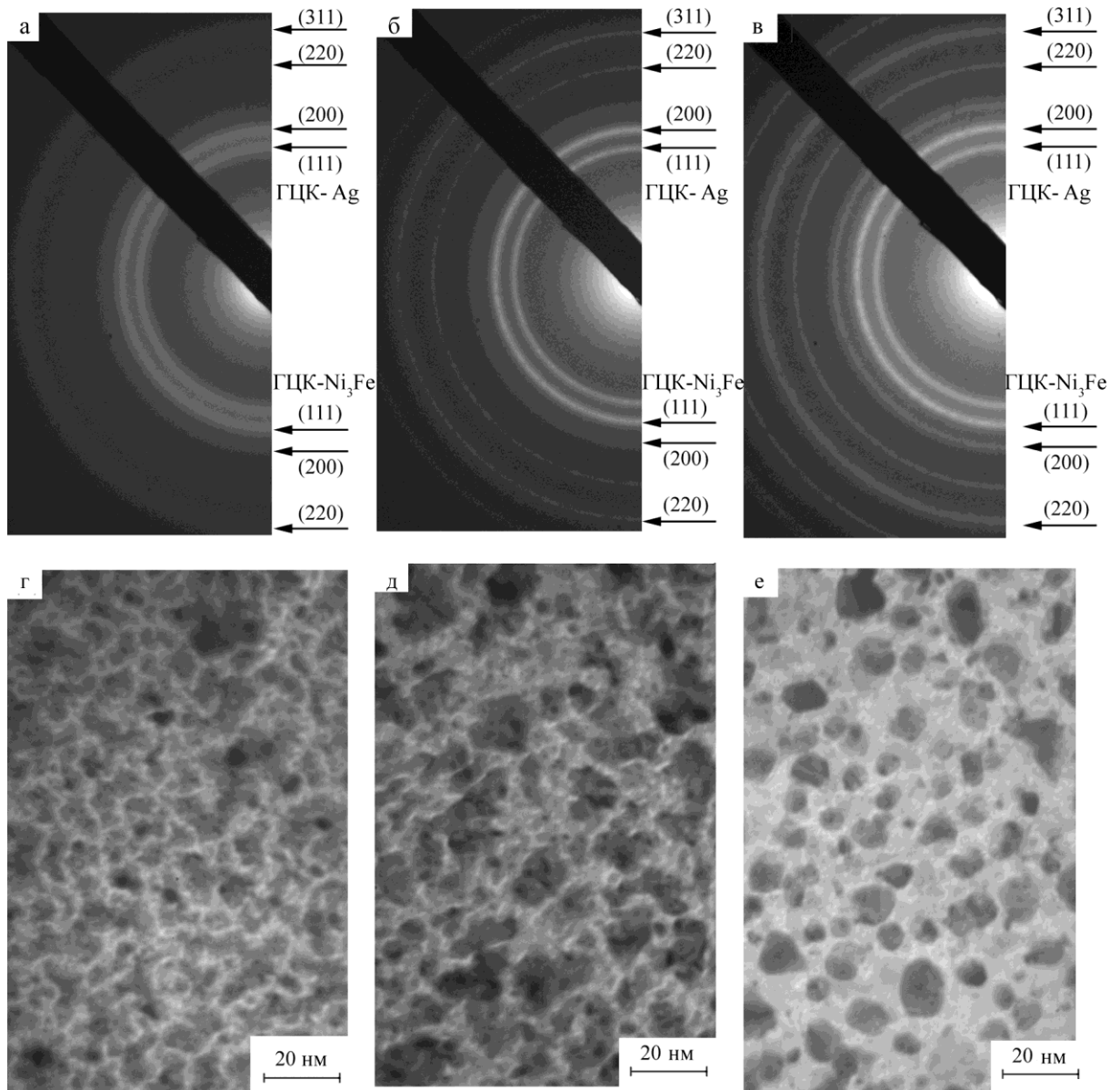


Рис. 3.13. Дифракційні картини (а-в) та мікроснімки кристалічної структури (г-е) тонкоплівкової системи (Ru+Ag)/П загальною товщиною 20 до (а, г) та після термовідпалювання до 500 (б, д) і 700 К (в, е)

### 3.4. Аналіз елементного складу [129]

Наявність домішок у плівкових зразка, а також відповідність розрахункової за співвідношенням (2.3) величини концентрації компонент у системі експериментальним даним визначалися методом енергодисперсійного аналізу. Точність визначення композиційного складу систем важлива з точки зору правильності інтерпретації подальших результатів електрофізичних, магніторезистивних та магнітних властивостей функціональних елементів на основі феромагнітних і благородних металів.

По-перше, зазначимо, що на основі результатів, отриманих методом ЕДА було підтверджено, що одношарові плівки пермалою мають хімічний склад: 20 ат. % Fe + 80 ат. % Ni (рис. 3.14). Елементи Si, Ca та Ti відповідають матеріалу підкладки (ситалу).

По-друге, була уточнена концентрація компонент досліджуваних функціональних елементів на основі Fe і Ag, Fe і Au та Pu і Ag.

Приклади енергодисперсійних спектрів для плівкових систем (Fe+Ag)/П (Fe+Au)/П, (Pu+Ag)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент t представлені на рис. 3.15. Порівняння експериментальних і розрахованих за співвідношенням (2.3) результатів концентрацій окремих компонент наведені в табл. 3.8. Аналіз елементного складу зразків методом ЕДА показав, що на спектрах присутні лише піки, що відповідають складовим металам систем,

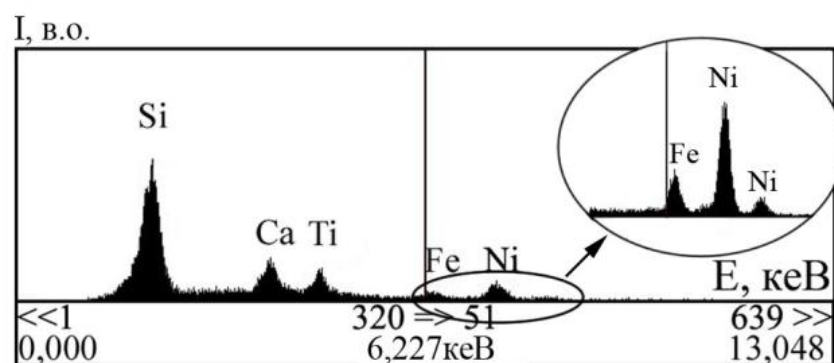
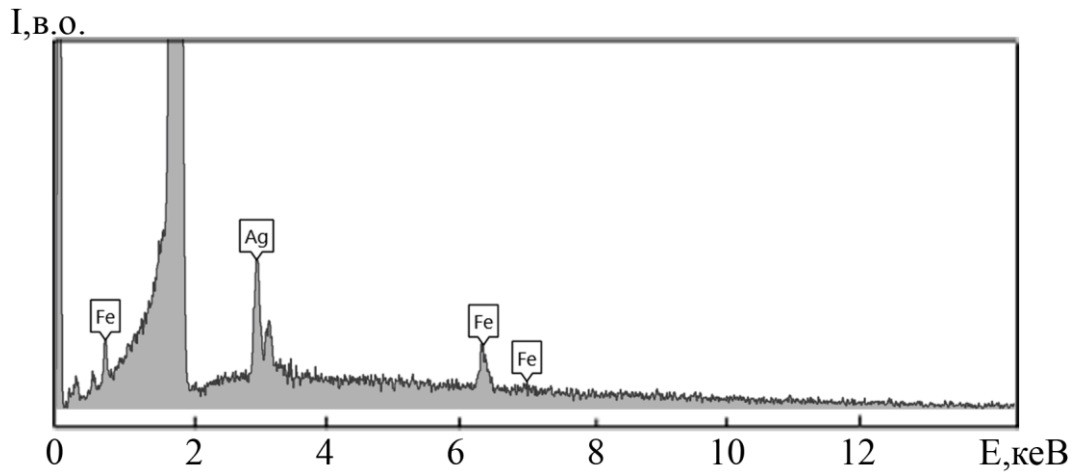
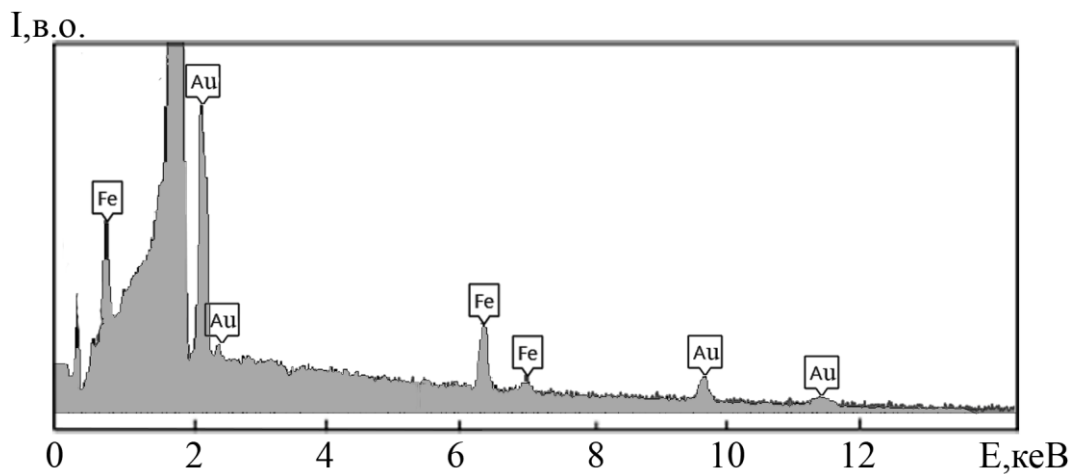


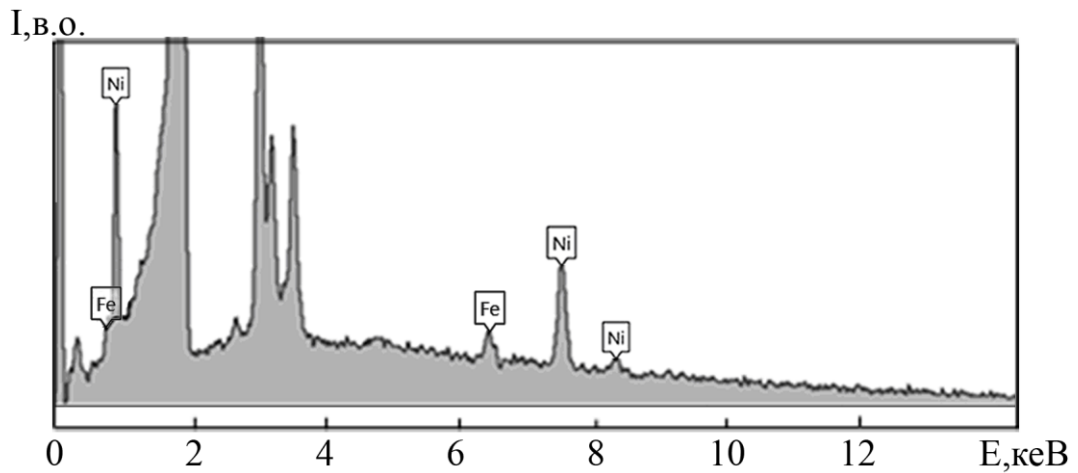
Рис. 3.14. Енергодисперсійний спектр для плівки  $Ni_{80}Fe_{20}(45)/П$



а



б



в

Рис. 3.15. Енергодисперсійні спектри від плівкових систем (Fe+Ag)/П при  $d = 35$  нм та  $c_{\text{Fe}} = 42$  ат.% (а), (Fe+Au)/П при  $d = 35$  нм та  $c_{\text{Fe}} = 75$  ат.% (б) та (Pu+Ag)/П при  $d = 40$  нм та  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат.% (в)

Таблиця 3.8

**Порівняльний аналіз експериментальних даних, отриманих методом EDA,  
та розрахунку концентрації атомів у зразках, отриманих методом  
одночасної конденсації компонент**

| Загальна товщина, нм                           | Метод енергодисперсійного мікроаналізу | Розрахунок за співвідношенням (2.3) |
|--|--|-------------------------------------|
| Плівкова система (Fe+Ag)/П,<br>$c_{Fe}$ , ат.% |  |                                     |
| 32   | 25                                     | 27                                  |
| 32   | 39                                     | 42                                  |
| 32   | 62                                     | 65                                  |
| 32   | 81                                     | 85                                  |
| Плівкова система (Fe+Au)/П,<br>$c_{Fe}$ , ат.% |  |                                     |
| 35   | 23                                     | 20                                  |
| 35   | 34                                     | 35                                  |
| 35   | 58                                     | 56                                  |
| 35   | 75                                     | 75                                  |
| 35   | 88                                     | 89                                  |
| Плівкова система (Pу+Ag)/П,<br>$c_{Ag}$ , ат.% |  |                                     |
| 55   | 25                                     | 23                                  |
| 55   | 38                                     | 36                                  |
| 40   | 63                                     | 62                                  |
| 55   | 63                                     | 60                                  |
| 55   | 82                                     | 82                                  |

а також піки, що належать матеріалу підкладки (Si і O). Домішкові елементи на спектрах відсутні. Відхиленні експериментальних результатів від розрахункових не перевищує 3 ат. %.

### Висновки до розділу 3

1. При формуванні плівкових систем на основі Fe з метою отримання суцільних шарів необхідно проводити підігрів підкладки та враховувати температуру хімічного переходу  $Fe \rightarrow Fe+Fe_3O_4$ , яка зростає з 550 до 720 К при збільшенні товщини шару заліза від 10 до 100 нм.

2. Особливістю кристалічної структури плівок Ag, отриманих методом електронно-променевого осадження, є те, що навіть при товщині 50 нм вони можуть бути структурно-несуцільними, в той час як одношарові плівки Au формують суцільну структуру без каналів вже при товщині зразка до 20 нм.

3. Фазовий склад плівок феромагнітного сплаву  $Ni_{80}Fe_{20}$  незалежно від товщини зразків відповідає ГЦК- $Ni_3Fe$  із параметром ґратки  $a = 0,354 - 0,358$  нм. Свіжосконденсовані зразки мають дрібнодисперсну лабіринтну структуру з середнім розміром зерна 5-10 нм, який збільшується до 50 нм при відпалюванні до 900 К.

4. У плівкових системах на основі Fe і Ag, сформованих методом пошарової конденсації з подальшою термообробкою до 800 К та одночасної конденсації у вихідному стані, відбувається утворення т.р. Ag (Fe) на основі ГЦК-ґратки з параметрами 0,4083 та 0,402 нм, відповідно, при наявності фази ОЦК-Fe з параметром ґратки 0,2887 і 0,2862 нм.

5. У плівках, отриманих методом одночасної конденсації Fe і Au, вже на стадії конденсації відбувається стабілізація ГЦК фази т.р. Au(Fe) до концентрації  $c_{Fe} = 55$  ат. % ( $a = 0,4086$  нм), а при  $c_{Fe} = 65-85$  ат. % – квазіаморфного ( $a = 0,2968$  нм) або кристалічного (0,3014 нм) т.р.- $\alpha$ -Fe(Au).

6. У системі (Pu+Ag)/П фіксується двофазний склад, який відповідає комбінації ГЦК- $Ni_3Fe$  + ГЦК-Ag, і не змінюється і після термовідпалювання до 700 К.

## РОЗДІЛ 4

### МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ, МАГНІТНІ ТА МАГНІТООПТИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ФУНКЦІОНАЛЬНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ

#### 4.1. Магніторезистивні і магнітооптичні властивості плівкових систем на основі Fe і Ag, отримані методом пошарової конденсації компонент [130, 131]

##### 4.1.1. Особливості магніторезистивних властивостей

Аналіз особливостей структурно-фазового стану плівкових систем на основі Fe і Ag, сформованих методом пошарової конденсації, показав, що шари Ag навіть при достатньо великій ефективній товщині можуть бути несуцільними. Для реалізації у багатошарових структурах магніторезистивних ефектів, в тому числі і ефекту гігантського магнітоопору, важливим є формування чітких інтерфейсів на межі поділу магнітний/немагнітний метал. Сформувані чіткі інтерфейси можна за рахунок реалізації умов для епітаксіального росту плівок, а саме шляхом суттєвого зменшення швидкості конденсації до одного моношару матеріалу за хвилину. Це було реалізовано у високовакуумній камері Saburn MDC Eurore, конструкція якої детально описана у другому розділі роботи. Осадження компонентів системи здійснювалося з тиглів зі швидкостями 0,15 нм/хв. (Fe) та 0,12 нм/хв. (Ag). Оскільки у магніторезистивних властивостях функціональних матеріалів на основі феромагнітних і благородних металів істотну роль відіграють товщини як магнітного ( $d_{Fe}$ ), так і немагнітного шарів  $d_{Ag}$ , то це було враховано при формуванні зразків.

Отже, з метою аналізу впливу зміни товщини шарів на магніторезистивні, а у подальшому і на магнітні властивості, структури типу  $Ag(x)/Fe(y)/Ag(x)/\Pi$ , де  $x = d_{Ag}$ , а  $y = d_{Fe}$ , які змінювалися в інтервалі від 3 до 10 нм.

На рис. 4.1 представлені польові залежності магнітоопору для тришарових



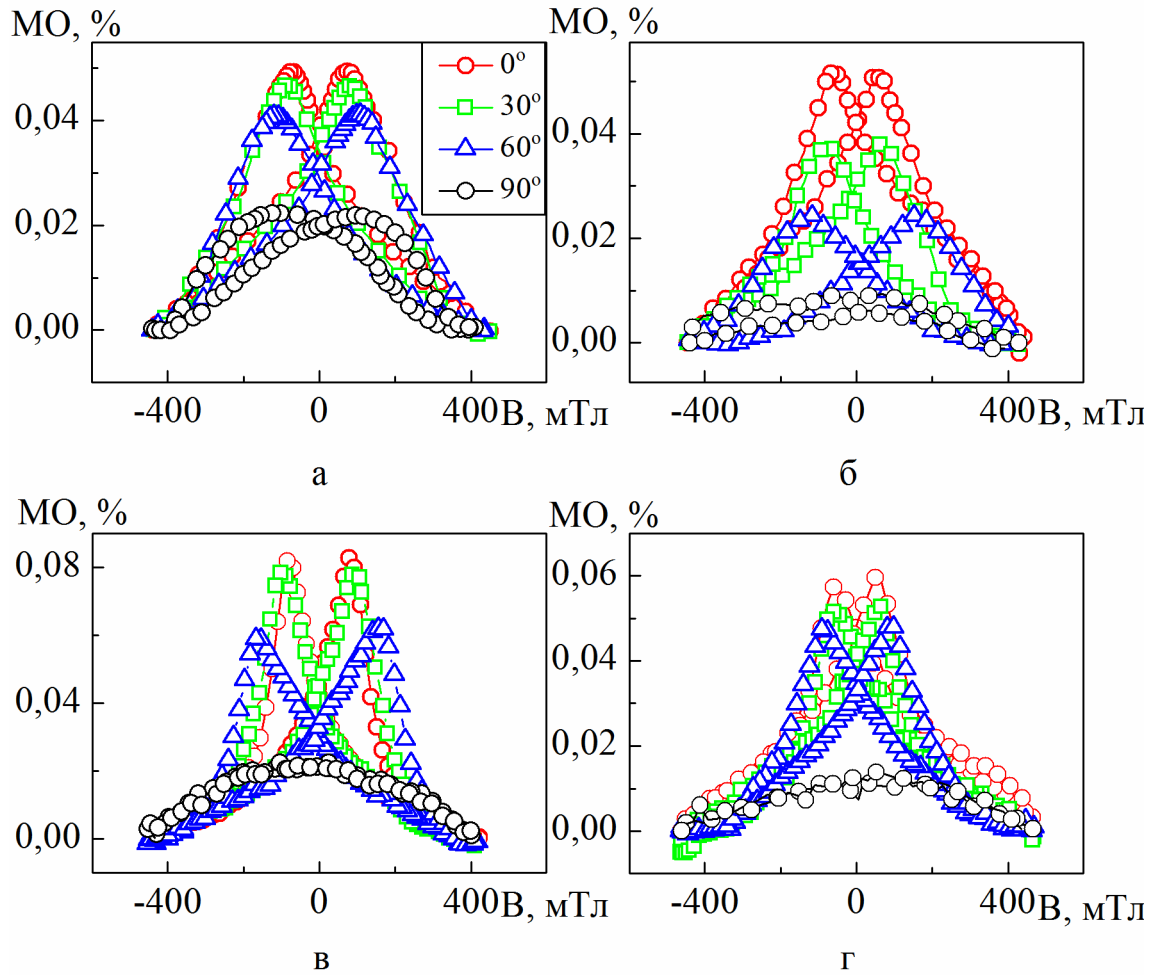


Рис. 4.1. Польові залежності величини МО  $\text{Ag}(4)/\text{Fe}(3)/\text{Ag}(4)/\Pi$  (а)  $\text{Ag}(4)/\text{Fe}(4,6)/\text{Ag}(4)/\Pi$  (б)  $\text{Ag}(4)/\text{Fe}(6,6)/\text{Ag}(4)/\Pi$  (в)  $\text{Ag}(7,2)/\text{Fe}(6,6)/\text{Ag}(7,2)/\Pi$  (г) при 300 К виміряні при зміні геометрії вимірювання від паралельної ( $0^\circ$ ) до перпендикулярної ( $90^\circ$ )

зразків  $\text{Ag}(x)/\text{Fe}(y)/\text{Ag}(x)/\text{П}$ , що ілюструють як зміна товщини магнітного (або немагнітного) шару при сталій товщині немагнітного (або магнітного) впливає на магніторезистивні властивості системи в цілому. Аналіз результатів досліджень МО зразків  $\text{Ag}(5)/\text{Fe}(x)/\text{Ag}(5)/\text{П}$  та  $\text{Ag}(y)/\text{Fe}(6,6)/\text{Ag}(y)/\text{П}$  вказують на реалізацію в даних системах анізотропного магнітоопору [110]. Причина цього швидше за все пов'язана зі спін-орбітальною взаємодією. Так магнітоопір магнітовпорядкованих речовин показує внесок у розсіювання електронів провідності, на який впливає спонтанна намагніченість (її величина та орієнтація). Таким чином магнітоопір можна розділити на дві складові. Орієнтація намагніченості є основною складовою для однорідних магнетиків і її позначають терміном анізотропія магнітоопору. Для більш детального аналізу прояву магнітної анізотропії на величину МО та форму польових залежності магнітоопору, вимірювання проводилися при зміні геометрії вимірювання від паралельної ( $0^\circ$ ) до перпендикулярної ( $90^\circ$ ) через кожні  $30^\circ$ . Як видно з рис. 4.1 при зміні кута повороту від  $0$  до  $90^\circ$  відбувається зміна як величини МО, так і коерцитивної сили  $B_c$ .

З метою визначення як впливає товщина шару Fe на магніторезистивні властивості системи в цілому, були побудовані розмірні залежності МО та  $B_c$ , представлені на рис. 4.2. Проаналізувавши графіки залежностей  $\text{МО}(d_{\text{Fe}})$  та  $B_c(d_{\text{Fe}})$  для систем  $\text{Ag}(4)/\text{Fe}(x)/\text{Ag}(4)/\text{П}$  та  $\text{Ag}(5)/\text{Fe}(x)/\text{Ag}(5)/\text{П}$ , слід відмити наступне. Зростання величини МО відбувається тільки у випадку, коли ефективна товщина заліза ( $d_{\text{Fe}}$ ) перевищує 6 нм (рис. 4.2б, г). При цьому ефективна товщина шарів срібла у системі  $\text{Ag}(y)/\text{Fe}(x)/\text{Ag}(y)/\text{П}$  не відіграє суттєвої ролі до тих пір поки  $d_{\text{Ag}}$  для кожного з шарів є меншою ніж товщина заліза ( $d_{\text{Fe}} \geq d_{\text{Ag}}$ ), тобто підвищення величини МО для тришарової системи  $\text{Ag}(y)/\text{Fe}(x)/\text{Ag}(y)/\text{П}$ , реалізується лише за умови, коли  $x > y$  [113]. Дослідження магніторезистивних властивостей систем зі сталою ефективною товщиною заліза  $d_{\text{Fe}} = 6,6$  нм та змінною в інтервалі від 4 нм до 7 нм товщиною

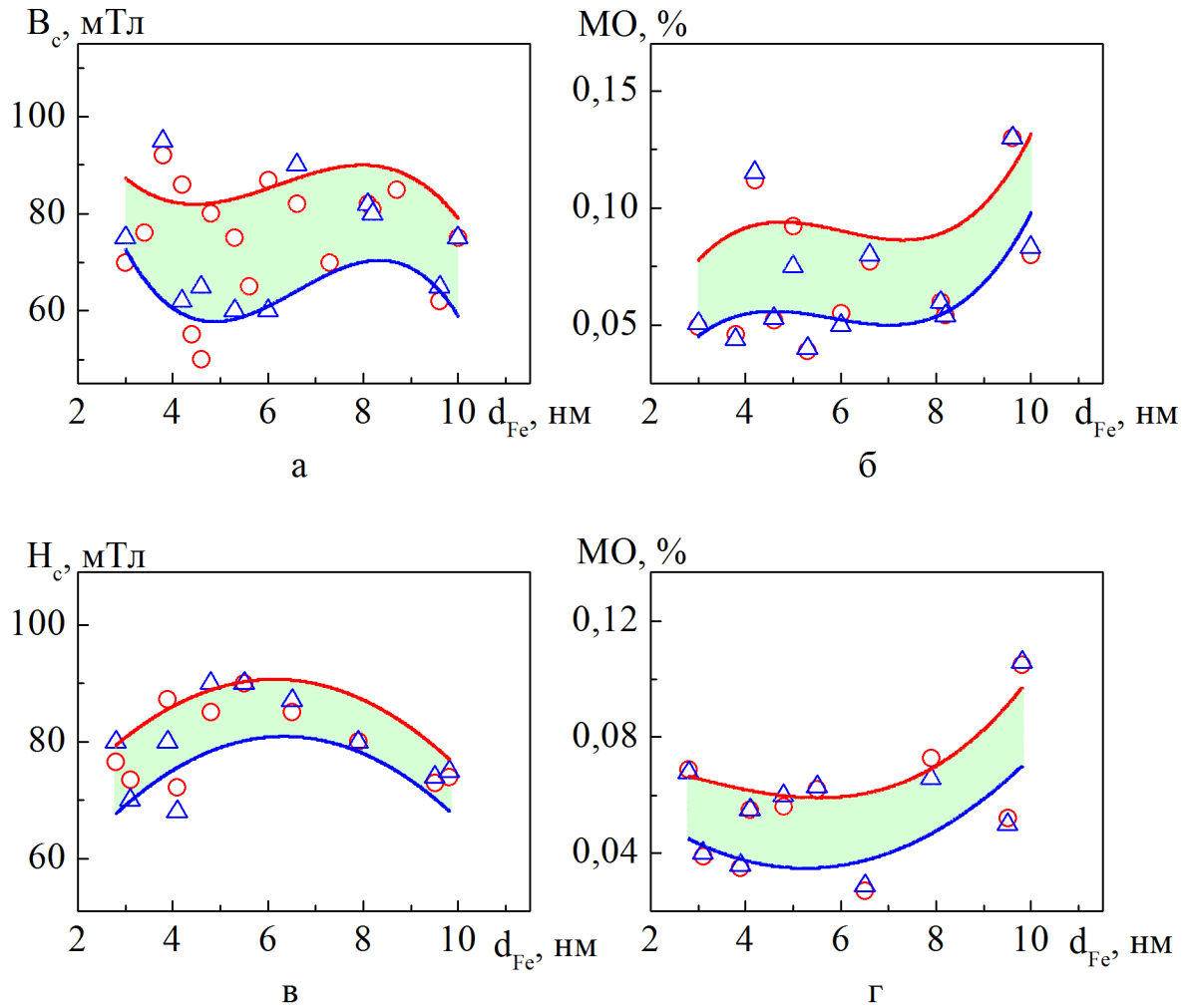


Рис. 4.2. Розмірні залежність величини коерцитивної сили (а, в) та магнітоопору (в, г) для систем Ag(4)/Fe(x)/Ag(4)/П (а, б) та Ag(5)/Fe(x)/Ag(5)/П (в, г) при зміні товщини шару заліза ( $d_{Fe}$ ) від 3 до 10 нм для поздовжньої (—○—) та поперечної (—Δ—) геометрій вимірювання

срібла (реалізується зворотна умова  $x < y$ ) показали, що при збільшенні  $d_{Ag}$  відбувається зменшення величини МО. Слід відмітити, що на всіх залежностях, представлених на рис. 4.2 спостерігається достатньо суттєвих розкид експериментальних точок. Це пов'язано з тим, при формуванні структур з ультратонкими шарами Fe та Ag навіть незначна зміна товщини приводить до зміни величини макронапружень структурного характеру, а також до зміни умов розсіювання електронів на інтерфейсах Fe/Ag/П і вакуум/Ag/Fe.

Для більш детального аналізу якості інтерфейсів Fe/Ag/П і вакуум/Ag/Fe на магніторезистивні властивості системи Ag(y)/Fe(x)/Ag(y)/П були проведені додаткові дослідження структур типу Ag/Fe/Ag та Fe/Ag, осаджених на кремнієві підкладки (рис. 4.2). Паралельно з тришаровими плівковими системами Ag(z)/Fe(x)/Ag(y)/П на кремнієві підкладки було сконденсовано двошарові системи Fe(x)/Ag(y)/П з однаковими товщинами шарів заліза та нижнього шару срібла.

На основі попередніх досліджень встановлено, що для оптимального збільшення величини МО тришарової системи Ag/Fe/Ag товщина шару заліза повинна дорівнювати 3 нм ( $x$ ), а сумарна товщина верхнього і нижнього шарів срібла повинна бути рівно у два рази більшою за товщину срібла, тобто  $(z+y)/2 = x$ . Виходячи з цих міркувань здійснювався підбір товщини шарів систем Ag(z)/Fe(x)/Ag(y)/Si та Fe(x)/Ag(y)/Si.

Порівнюючи залежності МО( $B$ ) для систем Ag/Fe/Ag/П з ультратонкими шарами, сконденсовану на ситалову (рис. 4.1) та кремнієву (рис. 4.3б) підкладки, слід відмітити, що зміна типу підкладки з ситалової на кремнієву приводить до підвищення величини МО на порядок та значно зменшує коерцитивність системи.

Порівняльний аналіз польових залежностей МО для дво- та тришарових системи Ag/Fe/Ag/Si та Fe/Ag/Si свідчить про те, що нанесення верхнього шару Ag, ефективною товщиною 1 нм, приводить до зростання величини МО з 0,4 до 0,6 %. Цей результат можемо пояснити появою додаткового інтерфейсу на якому відбувається розсіювання електронів провідності.

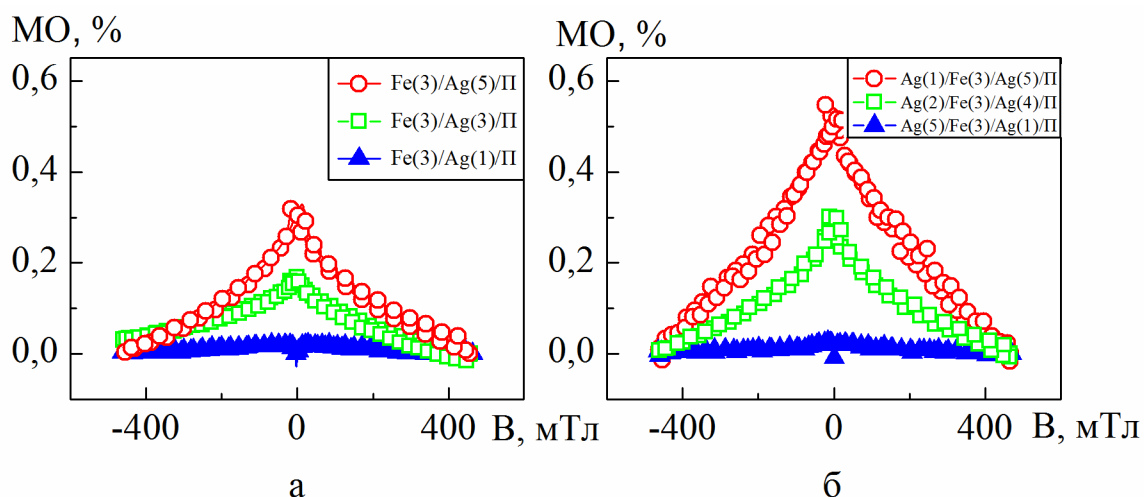


Рис. 4.3. Польові залежності магнітоопору для систем Ag/Fe/Si (а) та систем Ag/Fe/Ag/Si (б) після конденсації для повздовжньої геометрії вимірювання

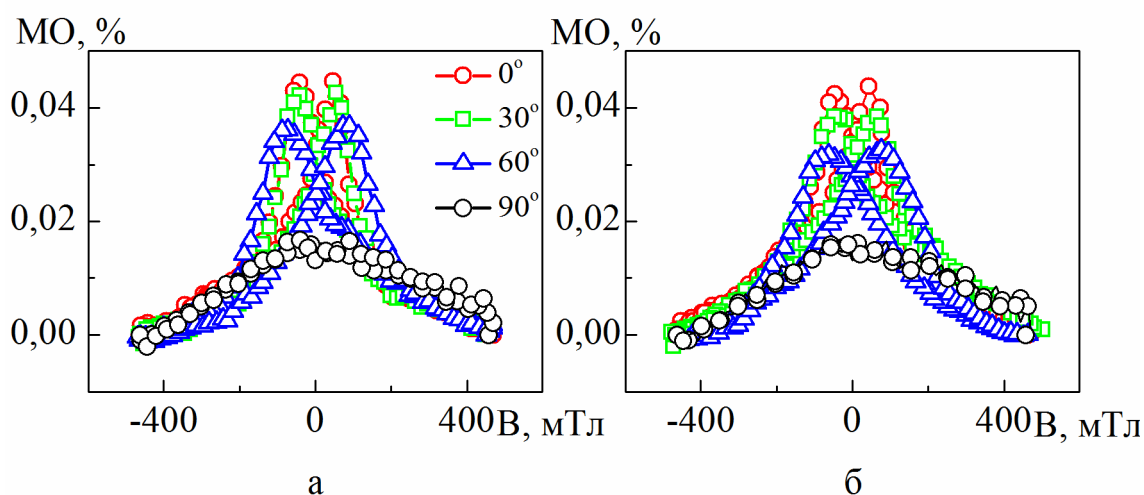


Рис. 4.4. Польові залежності величини МО для системи Ag(6,7)/Fe(4,5)/Ag(6,7)/Π після конденсації (а) та після термовідпалювання до 750К(б), отримані при зміні кута повороту від паралельної (0°) до перпендикулярної (90°) геометрії вимірювання

Таким чином, видно, що умова існування інтерфейсу вакуум/Ag/Fe для системи Ag(y)/Fe(x)/Ag(y)/П є суттєвою для покращення значення МО. В той же час збільшення товщини верхнього шару до 5 нм при зменшенні нижнього до 1 нм магніторезистивний ефект фактично зникає (величина МО не перевищує 0,01%).

З метою визначення впливу температури на магніторезистивні властивості систем на основі Fe і Ag, отриманих пошарової конденсацією компонент, зразки проходили термообробку до 750 К. На рис. 4.4 на прикладі зразка Ag(6,7)/Fe(4,5)/Ag(6,7)/П показано як після термовідпалювання змінюються типові польові залежності МО, враховуючи зміну геометрії вимірювання від паралельної (0°) до перпендикулярної (90°). Як видно з рис. 4.4. термообробка до 750 К не вносить суттєвих змін у форму польових залежностей магнітоопору, а також практично не змінює величину МО та коерцитивної сили.

#### 4.1.2 Магніто-оптичні властивості

Прояв явища гігантського МО в багатошарових плівкових системах стимулює постійний інтерес до дослідження антиферромагнітного зв'язку між магнітними шарами в плівкових системах [132], що має важливе практичне значення. У цих системах під дією достатньо великих зовнішніх магнітних полів виникають умови для подолання антиферромагнітного зв'язку, а отже і можливості переключити багатошарові плівки з антиферромагнітного стану в ферромагнітний. У наш час на основі даного ефекту розроблено нове покоління електронних приладів.

У зв'язку з цим були проведені дослідження магніто-оптичних властивостей тришарових плівкових систем на основі Fe та Ag з різною товщиною проміжного шару Ag. Магніто-оптичний ефект Керра, який полягає в зміні характеристик світлової хвилі при відбитті від магнітного середовища, дав змогу дослідити явище антиферромагнітної взаємодії у зазначеній вище структурі, сформованій методом пошарової конденсації компонент.

Отримані результати дають можливість проаналізувати процеси перемагнічування в досліджуваних системах. Також важливим є факт безпосереднього взаємозв'язку магнітних властивостей та структурно-фазового стану, що дає можливість підтвердити або спростувати зміни останніх. Окрім того, змінюючи кількість шарів у багатошарових структурах та проаналізувавши зміни характеру процесів перемагнічування, можна зробити висновок про утворення твердих розчинів, а також можливої реалізації гранульованих станів на інтерфейсах.

Слід зазначити, що при формуванні багатошарових плівкових систем їх магнітні властивості залежатимуть в першу чергу від магнітних властивостей їх феромагнітних складових (Fe). Літературні дані показують, що одношарові плівки заліза характеризуються одновісною намагнічуваністю, при чому її направленість суттєво залежить від температури та товщини плівки [133]. Дослідження методом МОКЕ дають гарну візуалізацію магнітних властивостей, як для одношарових плівок, так багатошарових структур та мультишарів. На рис. 4.5 представлено як змінюється форма польових залежностей МОКЕ-сигналу чистого Fe товщиною 3 нм при нанесенні підшару Ag товщиною від 1 до 5 нм (позиція б), а також при подальшому нанесенні на сформовані двошарові структури Fe/Ag/Π додаткового шару срібла товщиною від 5 до 1 нм. Таким чином сумарна товщина верхнього і нижнього шарів срібла у тришаровій структурі Ag/Fe/Ag/Π становить 6 нм.

Аналізуючи польову залежність МОКЕ-сигналу для одношарових плівок Fe(3)/Π відмітимо, що вони мають гістерезисний характер та прямокутну форму. Значення коерцитивної сили менше 10 мТл, що свідчить про швидке перемагнічування при малих магнітних полях.

Нанесення підшару Ag між шаром Fe і підкладкою приводить до змін не тільки у формі польової залежності МОКЕ, а й у величині магнітних характеристик ( $B_c$  і  $B_s$ ). При цьому залежність кута повороту Керра від індукції магнітного поля  $\theta(B)$  для системи Fe/Ag/Π також має гістерезисний характер. Однак, нанесення і поступове збільшення товщини немагнітного прошарку від 1 нм до 5 нм при фіксованій товщині феромагнітного шару (3 нм) приводить до

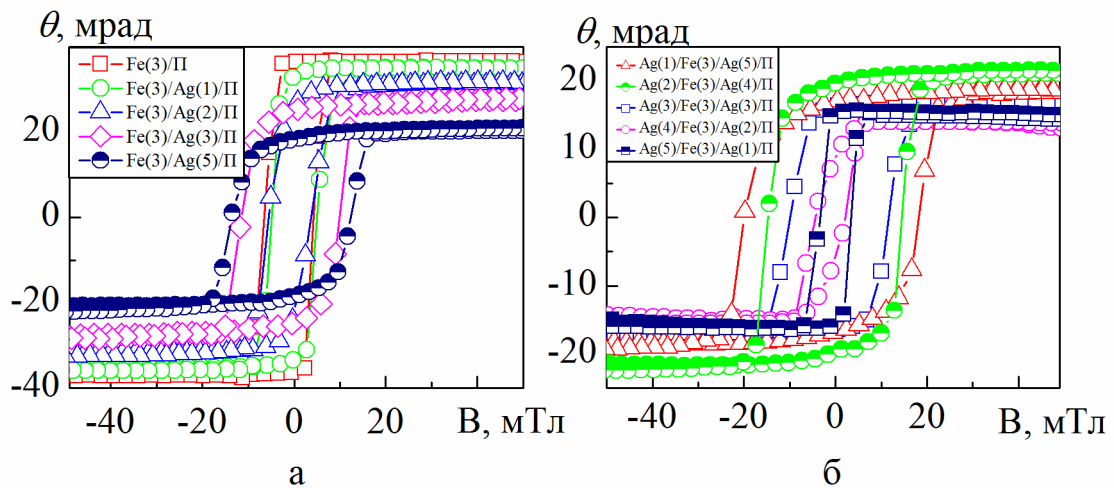


Рис. 4.5. Польові залежності МОКЕ-сигналу для систем Fe(3)/Ag(1+x)/Pi (а) та Ag(5-x)/Fe(3)/Ag(1+x)/Pi (б) після конденсації, де  $x$  – товщина шару Ag, яка змінюється від 0 до 4 нм

збільшення коерцитивної сили системи від 5 мТл до 15 мТл відповідно. Це пов'язано з тим, що збільшення товщини немагнітного прошарку приводить до зміни технології росту частинок магнітного матеріалу на поверхні немагнітного. При  $d_{\text{Ag}} = 1$  нм структура системи Fe(3)/Ag(x)/Pi, де  $x$  має значення від 1 до 5 нм, має острівцевий характер. При цьому при  $d_{\text{Ag}} = 1 - 2$  нм острівці немагнітного матеріалу не впливають на магнітну поведінку системи. При зростанні товщини немагнітного прошарку з 3 до 5 нм, відбувається зростання  $B_c$  і  $B_s$  системи, що добре корелює з результатами отриманими для багатшарових плівок Fe/Cu/Fe [134].

Нанесення додаткового верхнього немагнітного шару Ag на поверхню двошарової системи Fe(3)/Ag(x)/Pi приводить до подальших змін у формі польових залежностей МОКЕ-сигналу (рис. 4.5б). Порівняльний аналіз даних для системи Fe(3)/Ag(5)/Pi (рис. 4.5.а) та Ag(1)/Fe(3)/Ag(5)/Pi (рис. 4.5.б) свідчить про те, що додавання нанометрового шару срібла спричиняє розширення петлі гістерезису, внаслідок формування ще одного інтерфейсу у системі та збільшення дефектів у структурі. На користь цього додатково свідчить той факт, що форма петлі  $\theta(B)$  змінює форму, стає більш витягнутою і відходить від прямокутної, характерної для зразка Fe(3)/Pi.



Поступове зменшення товщини нижнього шару Ag при відповідному збільшенні товщини верхнього шару Ag (при незмінній загальній товщині Ag) веде за собою зменшення коефіцієнта прямокутності системи, що супроводжується збільшенням величини  $B_c$  і  $B_s$  системи. Така варіація товщин дала можливість дослідити магнітні властивості плівкової системи з мінімальним впливом на них інтерфейсу підкладка/феромагнетик.

Проаналізувавши МОКЕ залежності отримані для системи  $Ag(5-x)/Fe(3)/Ag(1+x)/\Pi$ , де  $x$  змінюється від 0 до 4, можемо зробити висновок що більш суттєву роль на величину сигналу має верхній шар. Він більш суттєво впливає на прямокутність МОКЕ залежностей. Як ми можемо бачити з залежностей представлених на рисунку 4.5 при збільшенні товщини верхнього шару МОКЕ залежності більш втрачають прямокутність ніж при збільшенні немагнітного прошарку між підложкою та шаром заліза. Також верхній немагнітний шар у системі більше впливає на величину сигналу МОКЕ.

Для тришарових систем типу  $Fe(d_{Fe1})/Ag(d_{Ag})/Fe(d_{Fe2})/\Pi$  були виміряні полярні діаграми залежності величини коерцитивної сили, отримані шляхом обертання зразка у зовнішньому магнітному полі (рис. 4.5). Вимірювання проводилися у площині зразка. Характерною особливістю цих структур є те, що між двох шарів магнітного матеріалу як однакової, так і різної товщини, був розміщений шар немагнітного матеріалу. Як видно з рис. 4.5а тришарова плівкова система  $Fe(5)/Ag(3)/Fe(5)/\Pi$  характеризується чотирма вісями легкого намагнічування, які в даному випадку знаходяться в площині плівки. Залежності мають несиметричний характер відносно центру координат. Подальше збільшення товщини феромагнітних шарів в системі приводить до зміщення осей намагнічування ближче до перпендикулярного напрямку відносно площини плівки. З рис. 4.5б для тришарової плівкової системи  $Fe(5)/Ag(3)/Fe(8)/\Pi$  видно, що для даної системи характерним є відсутність осей намагнічування у площині плівки. Залежності мають несиметричний характер відносно центру координат. Більш суттєве збільшення товщини магнітних шарів з 8 до 40 нм вказує на те, що в площині плівкових систем осі намагнічування не спостерігаються.

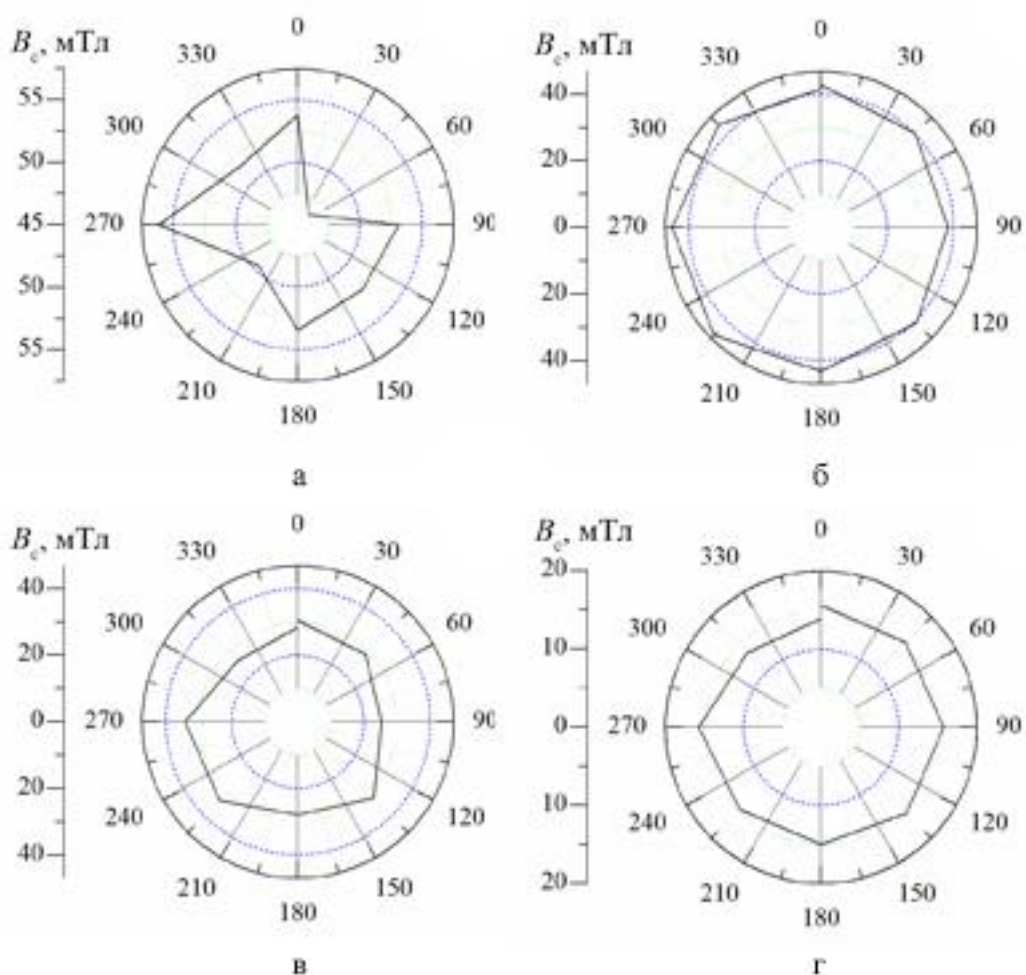


Рис. 4.6. Діаграми залежності коерцитивної сили  $B_c$  від кута повороту зразка у зовнішньому магнітному полі для тришарових плівкових систем Fe(5)/Ag(3)/Fe(5)/П (а), Fe(5)/Ag(3)/Fe(8)/П (б), Fe(13)/Ag(3)/Fe(23)/П (в), Fe(40)/Ag(8)/Fe(40)/П (г) виміряні у площині зразка

Було також встановлено, що зі збільшенням товщини феромагнітних шарів Fe з 5 до 40 нм для тришарових плівок Fe/Ag/Fe спостерігається поступове зменшення коерцитивної сили системи. Такий характер залежності можна пояснити тим, що при малих товщинах проміжний шар не суцільний, в результаті чого в системі збільшується площа інтерфейсу між феромагнітним та діамагнітним матеріалами.

#### **4.2. Розмірні і концентраційні ефекти в магнітоопорі плівкових систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент [123, 135-137]**

Процеси спін-залежного розсіювання електронів у приладових структурах спінтроніки протікають у площині меж поділу окремих магнітних і немагнітних шарів. Тому властивості усієї багатшарової плівкової системи залежать від методу її отримання та особливостей формування меж поділу між шарами. Так, відомо, що у мультишарах на основі ультратонких магнітних і немагнітних шарів при повільній конденсації утворюються супергратки, а застосування швидкого термічного осадження приводить до утворення твердих розчинів в тих же системах. Таким чином магнітні характеристики будуть залежати від методу формування і при цьому будуть суттєво відрізнятися.

Двокомпонентні гранульовані сплави можна отримати двома методами. Традиційним став метод одночасної конденсації з двох джерел ( $Me_1+Me_2/П$ ), якій у роботі був використаний для формування функціональних матеріалів сплавів на основі Fe, Ni і Ag або Au. Особливо підкреслимо, що при такому формуванні в даних плівкових системах можлива реалізація як ізотропного так і анізотропного магнітоопору. [79, 11]

Дослідження магніторезистивних властивостей системи (Fe+Ag)/П проводилася в діапазоні концентрацій  $c_{Ag} = (60 - 93)$  ат.%. Приклади польових залежностей магнітоопору для трьох геометрій вимірювання для зразків різної товщини при  $c_{Ag} = 70$  ат.%. після конденсації представлені на рис. 4.7.

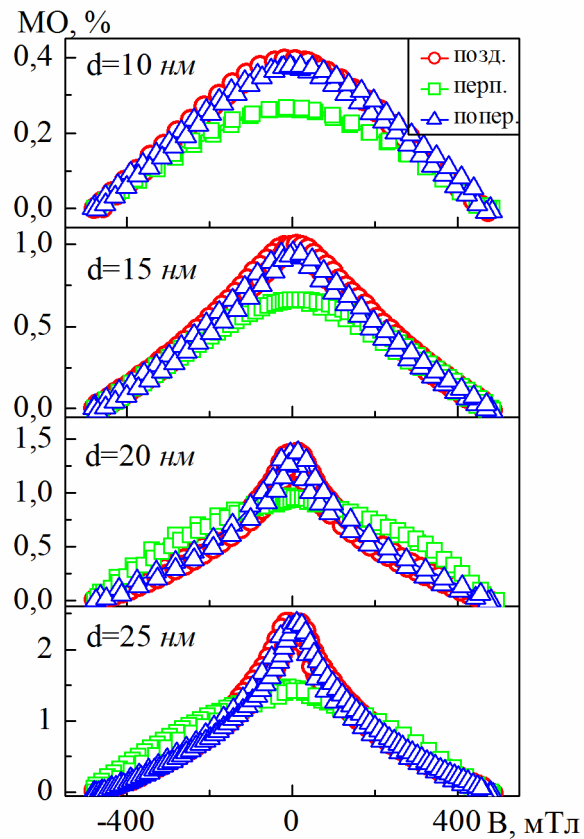


Рис. 4.7. Залежності величини МО від індукції зовнішнього магнітного поля для плівкової системи (Fe+Ag)/Пі з різною ефективною товщиною при сталій загальній концентрації атомів магнітної компоненти ( $c_{Ag} = 70$  ат.%), для трьох геометрій вимірювання: поздовжньої, поперечної та перпендикулярної

Залежності  $MO(B)$  мають ізотропний характер у площині зразка для всіх товщин, а у перпендикулярній геометрії відбувається зменшення амплітуди ефекту та при збільшенні товщини зміна форми магніторезистивної петлі.

Отже, у площині зразка магнітоопір має ізотропний характер, який має більше значення, ніж при вимірюванні у перпендикулярній геометрії. Тому на наступному етапі дослідженні був проведений аналіз впливу концентрації компонент на величину МО для поздовжньої геометрії вимірювання при кімнатній температурі, у зовнішньому магнітному полі  $0 - \pm 500$  мТл. Дані дослідження показали, що величина МО має чітко виражену залежність від концентрації не магнітної компоненти. Про це свідчить концентраційна залежність МО від  $c_{Ag}$  представлена на рис. 4.8. Як видно з даного рисунку, зі зменшенням концентрації атомів Ag у системі відбувається збільшення

величини магніторезистивного ефекту. Максимальне значення 1,8 % було отримано при концентрації атомів срібла  $c_{Ag}=70-80$  ат.%, що узгоджується з результатами, представленими у роботах [79, 81]. Подальші дослідження було спрямовано на аналіз того як залежать магніторезистивні властивостей системи від ефективної товщини при сталій концентрації компонент.

На рис. 4.9 наведені польові залежності магнітоопору для системи (Fe+Ag)/П при загальній концентрації атомів  $c_{Ag}=80$  та 70 ат.% для поздовжньої геометрії вимірювання. Товщина зразка у першому випадку змінювалася від 9 до 30 нм, а другому – від 10 до 25 нм. Аналіз даних залежностей показав, що при  $c_{Ag}=80$  ат.% величина МО виходить на максимум вже при 22 нм (рис. 4.8а), в той час як максимальне значення магнітоопору для зразків з  $c_{Ag}=70$  ат.% спостерігається при товщині 26 нм (рис. 4.9б). Подальше збільшення  $d$  до 30 нм не приводить до збільшення амплітуди магніторезистивного ефекту [110]. Зведена залежність величини МО від товщини системи (Fe+Ag)/П при концентрації атомів  $c_{Ag}=80$  ат.% та  $c_{Ag}=70$  ат.% показана на рис. 4.10. Як видно з рис. 4.10 для системи (Fe+Ag)/П при  $c_{Ag}=70$  ат.% збільшення товщини від 10 до 25 нм приводить до зростання величини МО у 5 разів, а у випадку коли  $c_{Ag}=80$  ат.% збільшення товщини від 9 до 22 нм – лише в 3 рази. Загальне ж зростання величини МО зі збільшенням товщини у даному випадку пов'язано з збільшенням кількості в об'ємі зразка інтерфейсів магнітний кластер/немагнітна матриця при збереженні концентрації компонент. А це в свою чергу приводить до збільшення ймовірності процесів спін-залежного розсіювання електронів, які й спричиняють появу ізотропного магнітоопору.

Аналізуючи зміни форми польових залежностей магнітоопору при зміні товщини зразка слід відмітити, що для системи (Fe+Ag)/П зміна загальної товщини зразка приводить лише до зміни величини МО (рис. 4.9), але суттєво не впливає на форму польових залежностей  $MO(B)$ .

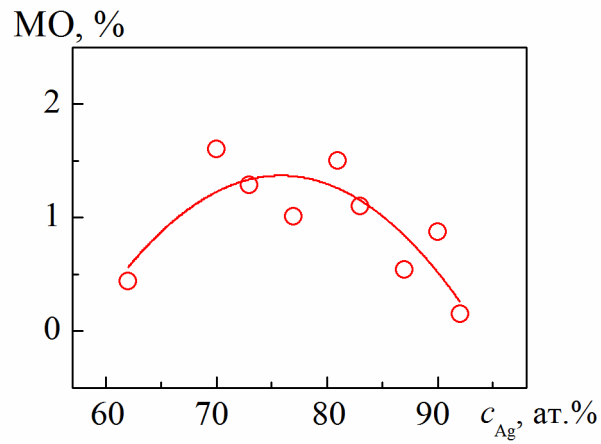


Рис. 4.8. Залежність величини МО від концентрації атомів срібла у плівці (Fe+Ag)/П загальною товщиною 20 нм, отриманій одночасною конденсацією компонент

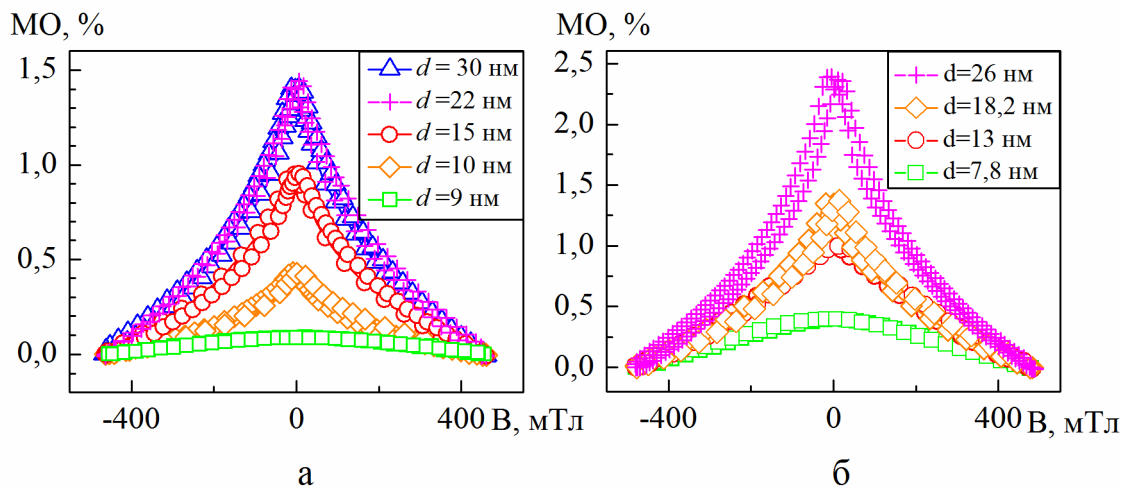


Рис. 4.9. Залежність величини МО від індукції зовнішнього магнітного поля для плівкової системи (Fe+Ag)/П при загальній концентрації атомів  $c_{Ag} = 80$  (а) та 70 ат.%(б)

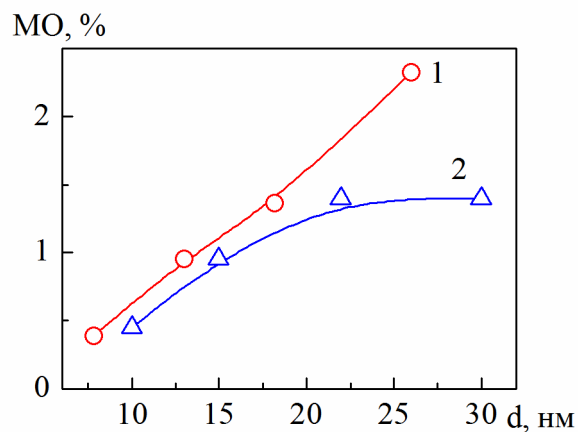


Рис. 4.10. Розмірна залежність величини МО для плівкових систем (Fe+Ag)/П при концентрації атомів заліза  $c_{Ag} = 20$  (1) та 70 ат.%(2)

Підсумовуючи вище сказане, можна зробити висновок, що магніторезистивні властивості системи на основі Fe і Ag, отриманих одночасною конденсацією компонент, мають ізотропний характер польових залежностей МО у площині зразка для всього діапазону досліджуваних концентрацій і товщин.

Дослідження магніторезистивних властивостей плівкових систем на основі Fe і Au, отриманих одночасною конденсацією компонент проводилися у більш широкому діапазоні концентрацій атомів магнітного матеріалу  $c_{Au} = 8-80$  ат.%. Це було пов'язано з тим, що в системі (Fe+Au)/П згідно аналізу структурно-фазового стану зразків при зміні концентрації компонент відбувається фазовий перехід т.р. Au(Fe)  $\rightarrow$  т.р.  $\alpha$ -Fe(Au) при  $c_{Au} = 45$  ат.%. Такі зміни фазового складу можуть спричинити і суттєві зміни у магніторезистивних властивостях.

Результати досліджень магніторезистивних властивостей для серії свіжесконденсованих плівкових зразків (Fe+Au)/П, представлені на рис. 4.11, показали, що максимальна величина  $MO = 0,4\%$  спостерігається при  $c_{Au} = 700$  ат.%. Аналіз серії польових залежностей МО для всього діапазону концентрацій показав, що при концентрації  $c_{Au} > 30$  ат.%. відбувається поступове зростання амплітуди ефекти, а при  $c_{Au} < 30$  ат.%. – плавне його зменшення.

Аналізую характер залежностей  $MO(B)$ , можна відмітити, що у тому випадку коли під впливом зовнішнього магнітного поля електричний опір плівкової системи зменшується і виконується нерівність  $\frac{R_B - R_0}{R_0} < 0$ , польова залежність має ізотропний характер (в системах спостерігаються ознаки ГМО). Якщо вищевказані умови не виконуються, величина опору зразка зростає і  $\frac{R_B - R_0}{R_0} > 0$ , то в системі проявляються звичайні магніторезистивні властивості.

Таким чином, при великих концентраціях золота (65-80 ат.%) (рис. 4.11 а-б) спостерігаємо ізотропний магнітоопір. При подальшому зменшенні

концентрації золота (60 ат.% і нижче) (рис. 4.11 б-д) спостерігається перехід від ізотропного МО з ознаками ГМО до анізотропного МО.

Детально аналізуючи польові залежності магнітоопору на графіках  $MO(B)$  можна виділити два діапазони. Перший при  $B = \pm (0-40)$  мТ, який характеризується анізотропією магніторезистивних властивостей у площині зразка, та другий при  $B = \pm (40-450)$  мТ, для якого характерна ізотропія польових залежностей у площині зразка. Концентраційні залежності для ізотропної та анізотропної складової магнітоопору представлені на рис. 4.12. З рис. 4.12 видно, що особливо чітко зміна характеру МО проявляється на польових залежностях при  $c_{Au} = (30 - 50)$  ат. %.

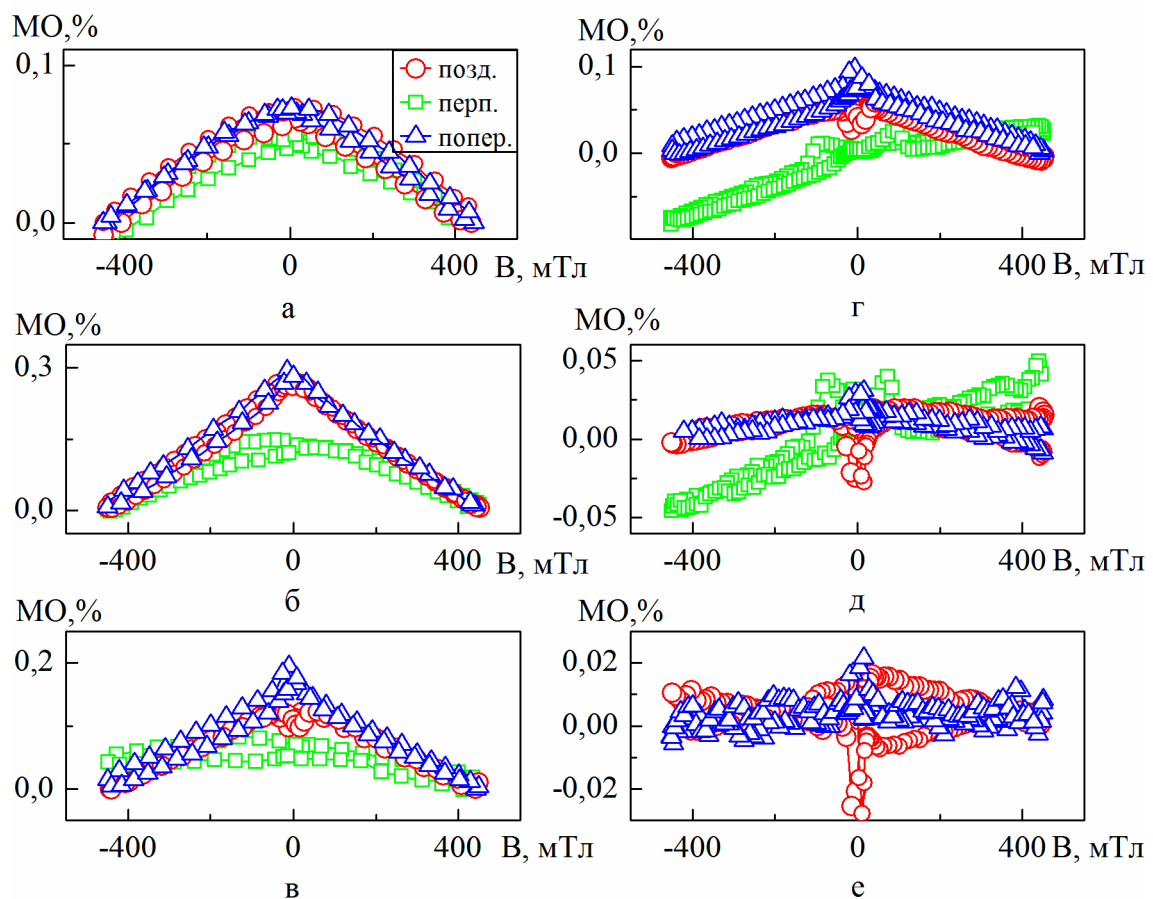


Рис. 4.11. Польові залежності магнітоопору для плівкових систем (Fe+Au)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент, загальною товщиною 20 нм для поздовжньої, поперечної та перпендикулярної геометрії вимірювання при  $c_{Au} = 80$ (а), 65 (б), 42 (в), 36 (г), 22 (д) та 8 ат. % (е)



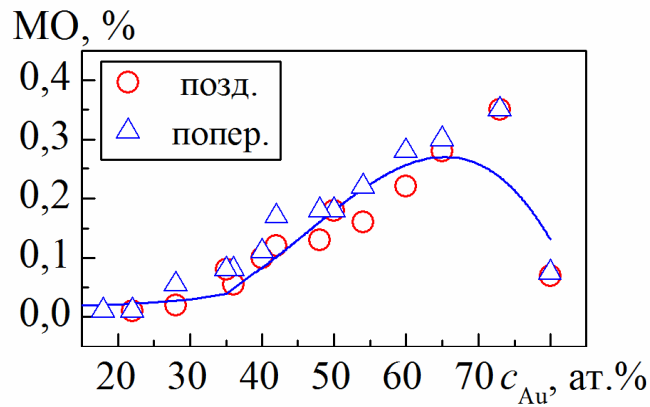


Рис. 4.12. Концентраційні залежності МО для системи (Fe+Au)/П визначені для поздовжньої та поперечної геометрій вимірювання для діапазону полів, де спостерігається анізотропний  $B = \pm (0-400)$  мТ та ізотропний ( $B = \pm (40-450)$  мТ) характер магнітоопору

На польових залежностях при  $c_{Au} = (30-40)$  ат.% (рис. 4.11 в,г) спостерігається накладання графіків для поздовжньої і поперечної геометрії вимірювання у діапазоні полів від  $-450$  мТл до  $-40$  мТл, та від  $40$  мТл до  $450$  мТл. Поряд з цим поведінка МО у вузькому діапазоні поля від  $-40$  мТл до  $40$  мТл для двох геометрій у площині зразка має інверсний характер. Таким чином друга складова магнітоопору, та що проявляється у діапазоні до  $\pm 40$  мТл, має анізотропний характер. Концентраційні залежності визначені для другої складової МО (анізотропної/додаткової) мають спадаючий характер для обох геометрій вимірювання. Величинв анізотропної складової не перевищує  $0,05\%$ , тому його внесок у загальну поведінку магнітоопору незначний.

Польові залежності виміряні для перпендикулярної геометрії мають типовий вид що характеризується повільним спадом та зростанням при зміні поля від  $-450$  мТл до  $450$  мТл, при відсутності коерцитивної сили  $c_{Au} = (70 - 80)$  ат.% (рис. 4.11а.) Зауважимо, що для зразків при  $c_{Au} = (35 - 80)$  ат.% для заданого діапазону полів не спостерігається вихід на насичення для всіх трьох геометрій вмірювання. При концентрації золота близько  $40$  ат.% (рис. 4.11г) у перпендикулярній геометрії чітко фіксуються додаткові піки на фоні основної залежності, яка не виходить на насичення.

### 4.3 Вплив режиму температурної обробки зразків на величину магнітоопору функціональних елементів на основі Fe і Ag або Au [137]

Важливим з точки зору практичного застосування функціональних елементів на основі ферромагніних і благородних металів є їх температурна стабільність. Тому у даній роботі були проведені дослідження впливу режиму термообробки на магніторезистивні властивості плівкових систем на основі Fe і Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент.

У попередньому пункті зазначалося, що найбільше значення МО для плівкової системи (Fe+Ag)/П було отримано при  $c_{Ag} = 70$  ат.% для всього діапазону досліджуваних товщин 5-30 нм. Тому дослідження впливу процесу термообробки до 750, 900 та 1100 К було здійснено саме для зазначених вище зразків. На рис. 4.13 представлено як змінюється характер розмірної залежності магнітоопору при збільшенні температури відпалювання від 300 до 1100 К. Раніше було встановлено, що в системах (Fe+Ag)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент вже на стадії конденсації відбувається утворення розбавленого т.р. Ag(Fe) на основі ГЦК-гратки. При формуванні т.р. кристали ферромагнітного матеріалу розподіляються в об'ємі немагнітної речовини. Це збільшує ймовірність спін-залежного розсіювання електронів і, як результат, у невідпалених плівкових зразках спостерігається магнітоопір з досить високими значеннями (1,0-2,5) %. Процес термовідпалювання, який спричиняє зростання середнього розміру гранул  $\alpha$ -Fe та зміну доменної структури зразків та ефективність спін-залежного розсіювання електронів. Оскільки гранули заліза знаходяться на межах зерен у матриці твердого розчину, то зростання у першу чергу середнього розміру зерен т.р. впливає на розміщення частинок заліза у структурі плівки. У процесі термовідпалювання середній розмір зерна т.р. стає більшим і, як результат, відстань між

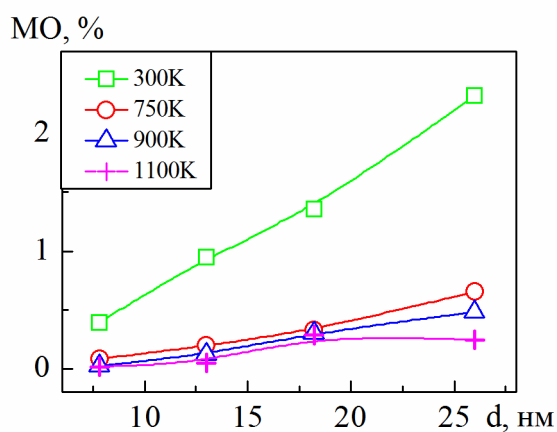


Рис. 4.13. Залежність величини МО для системи (Fe+Ag)/П при концентрації атомів  $c_{Au}=70$  ат.% від загальної товщини системи при різних температурах відпалювання

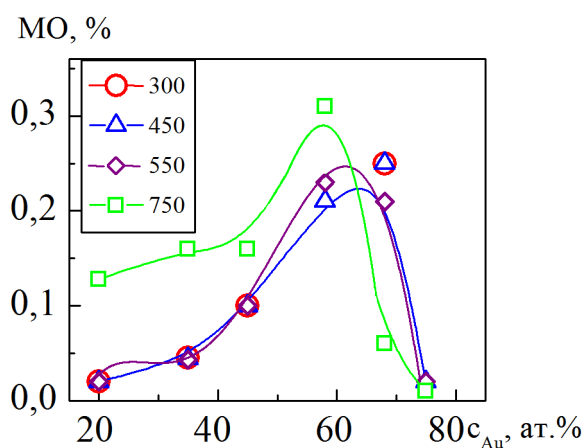


Рис. 4.14. Залежність величини МО від концентрації атомів благородної компоненти  $c_{Au}$  для системи (Fe+Au)/П для різних температур відпалювання

частинками заліза, які локалізуються на межах зерен, стає більшою. Як наслідок спостерігається різке зменшення величини МО до (0,30-0,75) % в діапазоні товщин (5-30) нм. Подальше збільшення температури відпалювання не приводить до суттєвих змін у величині МО. Це пов'язано з тим, що швидше за все при температурі 750 К у зразку завершуються всі рекристалізаційні процеси і  $T_B > 750$  К не відбувається змін ні у кристалічній, ні у доменній структурі зразка.

Дослідження впливу режимів термообробки на магніторезистивні властивостей систем (Fe + Au)/П при  $c_{Au} = (20-80)$  ат.% проводилося у більш вузькому температурному діапазоні ( $T_B = 450, 550, 750$  К). Оскільки у даному випадку саме концентрація феромагнітної компоненти більше впливає на величину МО, ніж його товщина, то здійснювався аналіз змін концентраційних залежностей МО у процесі термообробки (рис. 4.14), а не розмірних як у системи (Fe+Ag)/П.

Для свіжосконденсованих зразків (Fe+Au)/П на концентраційних залежностях МО спостерігався чіткий максимум при  $c_{Au} = 70$  ат.%. Процес термовідпалювання до 450 та 550 К фактично не змінює ні величини магніторезистивного ефекту, ні характеру його концентраційної залежності. При  $T_B = 750$  К відбувається зміщення максимуму в бік менших концентрацій. Максимальна амплітуда ефекту 0,32% спостерігається у зразку (Fe+Au)/П при  $c_{Au} = 60$  ат.%. Також слід зазначити, що величина МО для зразків з концентрацією  $c_{Au} \leq 60$  ат.% суттєво зростає після відпалювання до 750 К у порівнянні з концентраційним діапазоном  $c_{Au} \geq 60$  ат.%. Це пов'язано з особливостями протікання рекристалізаційних процесів у системах (Fe+Au)/П, які будуть детально описані у наступному розділі роботи.

Отже, згідно результатів дослідження магніторезистивних властивостей під дією температури відпалювання, можна зробити висновок про можливість широкого застосування даної системи як чутливих елементів датчиків магнітного поля або як фрагменту спін-вентильних структур.

#### 4.4. Магніторезистивні властивості плівкових систем на основі $Pu$ і $Ag$ [111, 112, 129]

##### 4.4.1 Магніторезистивні та магнітні властивості тонких плівок сплаву $Ni_{80}Fe_{20}$

На рис. 4.15 представлені польові залежності МО для плівок сплаву пермалою загальною товщиною 17 нм до та після конденсації. На основі даних залежностей визначалися такі параметри як магнітоопір, коерцитивна сила та поле насичення. Серед характерних особливостей залежностей  $MO(B)$  слід виділити анізотропний характер МО при переході до перпендикулярної геометрії відносно напрямку протікання струму та відсутність поля насичення для всіх геометрій вимірювання МО для зразків після конденсації. Як видно з рис. 4.15а для плівки  $Ni_{80}Fe_{20}(17)/P$  найбільша величина магнітоопору 0,35% була отримана у перпендикулярній геометрії. При переході до поперечної геометрії відбувається зменшення величини МО у 4 рази (за кімнатної температури не перевищує 0,1%). Слід зазначити, що величина коерцитивної сили у поперечній і поздовжній геометріях близька до нуля, в той час як при переході перпендикулярній геометрії  $B_c$  змінюється в межах від 200 до 10 мТл при збільшенні товщини зразків від 10 до 45 нм.

На рис. 4.15 б-г показана зміна польових залежностей МО для плівок сплаву  $Ni_{80}Fe_{20}$  у процесі термообробки до 500, 700 та 900 К. Установлено, що процес термообробки приводить до змін форми петель магніторезистивних приводить до зростання величини у МО у всіх трьох геометріях при цьому при 700 К відбувається зміна характеру польових залежностей магнітоопору та зростання коерцитивності, що пов'язано з інтенсивними рекристалізаційними процесами, які викликають зміни в доменній структурі зразка.

Серед характерних особливостей польових залежностей також необхідно відзначити, що МО має анізотропний характер. Причина виникнення

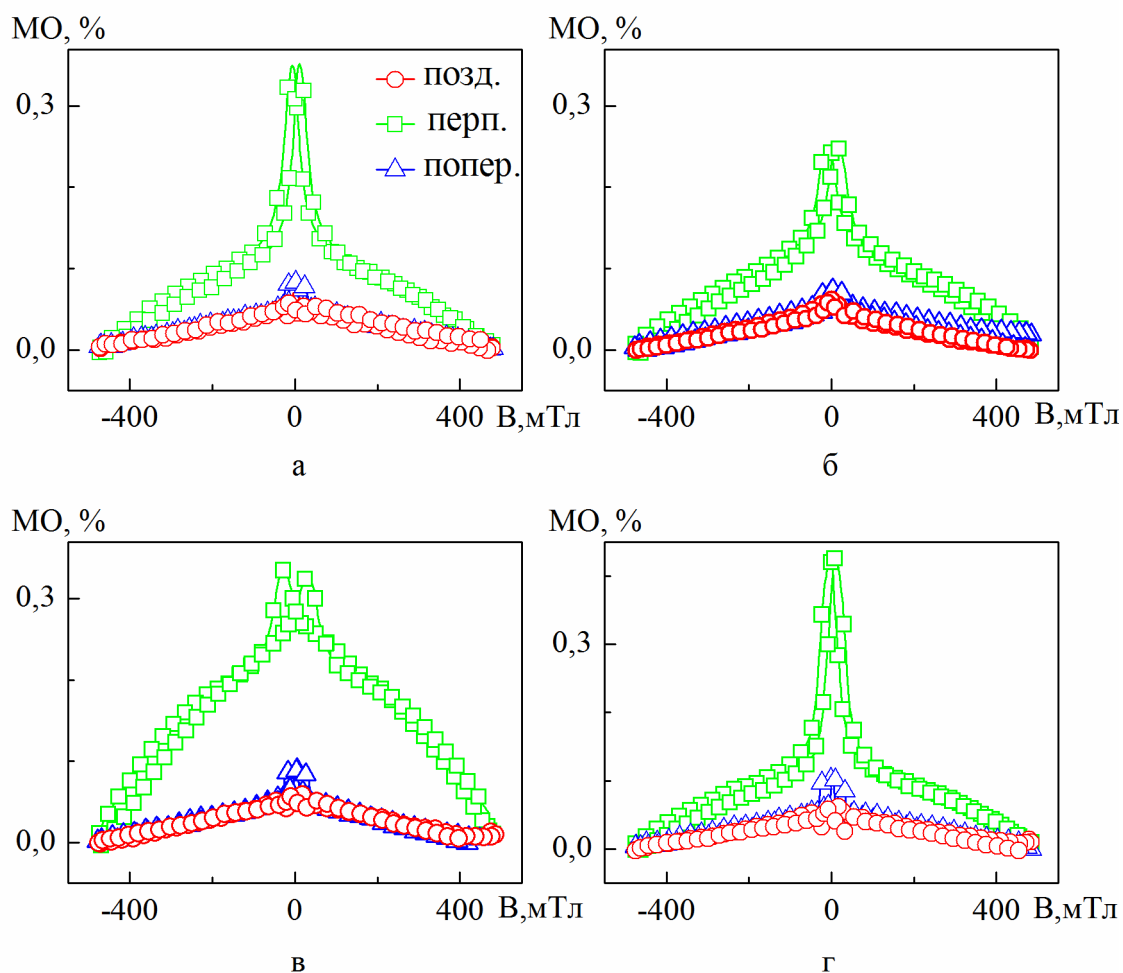


Рис. 4.15. Залежність МО від індукції магнітного поля для плівок  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{П}$  при  $d = 17$  нм після конденсації (а) та термовідпалювання до 500 (б), 700 (в) та 900 К (г) для перпендикулярної, поперечної та поздовжньої геометрії вимірювання

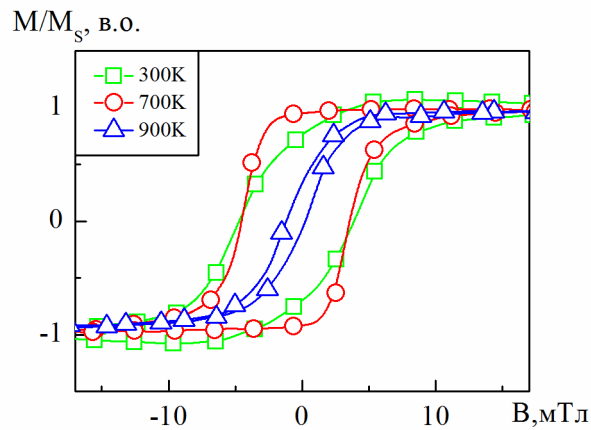


Рис. 4.16. Нормований гістерезис  $M/M_s$  для свіжосконденсованої та відпаленої до 700 і 900 К плівки пермалою  $Ni_{80}Fe_{20}(17)/\Pi$  при орієнтації ліній магнітної індукції паралельно площині зразка

анізотропного магнітоопору у феромагнітних металах пов'язана із процесами s-d розсіювання шляхом спіно-орбітальної взаємодії електронів провідності [74, 78]. Опір плівки залежить від взаємної орієнтації векторів намагніченості і густини електричного струму. Розрахунки величини анізотропного магнітоопору на основі польових залежностей опору, показали, що його величина становить (1,5-2) % при кімнатній температурі.

Для більш точного визначення величини коерцитивної сили тонкопліткових зразків пермалою до та після термовідпалювання проведені додаткові дослідження магнітних характеристик VSM-методом. На рис. 4.16 зображено петлі магнітного гістерезису при орієнтації ліній магнітної індукції паралельно площині зразка для свіжосконденсованих та відпалених до різних температур плівок пермалою товщиною 17 нм. Аналіз даних, представлених на рис. 4.16, показує наступне: по-перше, петлі магнітного гістерезису мають майже прямокутну форму, що характерно для магнітних плівок, в яких вісь легкого намагнічування знаходиться в площині зразка. Величина  $B_c$  змінюється у межах від 0,39 до 0,74 мТ,  $B_s$  – від 2,22 до 7,74 мТ у процесі збільшення температури термообробки з 300 до 900 К.

#### 4.4.2 Магнітні властивості структурованих плівок пермалою $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ [138, 139]

У дисертаційній роботі також представлені результати дослідження магнітних властивостей стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм, отриманих методом магнетронного розпилення на монокристалічні підкладки Si(100). Структура вихідного зразка наведена на рис. 4.17.

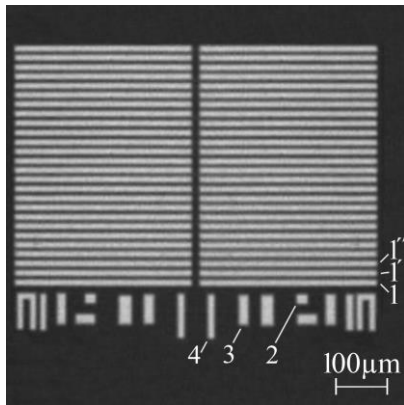


Рис. 4.17. Мікроснімок вихідної структури стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм, отриманих методом магнетронного розпилення на монокристалічні підкладки Si(100), отриманий методом РЕМ

З метою визначення впливу ширини і довжини зразка при сталій товщині на його магнітні властивості на поверхні зразка були виділені чотири зразка: стрічка розміром  $(350 \times 7)$  мкм (зразок 1),  $(20 \times 10)$  мкм (зразок 2),  $(10 \times 40)$  мкм (зразок 3) і  $(7 \times 70)$  мкм (зразок 4). На рис. 4.18 представлені як змінюється форма петлі МОКЕ-сигналу при зміні геометричних розмірів стрічки пермалою. Отже, для стрічки розміром  $(350 \times 7)$  мкм (зразок 1) характерна прямокутна петля магнітного гістерезису. Для стрічки розміром  $(7 \times 70)$  мкм (зразок 4) відбувається зміна кута нахилу залежності  $M(B)$ , яка супроводжується зменшення величини  $B_c$  в 2 рази (з 1,6 до 0,8 мТл) у залежності від співвідношення сторін стрічки  $b/a$ , де  $a$  і  $b$  – довжина і ширина стрічки відповідно.

Однак, магнітні властивості стрічок пермалою визначаються не тільки співвідношенням між довжиною і шириною зразка. Важливе значення має напрям перемагнічування. У даному випадку мається на увазі те, паралельно



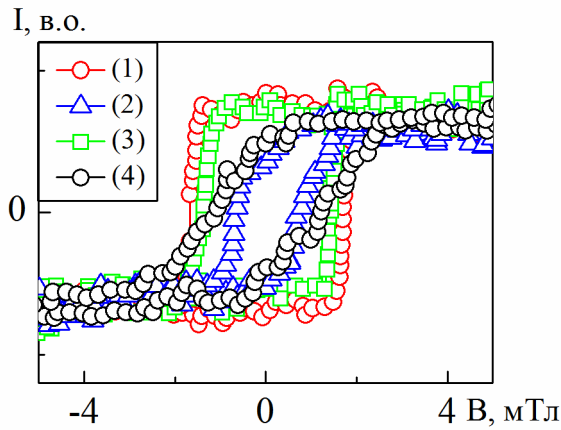


Рис. 4.18 – Петлі магнітного гістерезису для стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм та розміром (350×7) мкм (1), (20×10) мкм (2), (10×40) мкм (3) і (7×70) мкм (4) при куті повороту зразка  $\alpha = 0^\circ$

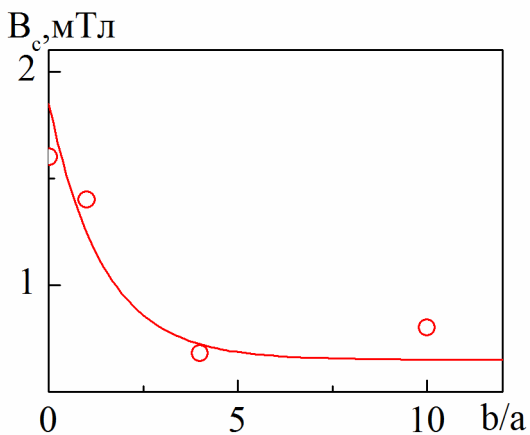


Рис. 4.19. Залежність величини коерцитивної сили стрічки пермалою від співвідношення сторін  $b/a$

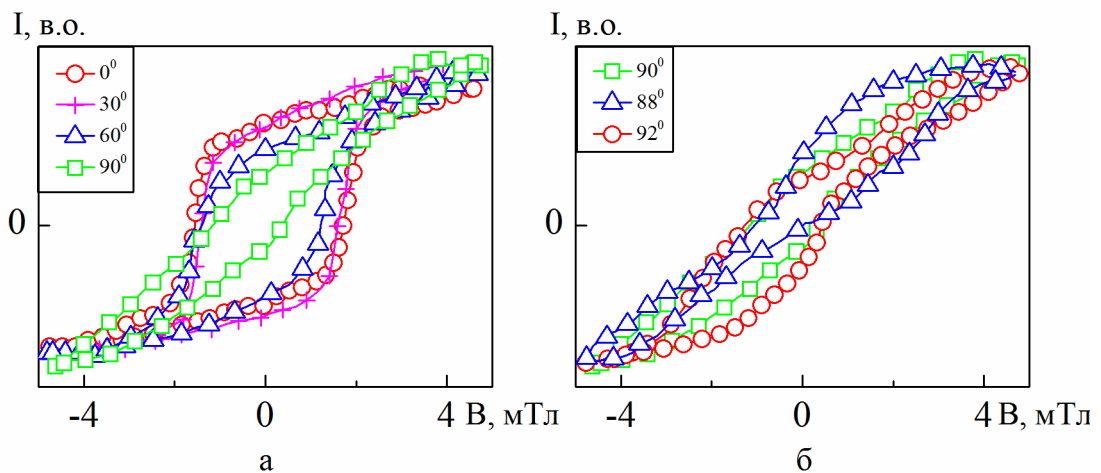


Рис. 4.20. Петлі магнітного гістерезису для стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм та розміром (350×7) мкм (зразок 1) при різних кутах вимірювання  $\alpha = 0, 30, 60, 90^\circ$  (а) та  $88, 90$  і  $92^\circ$  (б)

якій (довгій чи короткій) стороні зразка відбувається процес перемагнічування.

На рис. 4.20а представлено як змінюється форма петлі МОКЕ при зміні кута повороту зразка від  $\alpha = 0^\circ$  до  $90^\circ$  на прикладі зразка 1. Аналізуючи дані залежності слід відмітити, що у випадку прикладання магнітного поля вздовж довгої сторони ( $\alpha = 0$  та  $30^\circ$ ) форма кривої перемагнічування фактично не змінюється. У той же час при збільшенні кута повороту зразка від  $60^\circ$  до  $90^\circ$ , коли магнітне поле прикладається вздовж короткої сторони, спостерігається кардинальна зміна форми петель намагнічування.

Особлива чутливість зміни форми петлі МОКЕ спостерігалася при зміні кута повороту  $\alpha$  в межах  $(90 \pm 5)^\circ$  (рис. 4.20б). Петля магнітного гістерезису при  $\alpha = 90^\circ$  виділена сірим кольором і повторює результат для даного кута, представлений на рис. 4.20а. На дану петлю накладаються аналогічні вимірювання петлі МОКЕ при кутах  $\alpha = 88^\circ$  та  $92^\circ$ . Аналіз даних, представлених на рис. 4.20б свідчать про те, що по мірі збільшення магнітного поля форма петлі деформується настільки, що втрачає поворотну на  $180^\circ$  симетрію відносно центру координат. Це пов'язано з тим, що при  $\alpha = 90^\circ \pm \delta$ , де  $\delta = (0-5)^\circ$ , до зовнішнього магнітного поля додається/віднімається співрозмірна з ним по величині магнітна компонента, що створюється сусідніми частинками.

#### **4.4.3 Вплив домішки Ag на магніторезистивні властивості тонких плівок сплаву $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$**

Рис. 4.20 ілюструє яким чином змінюються магніторезистивні властивості плівок пермалою сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  (Py) при додаванні атомів немагнітного матеріалу в діапазоні  $c_{\text{Ag}}$  від 20 до 75 ат. %.

Показано, що при високих концентраціях срібла ( $c_{\text{Ag}} \geq 75$  ат. %) спостерігається анізотропія польових залежності магнітоопору (МО), хоча при цьому величина МО не перевищує 0,1 %. Згідно роботи [140] у даному випадку структура зразка складається з ансамблю магнітних кластерів випадковим чином розповсюджених у немагнітній матриці. Внаслідок малої концентрації

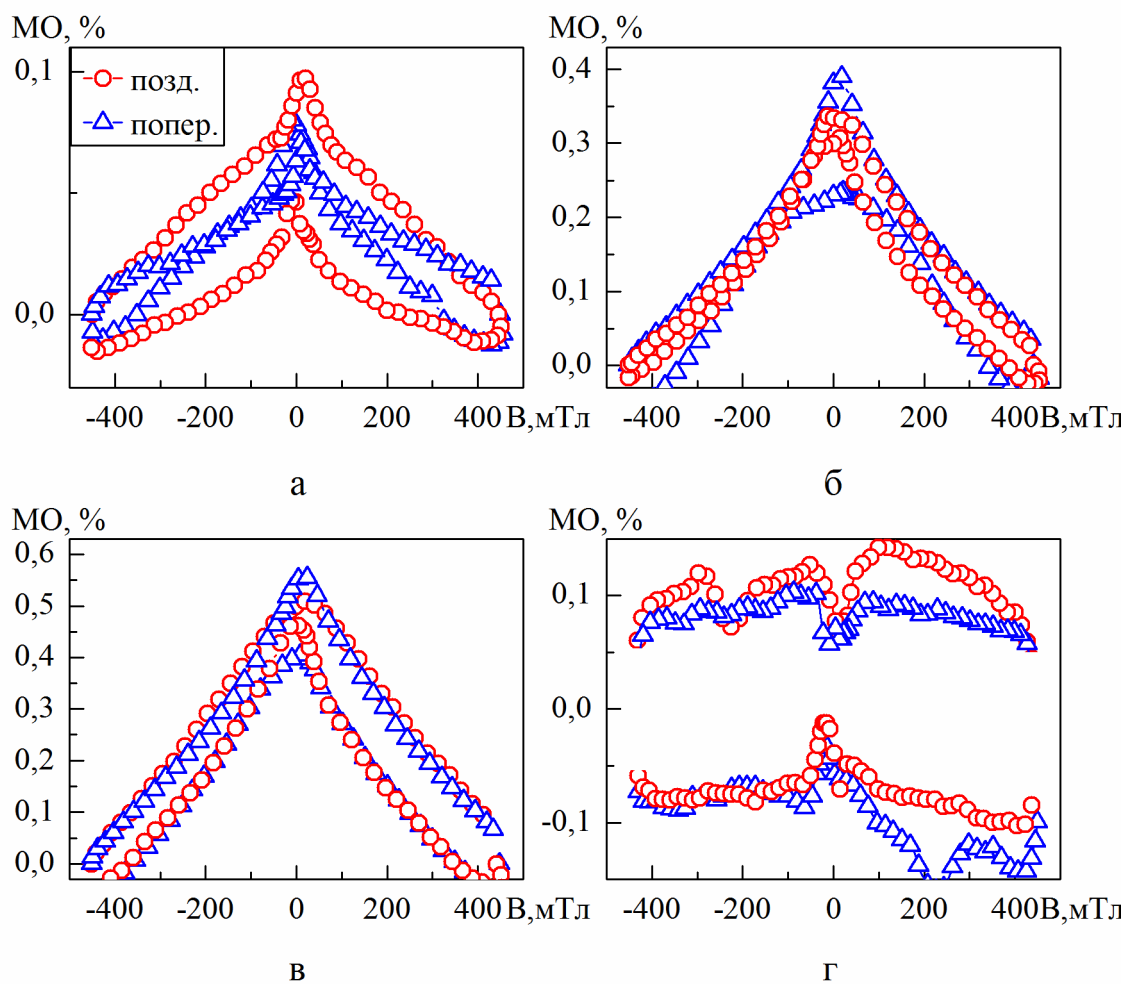


Рис. 4.21. Польові залежності МО при поздовжній та поперечній геометрії вимірювання для плівкових систем (Au+Ag)/Pt загальною товщиною 30 нм при  $c_{Ag} = 20$  (а), 45 (б), 55 (в) та 75 ат.% (г) після конденсації

магнітних кластерів, взаємодія між ними також буде слабкою і, як наслідок, незначне значення величини МО. При збільшенні концентрації Ru характер залежностей стає ізотропним, а величина МО збільшується до 0,6 % при  $c_{Ag} = 45$  ат.%. Збільшення величини МО швидше за все пов'язано з тим, що при збільшенні концентрації магнітної компоненти відбувається збільшення розмірів магнітних кластерів, при цьому відстань між ними зменшується, що приводить до підсилення міжкластерної взаємодії. Подальше зменшення концентрації не магнітної компоненти приводить до поступового зменшення магнітоопору і при  $c_{Ag} = 10$  ат.%. Його величина знов не перевищує 0,1%. Це пов'язано з тим, що при великих концентраціях Ru кількість ізольованих магнітних кластерів суттєво зменшується, а при  $c_{Ag} = 10$  ат.% властивості системи на основі Ru та Ag стають близькими до властивостей типового феромагнітного матеріалу з легкою віссю намагнічування.

Узагальнена концентраційна залежність величини МО при додаванні атомів срібла в діапазоні  $c_{Ag} = (20-80)$  ат.% представлена на рис. 4.22.

Рис. 4.23. ілюструє польові залежність магнітоопору для плівкової системи на основі Ru та Ag при  $c_{Ag} = 63$  ат.% загальною товщиною 20 нм після конденсації (позиція а) та після термовідпалювання до різних температур (позиції в-г). Вимірювання були проведені за кімнатної температури. У цілому, слід зазначити, що залежності МО(B) у поздовжній та поперечній геометріях

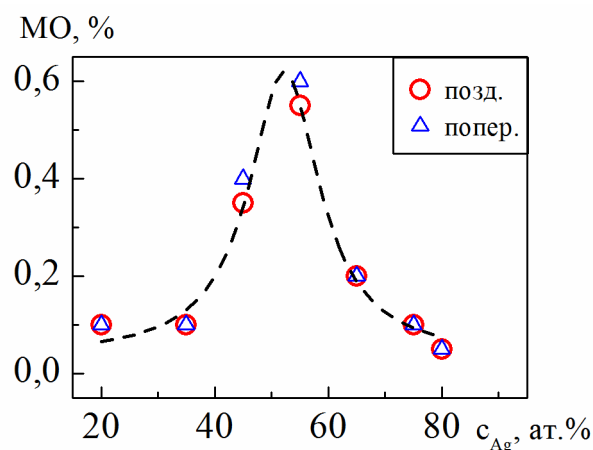


Рис. 4.22. Концентраційна залежність магнітоопору плівкової системи (Ru+Ag)/П загальною товщиною 30 нм після конденсації

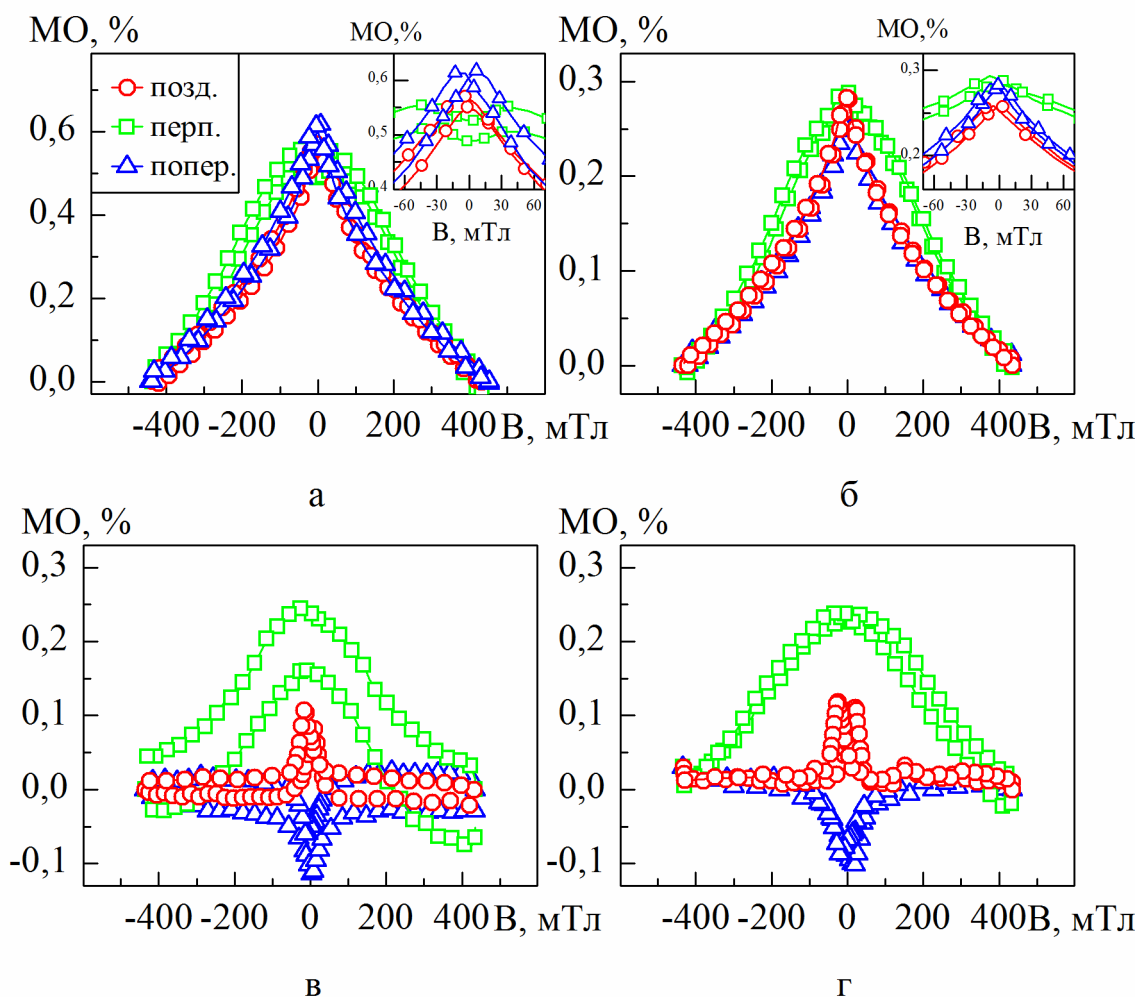


Рис. 4.23 Польові залежності МО при поздовжній, поперечній та перпендикулярній геометріях вимірювання після конденсації (а) та відпалювання до 500 (б), 600 (в) and 700 К (г) для плівкової системи на основі Ru і Ag при  $c_{Ag} = 63$  ат.% загальною товщиною 20 нм

практично співпадають, при цьому спостерігається майже лінійне зменшення величини МО при зростанні прикладеного магнітного поля у діапазоні полів до 500 мТл. Подібний характер поведінки магнітоопору у заданому діапазоні полів пов'язаний з проявом спін-залежного розсіювання електронів на межах поділу магнітна частика/немагнітна матриця, а також в об'ємі магнітних зерен (ефекти інтерфейсного і об'ємного розсіювання, відповідно). Стосовно форми польової залежності МО у перпендикулярній геометрії, то вона суттєво не відрізняється від двох попередніх. Величина магнітопорору становить 0,62%.

Проте, якщо більш детально проаналізувати форму польових залежностей при малих полях до 50 мТл (вставка на рис. 4.23а), то можна побачити очевидну різницю між графіками у площині зразка та перпендикулярній йому площині. Як видно із вставки на рис. 4.23а, на залежності МО(В) у перпендикулярній геометрії спостерігається подвійні максимуми. З іншого боку, у поздовжній і поперечній геометріях на залежностях МО(В) спостерігається гострий пік при полях близьких до нуля. Отже, можна вважати, така поведінка магнітоопору при полях менших за 50 мТл спричинена проявом перпендикулярної магнітної анізотропії. Анізотропний магніторезистивний ефект переважає у системі (Ру+Аg)/П при малих полях і спричиняє появу додатного магнітоопору величиною 0,06% у перпендикулярній геометрії. При зростанні величини прикладеного зовнішнього магнітного поля, домінуючим стає ефект спін гігантського магнітоопору, що приводить до зменшення опору та появи негативного магнітоопору величиною 0,58%. Внаслідок малої величини АМО, внесок анізотропного магніторезистивного ефекту у загальну величину МО є незначним [141]. У випадку плівкових систем на основі пермалою перпендикулярна магнітна анізотропія може бути спричинена магнітокристалічною анізотропією, анізотропією форми або магнітопружньою анізотропією [142, 143].

Відпалювання до 500 К не приводить до зміни форми польових залежностей магнітоопору для всіх трьох геометрій вимірювання (зберігається ізотропний характер магнітоопору), але знижує величину МО до 0,3%. Процес термовідпалювання спричиняє зростання магнітних зерен. Вони стають більшими, починають стикатися одне з одними, змінюючи свою доменну

структуру (відбувається формування багатодомених магнітних частинок) та магнітну конфігурацію системи в цілому, що й приводить до спадання магніторезистивного ефекту [144]. Крім того, зменшення амплітуди МО після термовідпалювання пов'язано з процесами електронно-фононного розсіювання також. Прояв цього механізму розсіювання приводить до зниження ефективності процесу спін-залежного розсіювання електронів, який спричиняє появу ізотропного МО та перешкоджає проходженню електронів від однієї феромагнітної частинки до іншої. Даний ефект дуже подібний до того, що був описаний для структур, сформованих на основі сплаву  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  та Ag шляхом термовідпалювання вихідного мультишару  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}(2)/\text{Ag}(4)$  [94].

Необхідно відмітити, що залежності  $\text{MO}(B)$  для всіх трьох геометрії вимірювання, як до, так і після термовідпалювання до 500 K, не виходять на насичення у заданому діапазоні магнітних полів.

Більш суттєві зміни відбувається після термовідпалювання до 600 K. Це стосується як форми польових залежностей, так і величини МО (рим. 4.3в). По-перше, у перпендикулярній геометрії зникають подвійні максимуми. По-друге починає проявлятися анізотропія у площині зразка. По-третє для відпаленого до 600 K зразка на основі  $\text{Ru}$  і  $\text{Ag}$  при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат.% у поздовжній і поперечній геометріях проявляється гістерезисна поведінка польових залежностей МО ( $B_c = 15$  мТл) з виходом на насичення при  $B_s = 50$  мТл. Така поведінка залежностей  $\text{MO}(B)$  типова для плівок феромагнітних металів та вказує на наявність великих кластерів феромагнітного металу.

Величина анізотропного магнітоопору, розрахована за співвідношенням  $\text{AMO} = 3(R_{\parallel} - R_{\perp}) / (R_{\parallel} + 2R_{\perp})$ , де  $R_{\parallel}$  і  $R_{\perp}$  – величина опору плівки відповідно при паралельній і поперечній орієнтації магнітного поля відносно напрямку протікання струму, складає 2,2 %. Відомо, що феромагнітний сплав пермалой проявляє відносно великий АМО (3-4 % за кімнатної температури) [155], однак при додаванні третього елемента, в тому числі і Ag, відбувається його зниження [76, 145], до (2-3) %, що узгоджується з результатами даної роботи.

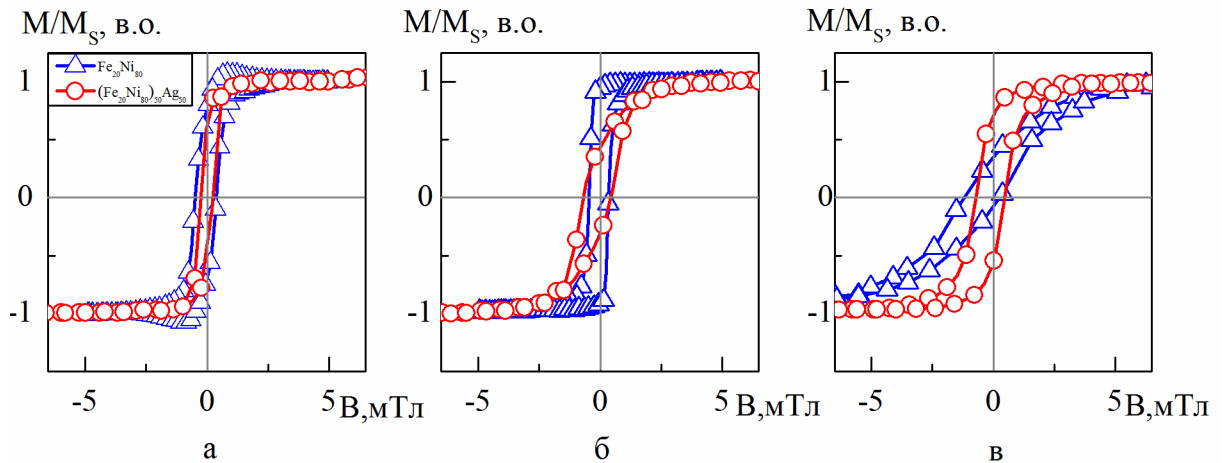


Рис. 4.24. Залежність нормованої намагніченості від прикладеного магнітного поля для плівки сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , та плівкової системи на основі  $\text{Ru}$  і  $\text{Ag}$  при  $c_{\text{Ag}} = 50$  ат. % загальною товщиною 37 нм після конденсації (а) та термовідпалювання до 700 (б) і 900 К (г) при прикладанні магнітного поля у площині зразка

Подальше збільшення температури відпалювання до 700 К приводить до зростання величини коерцитивної сили у площині зразка  $B_c$  до 25 мТл та збільшення величини поля насичення  $B_s$  до 125 мТл. Величина АМО фактично не змінюється і становить 2,1 %. Можливо це пов'язано з тим, що після 600 К при подальшому збільшенні температури відпалювання до 700 К сповільнюється зростання магнітних частинок та фактично не змінюється магнітна структура зразка.

На рис. 4.24 представлений нормований гістерезис  $M/M_s$ , який ілюструє вплив домішки  $\text{Ag}$  з концентрацією 50 ат.% на магнітні властивості плівок пермалою. Отже, додавання атомів немагнітного матеріалу суттєво не впливає на форму петель магнітного гістерезису. При цьому величини коерцитивної та поля насичення зменшуються з 0,45 до 0,25 мТл та з 3,24 до 1,52 мТл відповідно. Термовідпалювання спричиняє збільшення як величини  $B_c$ , так і  $B_s$ . Поле насичення та коерцитивна сила досягають максимуму 4,65 мТл та 0,58 мТл, відповідно, після термообробки за температури 900 К. Даний результат подібний до експериментальних досліджень, опублікованих у [146, 147].



#### Висновки до розділу 4.

1. Аналіз розмірної залежності магніторезистивних властивостей, системи  $\text{Ag}(d_{\text{Ag}2})/\text{Fe}(d_{\text{Fe}})/\text{Ag}(d_{\text{Ag}1})/\text{П}$ , указує на те, що для максимального збільшення величини МО такої системи товщина шару заліза повинна дорівнювати 3 нм, а сумарна товщина верхнього і нижнього шарів срібла повинна бути рівно у два рази більшою за товщину заліза, тобто  $d_{\text{Ag}1} + d_{\text{Ag}2} = 2 d_{\text{Fe}}$ .

2. Порівняльний аналіз магнітних властивостей плівок  $\text{Fe}(3)/\text{П}$  та системи  $\text{Fe}(3)/\text{Ag}(d_{\text{Ag}1})/\text{П}$  показав збільшення  $B_c$  від 5 до 15 мТл під час збільшення товщини немагнітного прошарку від 1 нм до 5 нм при фіксованій товщині феромагнітного шару. Нанесення додаткового верхнього немагнітного шару  $\text{Ag}$  (утворення системи  $\text{Ag}/(d_{\text{Ag}2})/\text{Fe}(3)/\text{Ag}(d_{\text{Ag}1})/\text{П}$ ) викликає зміну форми польових залежностей МОКЕ-сигналу та збільшення коерцитивної сили системи в цілому.

3. Максимальне значення величини МО для систем  $(\text{Fe}+\text{Ag})/\text{П}$  та  $(\text{Fe}+\text{Au})/\text{П}$ , було отримано при  $c_{\text{Ag,Au}} = 70$  ат.%. Збільшення товщини зразків  $(\text{Fe}+\text{Ag})/\text{П}$  від 10 до 25 нм приводить до зростання величини МО у 5 разів, що пов'язано зі збільшенням ймовірності спін-залежного розсіювання електронів. У системі  $(\text{Fe}+\text{Au})/\text{П}$  спостерігається перехід від ізотропного МО з ознаками ГМО до анізотропного МО зі зменшенням концентрації атомів золота, пов'язано з фазовим переходом т.р.  $\text{Au}(\text{Fe}) \rightarrow$  т.р.  $\alpha\text{-Fe}(\text{Au})$  при  $c_{\text{Au}} = 45$  ат.%.

4. Польові залежності магнітоопору одношарових плівок пермалою характеризуються анізотропією при переході від поздовжньої до перпендикулярної геометрії вимірювання. Дослідження магнітних властивостей стрічок пермалою  $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$  товщиною 30 нм, показали, що форма петель магнітного гістерезису та  $B_c$  суттєво залежить від ширини і довжини зразка. Зміна розмірів зразка з  $(350 \times 7)$  мкм до  $(7 \times 70)$  мкм супроводжується змінами куту нахилу залежності  $M(B)$  та відповідним зменшенням величини  $B_c$  в два рази.

7. При додаванні атомів срібла до складу плівки пермалою виникає ізотропний МО, максимальною величиною 0,6 % при  $c_{\text{Ag}} = 63$  ат.%. При відпалюванні до 500 К зберігається ізотропний МО, але знижується його величина до 0,3%. Подальше зростання температури відпалювання до 600 та 700 К спричиняє появу анізотропії.

## РОЗДІЛ 5

### ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ НА ОСНОВІ ФЕРОМАГНІТНИХ І БЛАГОРОДНИХ МЕТАЛІВ

#### 5.1 Терморезистивні властивості [109, 112, 129, 136]

##### 5.1.1 Питомий опір і ТКО одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au

З метою більш коректного аналізу впливу окремих компонент на терморезистивні властивості досліджуваних систем на основі феромагнітних і благородних металів у роботі було проведено аналіз особливостей температурних залежностей питомого опору і ТКО для одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au.

У випадку плівок Fe 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, термообробка проводилася за різних граничних температур. На рис. 5.1 приведено типову температурну залежність опору плівки Fe протягом першого циклу термообробки до 750 К. Аналіз цієї залежності показує, що починаючи з температури  $T = 620$  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.

Дослідження фазового складу тонких плівкових зразків у свіжосконденсованому стані до і після відпалювання показує, що в останньому випадку на електроннограмах (рис. 5.1, вставка Б) з'являються додаткові лінії, які відповідають оксиду ОЦК- $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , який утворюється за рахунок взаємодії з атомами кисню.

На основі експериментальних результатів про температурну залежність опору плівкових зразків різної товщини було встановлено, що температура початку окислення плівки  $T_0$  є розмірно-залежною величиною. На рис. 5.2а

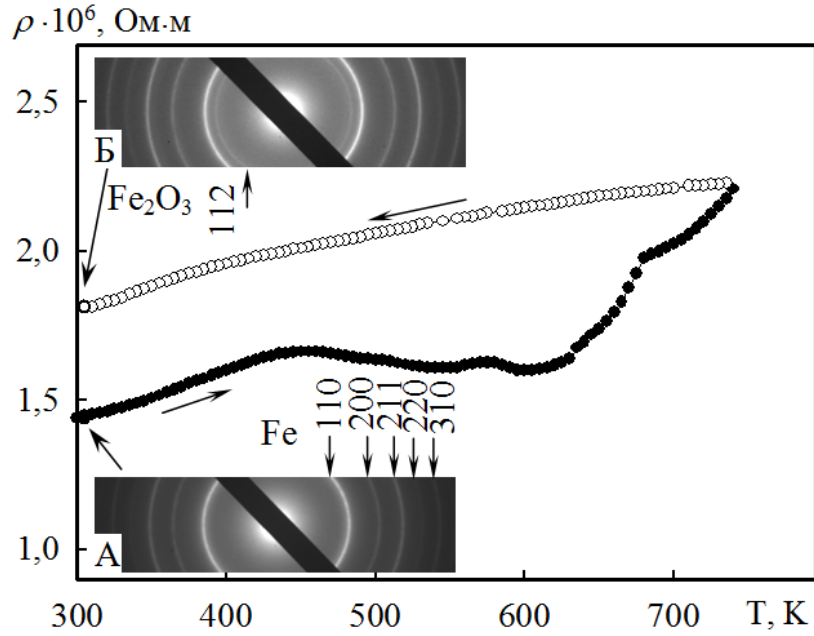


Рис. 5.1. Температурна залежність питомого опору плівки заліза товщиною 20 нм протягом першого циклу термообробки. На вставках електронограми від плівкових зразків до термообробки (А) та після термообробки до 750 К (Б). ●, ○ – нагрівання та охолодження відповідно

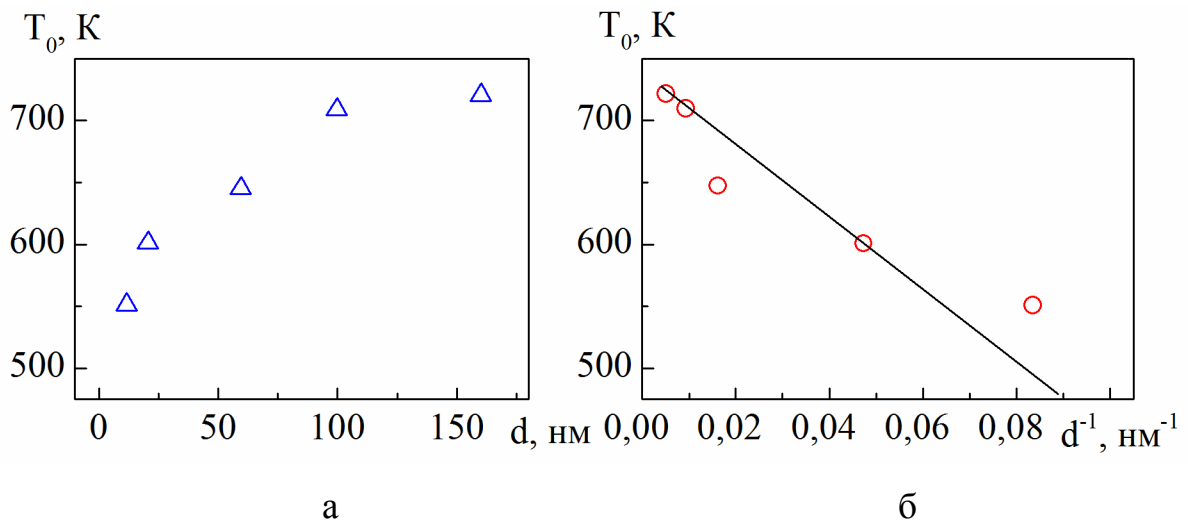


Рис. 5.2. Залежність температури початку хімічного переходу  $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe} + \text{Fe}_2\text{O}_3$  від  $d$  (а) та  $d^{-1}$  (б)

наведено експериментальну залежність температури початку фазового переходу ОЦК-Fe  $\rightarrow$  ОЦК-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> від товщини ( $d$ ), яку можна перебудувати у вигляді представленому на рис. 5.2б:

$$T_o = T_{\infty} - \frac{a}{d}, \quad (5.1)$$

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. 5.2 б), було отримано, що значення  $T_{\infty}$  складає 735 К.

Таким чином, при термостабілізації одношарових плівок Fe 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. 5.2 а).

На рис. 5.3 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 [62]. Крива охолодження при першому циклі має характер, типовий для металевих матеріалів, як і в цілому температурні залежності при нагріві та охолодженні протягом другого циклу.

Типові для плівок пермалою температурні залежності питомого опору та термічного коефіцієнту опору, представлені на рис. 5.4 мають наступні

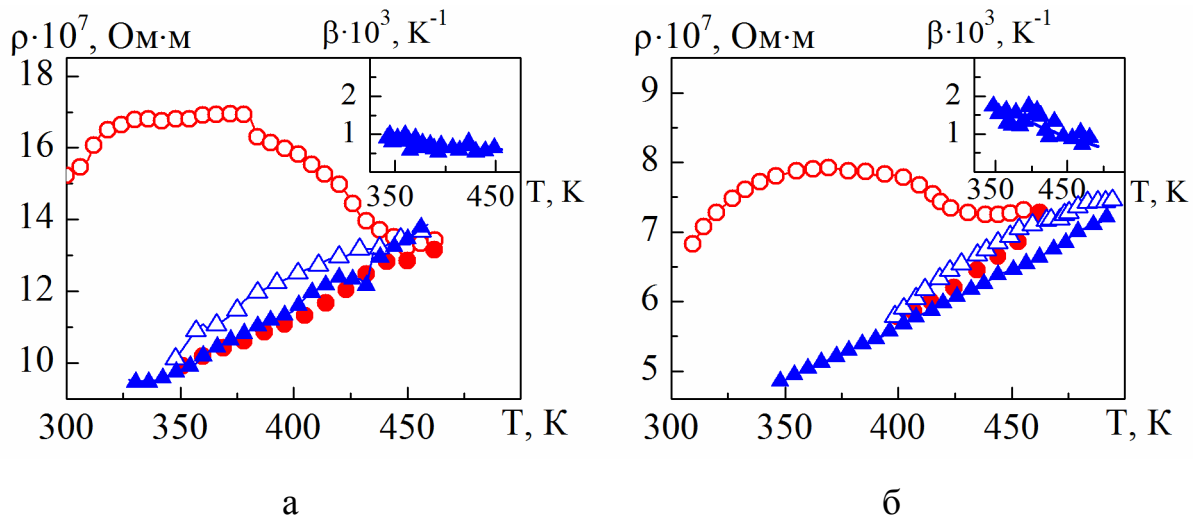


Рис. 5.3. Температурні залежності величини питомого опору та ТКО (на вставках) для плівок Fe/П товщиною 15 нм (а) та 25 нм (б)

особливості. По-перше, для сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , як і для його складових компонент у чистому вигляді (див., наприклад, роботи [16, 148]), з ростом температури на першому циклі нагрівання відбувається характерне зменшення питомого опору, що пояснюється заліковуванням дефектів кристалічної будови. По-друге, на залежностях  $\rho(T)$  слід відмітити дві ділянки з різною тенденцією до зміни опору: на першій - спостерігається незначне зростання величини  $\rho$  з ростом  $T$ , а на другій – різкий спад при зростанні температури, який завершується незначним зростанням опору. При цьому, слід відмітити, що навіть при незначному збільшенні товщини зразків відбувається збільшення температурного діапазону першої ділянки та зміна форми залежності I-го циклу нагрівання на другій ділянці від відносно стрімкої до більш пологої. Причиною таких змін може бути той факт, що при збільшенні товщини зразків відбувається поступове збільшення температурного діапазону, при якому відбувається заліковування дефектів. По-третє, криві охолодження першого та всіх наступних циклів ідуть паралельно одна одній, а у випадку зразку  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(16)/\text{П}$  навіть співпадають. Така поведінка також характерна для складових компонент сплаву [16, 148]. Величина питомого опору при  $d = (10-45)$  нм має порядок  $\rho \sim (10^{-6}-10^{-7})\text{Ом}\cdot\text{м}$ , що є характерним для плівок Ру [65]. На рис. 5.5 представлені температурні залежності ТКО для II-IV циклів охолодження на прикладі зразка  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(22)/\text{П}$ .

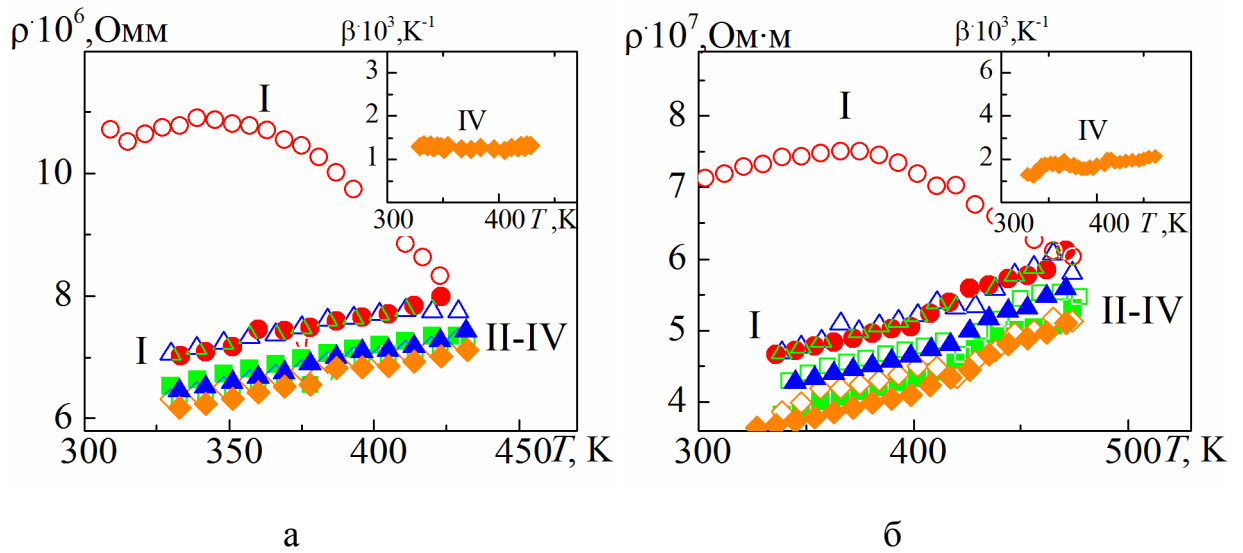


Рис. 5.4. Температурні залежності питомого опору та ТКО (на вставках) для плівок сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ , товщиною 13 (а) та 22 нм (б). Римськими цифрами позначені номери циклів «нагрівання↔охолодження»

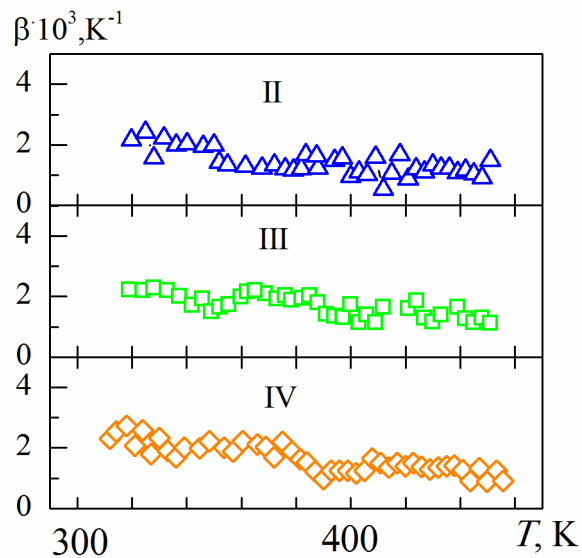


Рис. 5.5. Температурні залежності ТКО плівки  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  (22нм) / П для II-IV циклів термообробки

Типові для благородних металів температурні залежності питомого опору та термічного коефіцієнту опору представлені на рис. 5.6 на прикладі одношарових плівок Ag і Au різної товщини. Немонотонний характер залежності  $\rho(T)$  на першому циклі нагрівання пов'язаний з процесами заліковування дефектів. Особливої зміни форми графіка при збільшенні товщини зразків як для Ag, так і для Au не спостерігається. Це пов'язано з тим, що дослідження проводилися для вузького інтервалу  $d$ . Температуру, при якій на першому циклі відпалювання спостерігається мінімум питомого опору на температурній залежності питомого опору (температура заліковування дефектів ( $T_d$ )) лежить в межах від 410 до 450 К, що узгоджується з даними роботи [16]. На її величину впливають процеси заліковування дефектів, рекристалізації та швидкість конденсації. Лінійний характер графіка  $\rho(T)$  при охолодженні та на другому циклі нагрівання свідчить про завершення термостабілізаційних процесів у зразках. Процес термостабілізації для плівок Ag і Au приводить до зменшення величини питомого опору у порівнянні зі свіжосконденсованими у 1,1-1,4 рази для Ag та 1,1 рази для Au.

Узагальнені розмірні залежності питомого опору та термічного коефіцієнту опору для плівок Fe, Ag та Au представлені на рис. 5.7. В усіх випадках величина  $\rho$  зменшується при збільшенні  $d$ , виходячи на асимптотичне значення, в той же час величина  $\beta$ , що є обернено пропорційною  $\rho$ , зростає зі збільшенням товщини, також поступово виходячи на насичення. Отриманий характер залежностей  $\rho(d)$  та  $\beta(d)$  для плівок Fe, Ag та Au узгоджується з даними, наведеними у роботах, присвячених вивченню терморезистивних властивостей в однокомпонентних плівках металів.

Шляхом екстраполяції товщини зразків на нескінченність ( $d \rightarrow \infty$ ) були отримані асимптотичні значення  $\rho_\infty$  і  $\beta_\infty$ : для плівок Fe –  $\rho_\infty(\text{Fe}) = 2,8 \cdot 10^{-7}$  Ом·м і  $\beta_\infty(\text{Fe}) = 2,1 \cdot 10^{-3}$  К<sup>-1</sup>; для плівок Ag –  $\rho_\infty(\text{Ag}) = 18,1 \cdot 10^{-7}$  Ом·м і  $\beta_\infty(\text{Ag}) = 1,8 \cdot 10^{-3}$  К<sup>-1</sup> та для плівок Au –  $\rho_\infty(\text{Au}) = 30,2 \cdot 10^{-7}$  Ом·м і  $\beta_\infty(\text{Au}) = 0,9 \cdot 10^{-3}$  К<sup>-1</sup>.

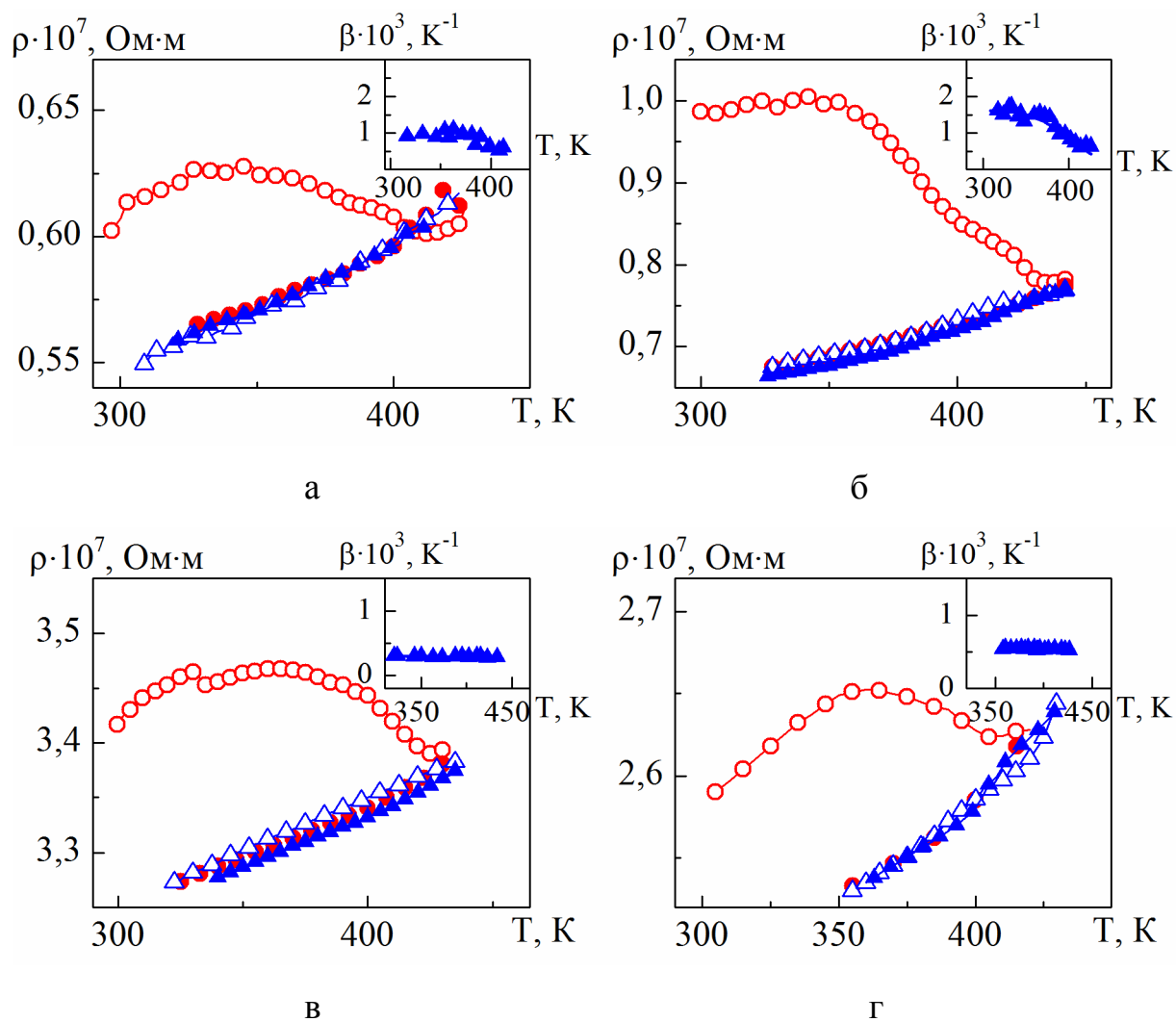


Рис. 5.6. Температурні залежності величини питомого опору та ТКО (на вставках) для плівок Ag/П товщиною 17 (а) і 30 нм (б) та для плівок Au/П товщиною 8 (в) та 15 нм (г)



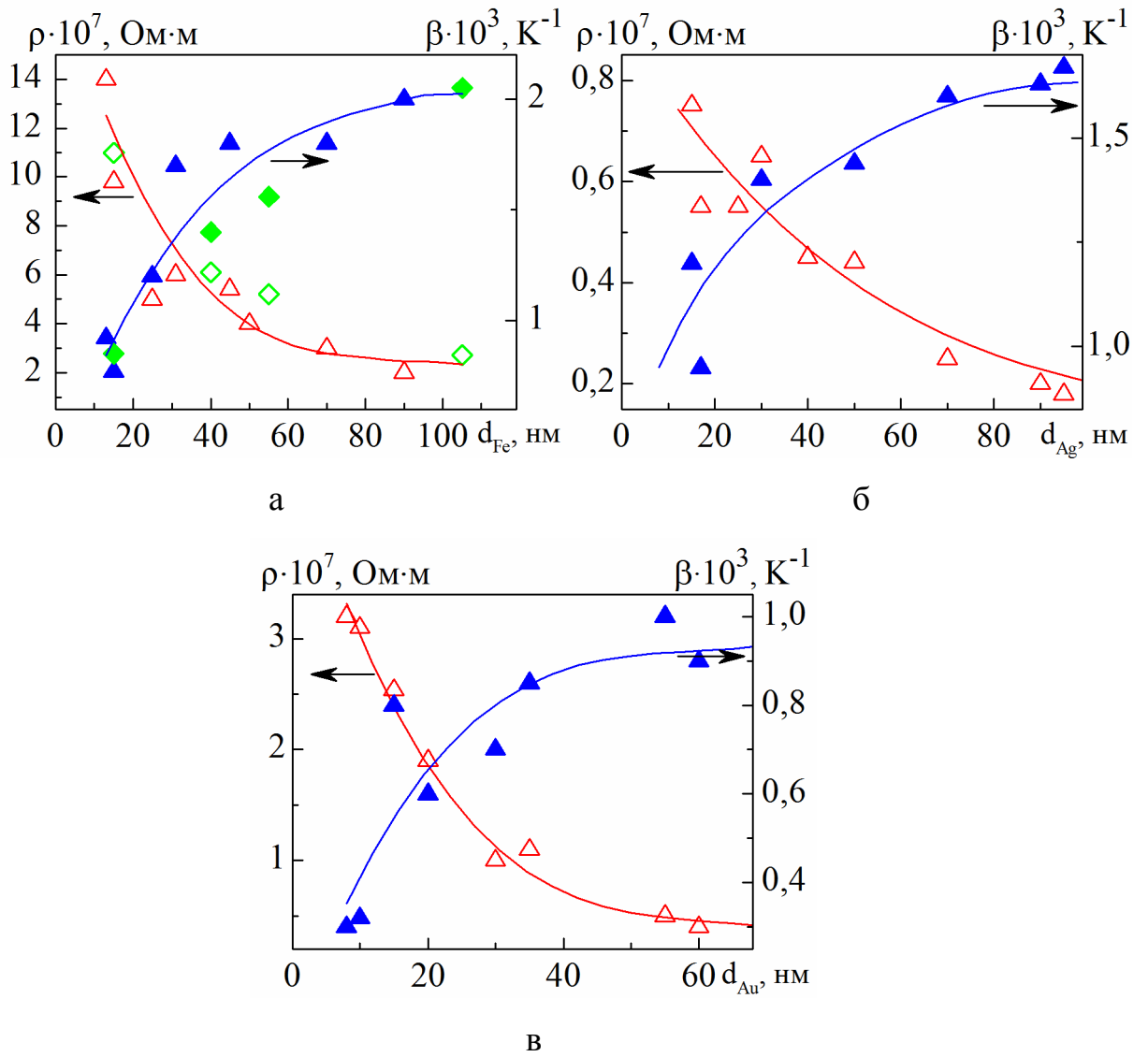


Рис. 5.7. Розмірні залежності величини питомого опору  $\rho$  та температурного коефіцієнта опору  $\beta$  для плівок Fe (а), Ag (б) та Au (в), де  $\Delta, \blacktriangle$  – наші дані;  $\blacklozenge, \blacklozenge$  – дані з роботи [56]

### 5.1.2 Концентраційні ефекти в терморезистивних властивостях плівкових систем на основі Fe і Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент

Розглянемо результати досліджень терморезистивних властивостях плівкових систем на основі Fe і Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент. Дослідження проводилися для концентраційного діапазону  $c_{Ag,Au} = (10-90)$  ат.%. Температурний діапазон досліджень визначався особливостями процесів заліковування дефектів для кожної системи окремо.

На рис. 5.8 та 5.9 представлені температурні залежності величини питомого опору та ТКО відповідно для плівкових систем (Fe+Ag)/П та (Au+Fe)/П загальною товщиною 20 нм при різних значеннях концентрації атомів Fe. Аналіз графіків  $\rho(T)$  для обох типів зразків вказує на відносно велике значення питомого опору  $\rho$ , як результат, мале значення ТКО. Експериментальні дані стосовно величин  $\rho$  та  $\beta$  для всіх досліджуваних функціональних матеріалів зведені у таблицях 5.1 та 5.2.

В системі (Ag+Fe)/П як видно з рис. рис. 5.8 збільшення  $c_{Fe}$  при незмінній загальній товщині зразків приводить до, що на першому циклі нагрівання характер кривої стає більш затягнутий. Це пояснюється тим, що при зміні концентрації компонент у зразках по-різному протікають процеси заліковування дефектів та рекристалізації. На першому ж циклі охолодження, незалежно від  $c_{Fe}$  величина  $\rho$  зменшується за лінійним законом при зниженні температури зразків до кімнатної.

На відміну від системи (Ag+Fe)/П характер температурної залежності питомого опору плівок (Au+Fe)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент, більш суттєво залежить від концентрації атомів компонент і визначається впливом процесів фазоутворення при зміні  $c_{Au}$ . У функціональних елементах, сформованих методом одночасної конденсації таких металів як Fe і Au. Як показано у розділі 2, вже на стадії конденсації відбувається стабілізація ГЦК фази т.р. Au(Fe) до концентрації  $c_{Au} = 45$  ат.%, а при  $c_{Au} = (15-35)$  ат.% –

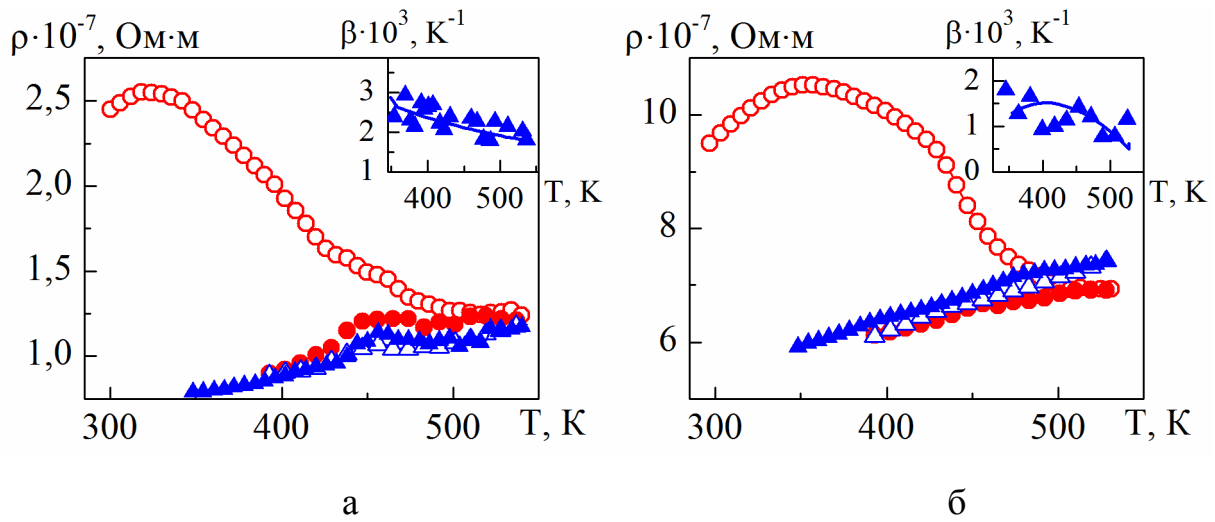


Рис. 5.8. Температурні залежності величини питомого опору та ТКО (на вставках) для плівкової системи (Fe+Ag)/Пі загальною товщиною 20 нм при  $c_{Ag} = 80$  (а) та 20 ат.%. (б)

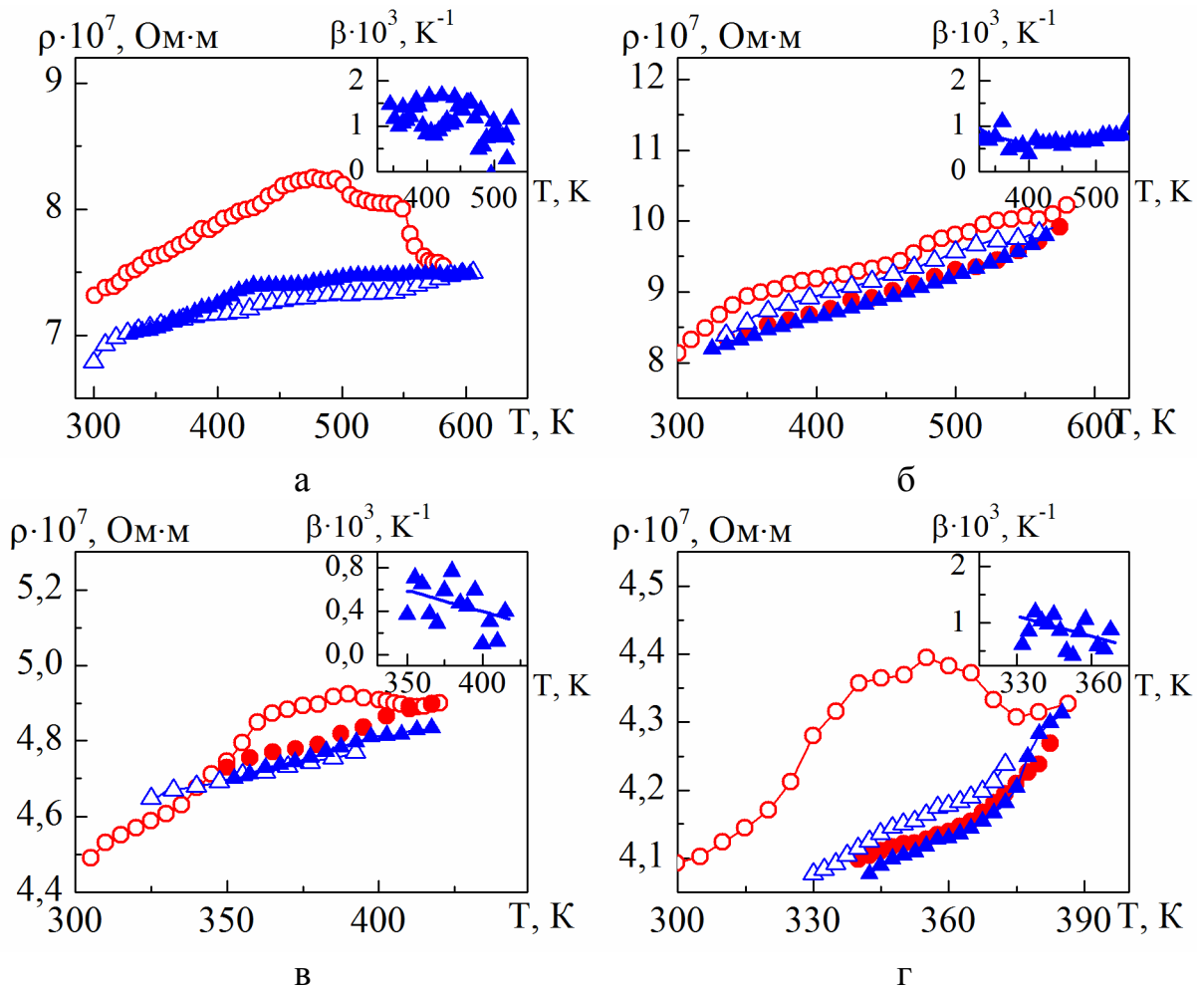


Рис. 5.9. Температурні залежності величини питомого опору та ТКО (на вставках) для плівкової системи (Fe+Au)/Пі загальною товщиною 20 нм при  $c_{Au} = 75$  (а), 65 (б), 20 (в) та 10 ат.%. (г)

квазіаморфного або кристалічного т.р.- $\alpha$ -Fe(Au). При цьому при переході від т.р. Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au) відбувається диспергування кристалічної структури зразків. Як результат відбувається зміна характеру залежності  $\rho(T)$  на першому циклі нагрівання (рис. 5.9). При цьому слід відмітити, що величина  $\rho$  при кімнатні температурі у концентраційному діапазоні  $c_{Au} = (20 - 65)$  ат.% фактично не змінюється, а у випадку  $c_{Au} = 65$  ат.% має фактично лінійний характер в діапазоні  $T = (300 - 600)$  К вже на першому циклі «нагрівання  $\leftrightarrow$  охолодження».

Розмірні експериментальні залежності  $\rho(d)$  і  $\beta(d)$  відповідають співвідношенням (5.1) і (5.2) класичної теорії Фукса-Зондгеймера:

$$\frac{\rho}{\rho_{\infty}} \cong 1 + \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_0(1-p)}{d}, \quad (5.1)$$

$$\frac{\beta}{\beta_{\infty}} \cong 1 - \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_0(1-p)}{d}. \quad (5.2)$$

для випадку  $d/\lambda_0 > 1$  і  $p < 1$ , де  $\lambda_0$  - де  $\lambda_0$  – середня довжина вільного пробігу електронів у масивних зразках;  $p$  – коефіцієнт дзеркальності;  $\rho_{\infty} \cong \lim_{d \rightarrow \infty} \rho$  і  $\beta_{\infty} \cong \lim_{d \rightarrow \infty} \beta$ .

Більш краща відповідність експериментальних і розрахункових результатів має місце у випадку моделі ефективною довжини вільного пробігу (для випадку, коли середні розміри зерен більші за товщину плівки):

$$\frac{\rho}{\rho_0} \cong \left[ 1 + \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_g(1-p)}{d} \right] \cdot f(\alpha)^{-1} = \left[ f(\alpha)^{-1} + \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_0(1-p)}{d} \right], \quad (5.3)$$

$$\rho_g = \frac{\rho_0}{f(\alpha)},$$

де  $\rho_g$  – питомий опір плівки, обумовлений розсіюванням носіїв електричного струму на фононах і межах кристалічних зерен;  $\lambda_g = \lambda_0 \cdot f$  – середня довжина вільного пробігу електронів, яка визначається межами зерен:

$$f(\alpha) = \frac{\rho_0}{\rho_g} = \frac{\beta_g}{\beta_0} = \left[ 1 - \frac{3}{2}\alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln(1 + \alpha^{-1}) \right],$$

де  $f(\alpha)$ ,  $\alpha = \frac{\lambda_0}{L} \cdot \frac{R}{1-R}$  та  $R$  – функція, параметр розсіювання та  $R$  – коефіцієнт розсіювання носіїв електричного струму на межі зерен.

Для ТКО можна записати аналогічне співвідношення

$$\frac{\beta}{\beta_0} \cong \left[ 1 + \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_g(1-p)}{\alpha} \right]^{-1} \cdot \left[ 1 + \alpha \cdot \frac{df/d\alpha}{f(\alpha)} \right], \quad (5.4)$$

або

$$\frac{\beta}{\beta_0} \cong \left[ 1 + \frac{3}{8} \cdot \frac{\lambda_g(1-p)}{\alpha} \right]^{-1} \cdot f(\alpha). \quad (5.4')$$

Аналізуючи питання про концентраційну залежність питомого опору двошарових плівок, ми виходили із модельних уявлень, які узгоджуються із експериментальними даними:

- дифузія інорідних атомів відбувається як в об'ємі зерна, так і на його межі, але на величину коефіцієнта розсіювання носіїв електричного струму впливає лише другий тип дифузії;

- коефіцієнт розсіювання носіїв електричного струму на межі зерна при невеликих концентраціях змінюється прямо пропорційно концентрації домішкових атомів, тобто

$$R' = R \pm \gamma \cdot c,$$

де  $R$  і  $R'$  – коефіцієнти розсіювання на межі зерна при концентрації ( $c$ ), що дорівнює або не дорівнює нулю;  $\gamma$  – коефіцієнт пропорційності, який набирає як від'ємних, так і додатних значень і має величину порядку одиниці.

З метою підтвердження того факту, що в системах відбувається утворення твердих розчинів були проведені розрахунки величини ТКО за співвідношення для випадку, коли в системі відбувається повне перемішування компонент з утворенням плівкового сплаву:

$$\beta \cong \frac{\beta_{Fe}}{1 + \frac{c_{Ag(Au)}\rho_{Ag(Au)}}{c_{Fe}\rho_{Fe}}} + \frac{\beta_{Ag(Au)}}{1 + \frac{c_{Fe}\rho_{Fe}}{c_{Ag(Au)}\rho_{Ag(Au)}}}. \quad (5.5)$$

Результати розрахунків зведені у таблицях 5.1 та 5.2. Порівняння експериментальних величин ТКО для систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П із розрахунковими за співвідношенням (5.5) мають гарну відповідність лише для діапазону концентрацій де залежність  $\beta(c_{Au})$  має близький до лінійного характер (рис. 5.10).

Узагальнені концентраційні залежності питомого опору та ТКО для систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П загальною товщиною 20 нм представлені на рис. 5.10. Як видно з рис. 5.10 дані залежності нелінійні з характерними максимумами та мінімумами.

Відомо, що у масивних сплавах з необмеженою розчинністю у твердому стані залежність питомого опору від концентрації визначається валентністю компонент і описується правилом Курнакова-Нордгейма. Для компонентів з різною валентністю крива  $\rho = f(x)$ , де  $x$  – концентрація однієї з компонент у системі, представляє собою викривлену параболу з максимумом, зміщеним в бік компоненти з більшим опором. Термічний коефіцієнт опору при утворенні твердого розчину зменшується у порівнянні з вихідними компонентами при зростанні концентрації другого компоненту. На рис. 5.11 представлені можливі варіанти концентраційної залежності питомого опору для двокомпонентних систем. Так, наприклад, для сплавів Ni-Cu, в області концентрацій  $c_{Ni} = (50-70)$  ат.% питомий сплаву досягає максимального значення  $50 \cdot 10^{-8}$  Ом·м, що значно перевищує питомий опір вихідних металів. Величина ж ТКО досягає свого мінімального значення у діапазоні концентрацій для даного  $c_{Ni} = 20-60$  ат.% та фактично не змінюється в інтервалі температур (290 - 400) К. Автори роботи [100] на прикладі плівок сплаву Ni-Cu загальною товщиною  $d = (80-125)$  нм, отриманих методом одночасної

Таблиця 5.1

**Розрахункові та експериментальні значення величини питомого опору та  
ТКО для плівки (Fe+Ag)/П загальною товщиною 20 нм при різних  
концентраціях атомів заліза  $c_{Au}$**

| Концентрація<br>$c_{Au}$ , ат.% | $\rho_{експ} \cdot 10^7$ ,<br>Ом·м | $\rho_{розр} \cdot 10^7$ ,<br>Ом·м | $\beta_{експ} \cdot 10^3$ ,<br>К <sup>-1</sup> | $\beta_{розр} \cdot 10^3$ ,<br>К <sup>-1</sup> | $\frac{\beta_{експ} - \beta_{розр}}{\beta_{експ}}$ , % |
|---------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--|--|--|
| 0                               | 10                                 | -                                  | 1,1  | -  | -  |
| 10                              | 5,88                               | 9,07                               | 1,13   | 1,06   | 6  |
| 20                              | 3,64                               | 8,13                               | 1,20   | 1,07   | 11   |
| 44                              | 1,08                               | 5,89                               | 1,40   | 1,07   | 24   |
| 65                              | 0,58                               | 3,92                               | 1,45   | 1,08   | 24   |
| 80                              | 0,40                               | 2,52                               | 1,43   | 1,09   | 25   |
| 100                             | 0,65                               | -                                  | 1,2  | -  | -  |

Таблиця 5.2

**Розрахункові та експериментальні значення величини питомого опору та  
ТКО для плівки (Fe+Au)/П загальною товщиною 20 нм при різних  
концентраціях атомів заліза  $c_{Fe}$**

| Концентрація<br>$c_{Fe}$ , ат.% | $\rho_{експ} \cdot 10^7$ ,<br>Ом·м | $\rho_{розр} \cdot 10^7$ ,<br>Ом·м | $\beta_{експ} \cdot 10^3$ ,<br>К <sup>-1</sup> | $\beta_{розр} \cdot 10^3$ ,<br>К <sup>-1</sup> | $\frac{\beta_{експ} - \beta_{розр}}{\beta_{експ}}$ , % |
|---------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--|--|--|
| 0                               | 10                                 | -                                  | 1,10   | -  | -  |
| 10                              | 3,28                               | 3,45                               | 1,16   | 1,08   | 7  |
| 22                              | 3,68                               | 3,39                               | 1,20   | 1,05   | 12   |
| 35                              | 4,00                               | 3,33                               | 1,18   | 1,01   | 14   |
| 40                              | 3,88                               | 3,30                               | 1,05   | 0,99   | 6  |
| 50                              | 4,36                               | 3,25                               | 1,20   | 0,96   | 20   |
| 60                              | 4,60                               | 3,20                               | 0,80   | 0,93   | 16   |
| 65                              | 6,40                               | 3,14                               | 0,70   | 0,90   | 28   |
| 75                              | 5,60                               | 3,13                               | 0,63   | 0,85   | 35   |
| 100                             | 1,7                                | -                                  | 0,70   | -  | -  |

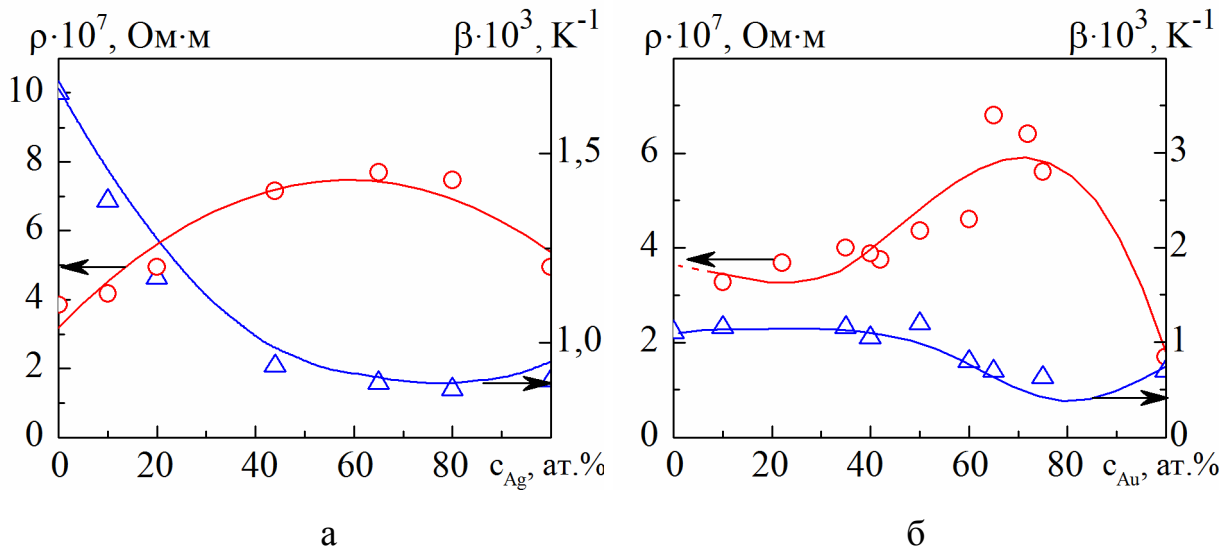


Рис. 5.10. Концентраційні залежності величини питомого опору та ТКО для плівкових систем (Fe+Ag)/П (а) та (Fe+Au)/П (б) загальною товщиною 20 нм

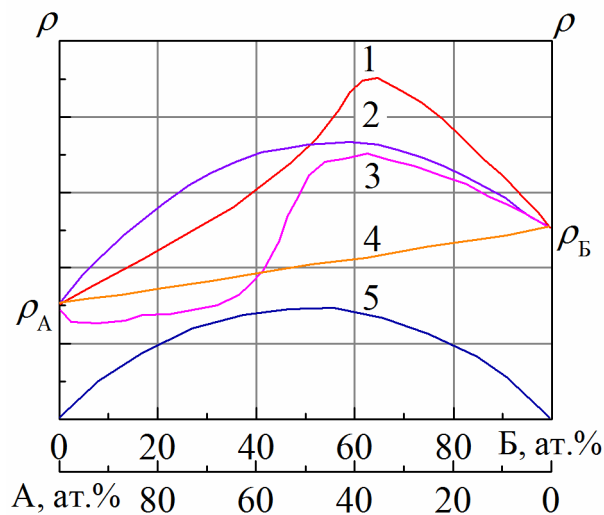


Рис. 5.11. Залежність питомого опору від складу двокомпонентних систем на основі металів А і В: 1, 2, 3 – різні варіанти залежності для системи неперервних твердих розчинів, 4 – механічна суміш компонентів, 5 – правило Курнакова-Нордгейма для питомого опору твердих розчинів ізоелектронних металів. Графіки 1-4 характерні для кімнатної температури, графік 5 – для 4,2 К [149]



конденсації компонент показали, що концентраційна залежність  $\rho$  повторює дані для масивних зразків. На залежності  $\rho = f(x)$  спостерігається максимум, але він є зміщений на 10 ат.% в бік зменшення концентрації міді.

У випадку систем, досліджуваних у дисертаційній роботі, слід зазначити, що характер концентраційної залежності питомого опору для функціональних плівкових матеріалів на основі Fe і Ag якісно узгоджується з кривою 2, представленою на рис. 5.11, хоча максимум є зміщеним у бік більших значень  $c_{Fe}$ . Для функціональних матеріалів на основі Fe і Au значне зміщення максимуму у бік менших значень  $c_{Fe}$  швидше за все пов'язано з фазовим переходом від т.р. Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au).

### 5.1.3 Терморезистивні властивості плівкових систем на основі Ru і Ag, отриманих методом одночасної конденсації компонент

У випадку функціональних матеріалів на основі Ru і Ag, отриманих методом одночасної конденсації компонент, дослідження електрофізичних властивостей (питомий опір та ТКО) були проведені лише для систем при концентрації срібла 63 ат.%, у залежності від загальної товщини зразків. Вибір

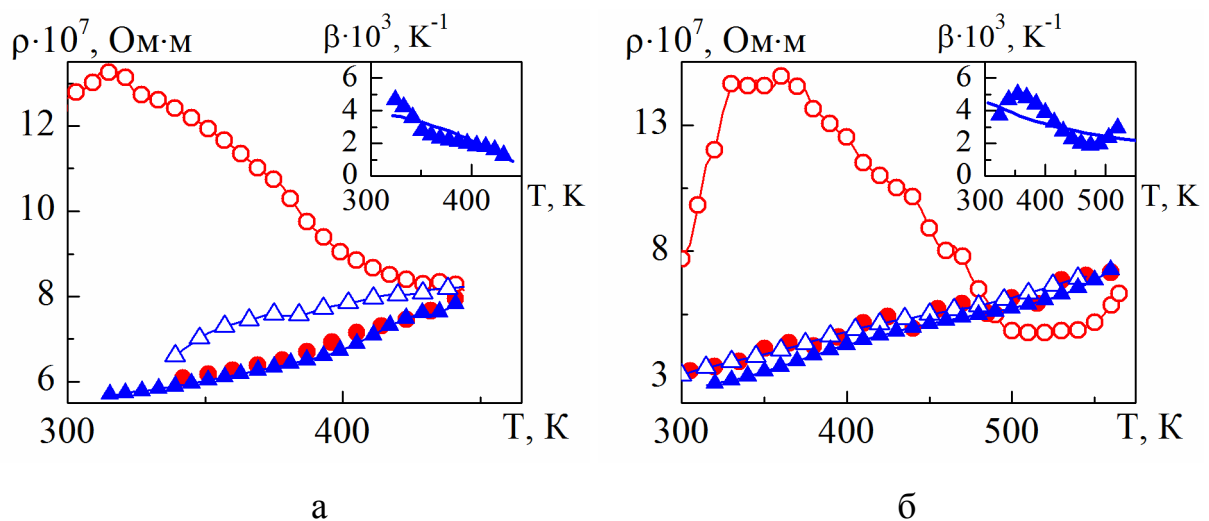


Рис. 5.12. Температурні залежності питомого опору і ТКО (на вставках) для плівкових систем (Ru+Ag)/П при  $c_{Ag} = 63$  ат.% загальною товщиною 14 (а) та 30 нм (б)

концентрації компонент був обумовлений тим фактом, що при  $c_{Ag} = 63$  ат.% спостерігається найбільше значення магніторезистивного ефекту. Мета дослідження була обумовлена тим, що величина питомого опору ( $\rho$ ) є базовим параметром, який впливає на електронні, деформаційні, магнітні та інших властивості тонкоплівкових матеріалів. Не зважаючи на це для систем (Pу+Ag)/П температурні залежності питомого опору майже не вивчені. На рис. 5.12 представлені типові температурні залежності питомого опору та ТКО тонких плівок на основі Pу та Ag при  $c_{Ag} = 63\%$  різної загальної товщини. Можна визначити наступні їх особливості:

1) на першому циклі нагрівання спостерігається характерне зменшення питомого опору при підвищенні температури. Процеси залічування дефектів та збільшення середнього розміру зерна при відпалюванні, збільшують рухливість електронів крізь плівку та зменшують ймовірність розсіювання електронів на границях зерен або домішок. У результаті чого після термообробки спостерігається зменшення величини питомого опору зразків;

2) на першому циклі нагрівання слід виділити дві зони. Перша характеризується збільшенням питомої провідності при підвищенні температури. Друга – різким зниженням питомого опору з підвищенням температури. Слід зазначити, що зростання температурного діапазону другої зони відбувається навіть за невеликого збільшення товщини зразка. Причиною таких змін є поступова зміна температурного діапазону заліковування дефектів. Як показано на рисунку 5.12, температура заліковування дефектів збільшується з 440 до 540 К при збільшенні загальної товщини від 14 до 30 нм;

3) поведінка температурної залежності опору при охолодженні типова для металевих зразків та спостерігається для всіх досліджуваних плівок. Значення питомого опору та ТКО мають порядок  $\rho \sim 10^{-7}$  Ом·м та  $\beta \sim 10^{-3}$  К<sup>-1</sup>, які є характерними для компонентів досліджених зразків.

Крім того, результати експериментів вказують на те, що величина питомого опору зразків з більшою товщиною після термообробки є нижчою, ніж для зразків з меншою товщиною. Наприклад, значення питомого опору

наступні:  $\rho = 5,7 \cdot 10^{-7}$  Ом·м для системи з  $d = 15$  нм і  $3,1 \cdot 10^{-7}$  Ом·м для плівок з  $d = 30$  нм. Величина ТКО, яка визначалася шляхом диференціювання  $d\rho/dT$ , зменшується при збільшенні товщини зразків  $d$ . Наприклад, при товщині 15 нм  $\beta = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ , а для плівкового зразка з  $d = 30$  нм  $\beta = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ . Така поведінка питомого опору та температурного коефіцієнту опору обумовлені розмірним ефектом в електрофізичних властивостях тонких плівок Ru та Ag.

## 5.2 Тензорезистивні властивості

Вивчення ефекту тензочутливості у плівкових системах на основі Fe і Ag (Au) та Ru і Ag є актуальною задачею з точки зору дослідження фізичних процесів в плівках під впливом зовнішніх фізичних полів.

### 5.2.1 Тензоефект в одношарових плівках Fe, Ru, Ag та Au [112, 122, 123, 151]

Типові деформаційні залежності  $\Delta R/R(0)$  та  $\gamma_{dif}$  від  $\varepsilon_l$  для одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au для деформаційного інтервалу  $\Delta\varepsilon_{l1} = (0 - 1)\%$  представлені на рис. 5.12.

Детальний аналіз тензорезистивних властивостей одношарових плівок Fe в інтервалі товщин  $d = 7 - 65$  нм при деформації  $\Delta\varepsilon_{l1} = (0 - 1)\%$  та  $\Delta\varepsilon_{l2} = (0 - 2)\%$  був проведений у роботі [57]. Дані дослідження дозволили визначити на якому з циклів деформації відбувається остаточна стабілізація процесів, що відбуваються в плівці на макро- та мікроскопічному рівнях у процесі пружної, квазіпружної або пластичної деформації. Базуючись на дану роботу, результати робіт [16, 58], а також власні експериментальні результати були визначені основні закономірності тензорезистивних властивостей для одношарових зразків.

1. Плівки Fe товщиною (7– 50) нм при деформації в інтервалі деформації  $\Delta\varepsilon_{l1}$  деформуються пружно або квазіпружно (деформаційна залежність  $\gamma_{dif}$   $\varepsilon_l$

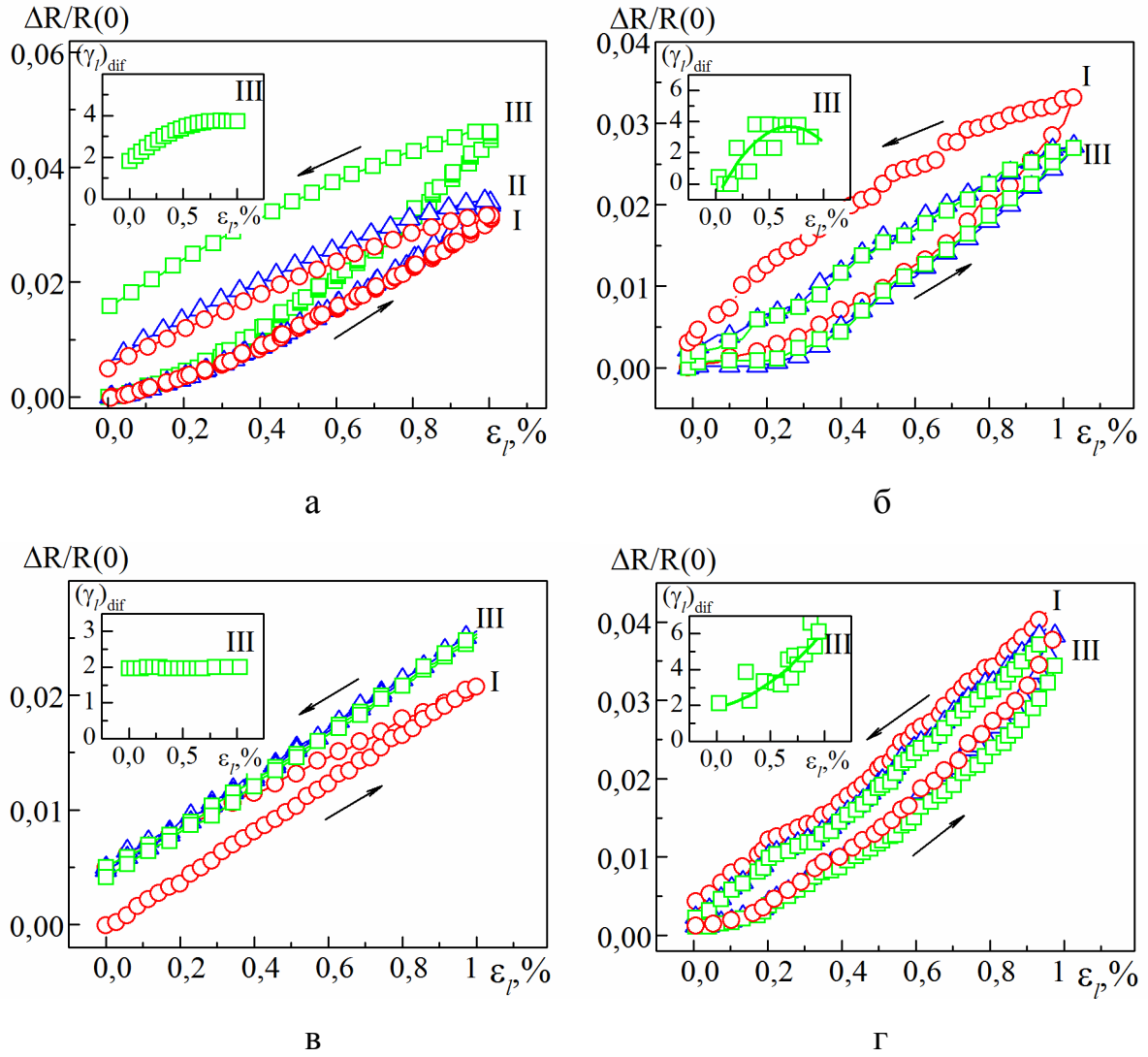


Рис. 5.12. Залежність  $\Delta R / R$  від  $\varepsilon_l$  та  $\gamma_{l\text{dif}}$  від  $\varepsilon_l$  на вставці для плівок Fe(18)/П, Ru(22нм)/П, Ag(25)/П та Au(20)/П для деформаційного інтервалу  $\Delta\varepsilon_l = (0 - 1) \%$ . Римськими цифрами позначені номери циклів деформації

має практично лінійний характер). В інтервалі  $\Delta\varepsilon_2$  спостерігається тенденція до насичення залежності  $\gamma_{dif}(\varepsilon_l)$  при  $d > 10$  нм. При цьому слід зазначити, що для плівок Fe релаксаційні процеси повністю не завершуються після першого деформаційного циклу, про що свідчить відмінність II та наступних циклів деформації.

2. Розрахунки величини інтегрального коефіцієнту поздовжньої тензочутливості для плівок Fe та Ru показали, що вони характеризуються дещо більшим у порівнянні з плівками Ag та Au значенням  $(\gamma)_{int}$ .

3. Згідно [57] при  $d > 30$  нм відбувається різке збільшення інтегрального коефіцієнта тензочутливості, що пов'язано з проявом ефектів пластичності, які спричиняють збільшення опору зразків та його чутливості до деформації в два рази відносно збільшення  $R$ . Аналогічно у роботі [112] нами було показано, що для плівок Ru також характерне зростання величини  $(\gamma)_{int}$  при збільшенні товщини зразків.

4. Розмірна залежність для одношарових плівок Ag, Au типова для одношарових плівок металів (при збільшенні товщини зразків відбувається поступове зменшення величини інтегрального коефіцієнта тензочутливості).

5. Для плівок Fe та Ru величина межі переходу від пружної до пластичної деформації  $\varepsilon_{пер}$  поступово зменшується у межах (0,40 – 0,25) % та (0,75 – 0,20) %, відповідно. В той же час для плівок Ag та Au пружна деформація має місце до величини  $\varepsilon_l \cong 1\%$ .

### **5.2.2 Концентраційні ефекти в тензорезистивних властивостях плівок на основі Fe і Ru та Ag або Au, отриманих методом одночасної конденсації компонент**

На рис. 5.13 та 5.14 наведені серії деформаційних залежностей для трьох циклів «навантаження  $\leftrightarrow$  зняття навантаження» та залежності  $(\gamma_l)_{dif}$  від  $\varepsilon_l$  для плівкових систем (Fe+Au)/П, (Fe+Ag)/П та (Ru+Ag)/П загальною товщиною 20 нм при концентрації благородного металу 25, 60 та 75 ат.% для

деформаційного інтервалу  $\Delta\varepsilon_{I1} = (0-1) \%$ . Як видно з рис. 5.13 характер деформаційних залежностей залежить від концентрації компонент плівкової структури. Величина інтегрального КТ практично не залежить від його номеру. При цьому слід зазначити також, що характер деформаційних залежностей для плівкових наноструктур з концентрацією  $c_{Ag(Au)} = 75 \text{ ат.}\%$  до аналогічної залежності для тонких одношарових плівок Ag або Au (рис. 5.12).

При зменшенні концентрації атомів Ag або Au до 25 ат.% матеріалу відбувається зміна характеру деформаційних залежностей для різного типу систем по-різному. Так у випадку плівок (Fe+Au)/П форма петлі фактично не змінюється. Залежність  $\gamma_{\text{dif}}$  від  $\varepsilon_l$  має близький до лінійного характер (рис. 5.13б). Для систем (Fe+Ag)/П та (Pу+Ag)/П відбувається поступове розширення деформаційної петлі (рис. 5.13 г, е). При цьому перший деформаційний цикл відрізняється від подальших, а тенденція до стабілізації починає проявлятися лише після другого циклу.

У таблиці 5.2 зведені експериментальні дані величини інтегрального коефіцієнта тензочутливості  $(\gamma)_{\text{int}}$  для I та III третього деформаційних циклів та величини переходу від пружної до пластичної деформації  $\varepsilon_{\text{пер}}$  для плівкових систем (Fe+Au)/П, (Fe+Ag)/П та (Pу+Ag)/П загальною товщиною 20 нм.

Аналіз отриманих даних дозволяють зробити висновок про те, що в тензорезистивних властивостях функціональних матеріалів на основі Fe і Ag (Au) та Pу і Ag певну роль повинні відігравати не тільки структурні зміни, які відбуваються у плівці при деформації, а також концентраційний ефект. Оскільки інтервал деформації обмежується 1 %, то суттєвий вплив на тензоефект мікроструктурних змін малоімовірний. Оскільки компоненти досліджуваних зразків Fe, Pу, Ag, Au мають різний тип кристалічної структури (нанорозмірна у Fe, Pу крупнокристалічна, а у плівок Ag, Au крупнокристалічна), то в плівкових наноструктурах, сформованих на їх основі, швидше за все буде відбуватися зміна характеру розподілу кристалітів та їх середнього розміру в залежності від  $c_{Ag(Au)}$ . Зовнішній розмірний ефект, який пов'язаний з фуксівським розсіюванням на зовнішніх поверхнях, не розглядається, оскільки

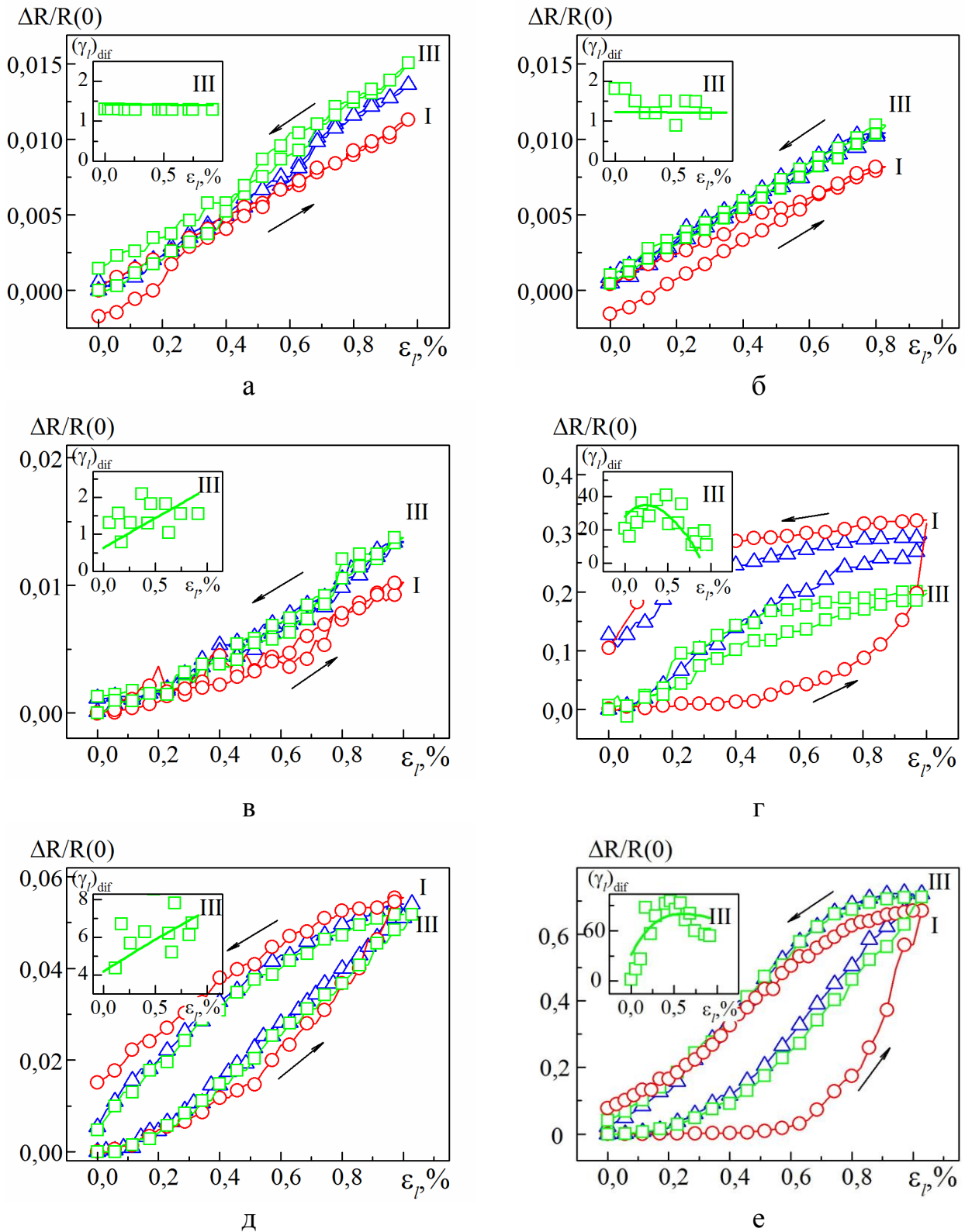


Рис. 5.13. Залежності  $\Delta R/R(0)$  та  $(\gamma_l)_{\text{dif}}$  від  $\varepsilon_l$  для плівкових систем  $(\text{Fe+Au})/\text{П}$  (а, б),  $(\text{Fe+Ag})/\text{П}$  (в, г) та  $(\text{Pu+Ag})/\text{П}$  (д, е) загальною товщиною 20 нм при концентрації благородного металу 60 (а, в, д) та 25 ат.%. для деформаційного інтервалу  $\Delta\varepsilon_{l1} = (0-1) \%$

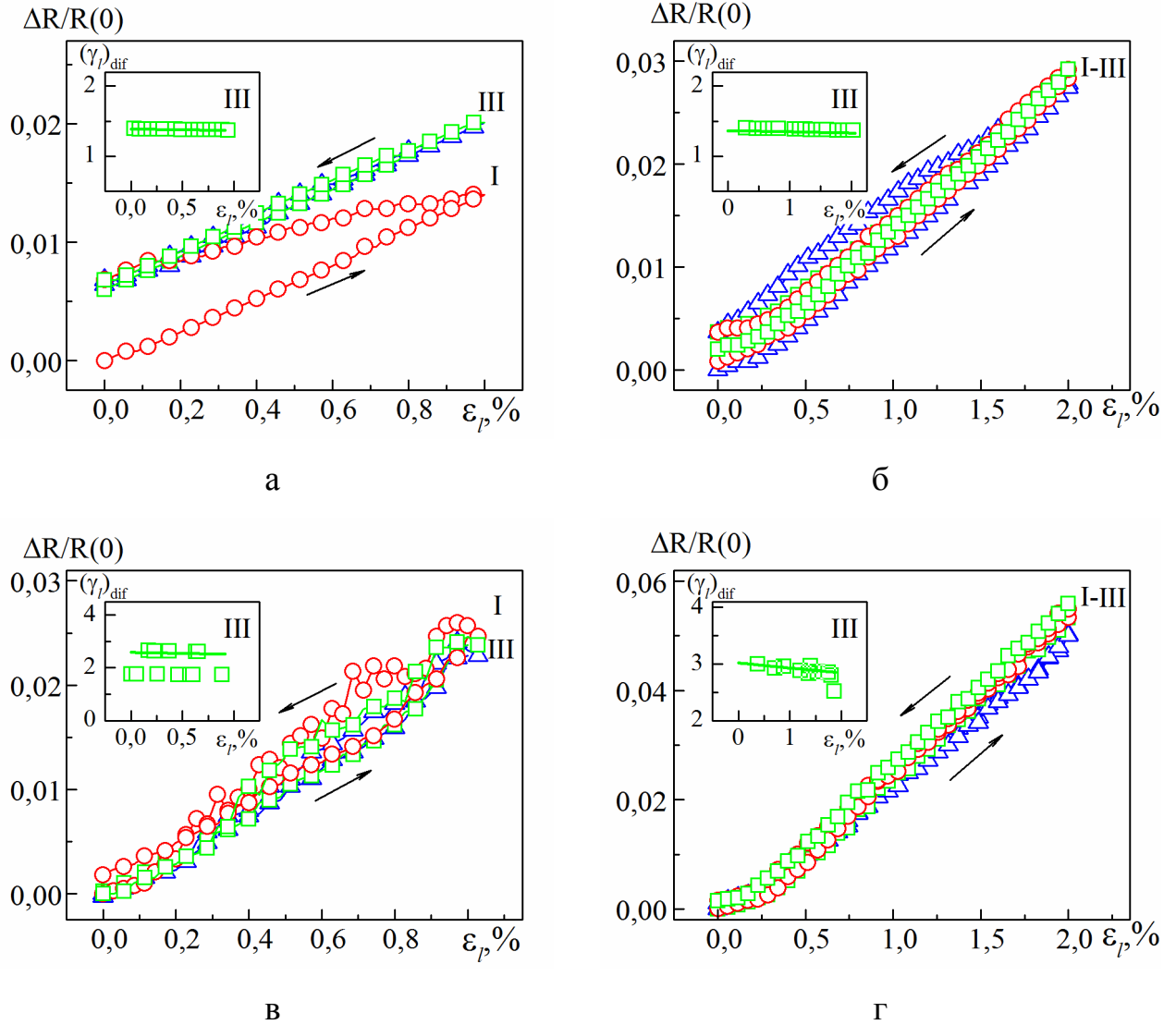


Рис. 5.14. Залежності  $\Delta R/R(0)$  та  $(\gamma_l)_{\text{dif}}$  від  $\varepsilon_l$  для плівкових систем  $(\text{Fe+Au})/\Pi$  (а, б) та  $(\text{Pу+Ag})/\Pi$  (в, г) загальною товщиною 20 нм при концентрації благородного металу 75 ат. % для двох деформаційних інтервалів  $\Delta\varepsilon_{l1} = (0-1)\%$  (а, в) та  $\Delta\varepsilon_{l2} = (0-2)\%$  (б, г)



Таблиця 5.2

**Експериментальні дані величини інтегрального коефіцієнта тензочутливості  $(\gamma_l)_{int}$  та величини переходу від пружної до пластичної деформації  $\varepsilon_{пер}$  для плівкових систем (Fe+Au)/П, (Fe+Ag)/П та (Pу+Ag)/П загальною товщиною 20 нм**

| Система   | $c_{Ag,Au}$ , ат. % | $(\gamma_l)_{int}$ |       | $(\varepsilon_l)_{пер}$ , % |
|-----------|---------------------|--------------------|-------|-----------------------------|
|           |                     | I                  | III   |                             |
| (Fe+Au)/П | 20                  | 1,5                | 1,5   | > 1,00                      |
|           | 30                  | 28,13              | 14,28 | 0,75                        |
|           | 35                  | 36,25              | 2,85  | 0,81                        |
|           | 46                  | 4,86               | 6,51  | 0,85                        |
|           | 60                  | 1,48               | 1,48  | > 1,00                      |
|           | 70                  | 1,59               | 1,59  | > 1,00                      |
|           | 75                  | 1,45               | 1,45  | > 1,00                      |
| (Fe+Ag)/П | 15                  | 1,31               | 2,32  | 0,40                        |
|           | 25                  | 13,32              | 26,14 | 0,80                        |
|           | 35                  | 145,14             | 47,58 | 0,30                        |
|           | 45                  | 3,82               | 3,82  | > 1,00                      |
|           | 60                  | 1,35               | 1,35  | > 1,00                      |
| (Pу+Ag)/П | 20                  | 13,15              | 17,16 | 0,88                        |
|           | 25                  | 36,43              | 32,21 | 0,69                        |
|           | 35                  | 90,05              | 52,11 | 0,71                        |
|           | 45                  | 81,15              | 44,25 | 0,65                        |
|           | 55                  | 5,64               | 5,43  | 0,45                        |
|           | 75                  | 5,04               | 5,04  | > 1,00                      |
|           | 80                  | 5,26               | 5,26  | > 1,00                      |

всі зразки мають однакову товщину. Ці процеси детально проаналізовані в роботі [150], автори якої показали, що зовнішній розмірний ефект визначає розмірну залежність  $\gamma_e$ , а внутрішній розмірний ефект – абсолютну величину  $\gamma_i$ .

Відмітимо також, що аналогічно до попередньо представлених досліджень для одношарових плівок на залежностях диференціального коефіцієнта тензочутливості  $(\gamma)_{\text{dif}}$  спостерігається максимум, який відповідає межі переходу пружна/пластична деформація. Зазначимо, що при зміні концентрації компонент у досліджуваних зразках відбувається зміщення межі переходу пружна/пластична деформація, що також швидше за все пов'язано зі структурними змінами у зразках.

Кількісною характеристикою тензочутливості є коефіцієнти поздовжньої  $(\gamma_l)$  та поперечної  $(\gamma_t)$  тензочутливості. Згідно з означенням

$$(\gamma_l)_{\text{int}} = \frac{dR}{R_n \cdot d\varepsilon_l} = \frac{d\rho}{\rho_n \cdot d\varepsilon_l} + (1 + 2\mu_f), \quad (5.6)$$

$$(\gamma_t)_{\text{int}} = \frac{dR}{R_n \cdot d\varepsilon_t} = \frac{d\rho}{\rho_n \cdot d\varepsilon_t} - 1, \quad (5.7)$$

де індекс «n» позначає початкове (до деформації) значення опору та питомого опору;  $\mu_f$  – коефіцієнт Пуасона для плівки.

Для товстих плівок теорія дає таке співвідношення:

$$(\gamma_{\text{ol}})_{\text{int}} = \eta_{\lambda_0} + 2 \cdot (1 + \mu), \quad (5.8)$$

де  $\eta_{\lambda_0} = -\frac{d\lambda_0}{\lambda_0 d\varepsilon}$  – деформаційний коефіцієнт середньої довжини вільного пробігу носіїв електричного струму.

Для структурно-суцільної плівки ( $20 \text{ нм} < d < 600 \text{ нм}$ ) модель Фукса-Зондгеймера дає співвідношення

$$(\gamma_l)_{\text{int}} = \gamma_{\text{ol}} - (Y/Z) \cdot (\eta_l - \mu_f) < \gamma_{\text{ol}}, \quad (5.9)$$

де  $Y/Z$  – відома функція.

Співвідношення (5.9) якісно узгоджується із розмірною залежністю  $(\gamma)_{\text{int}}$  від товщини.

Концентраційні залежності інтегрального коефіцієнта тензочутливості для систем (Fe+Ag)/П, (Fe+Au)/П та (Pу+Ag)/П, отриманих методом одночасної конденсації компонент, загальною товщиною 20 нм у діапазоні пружної (1) та пластичної деформації (2) представлені на рис. 5.15. Аналіз залежності показує, що при  $d = 20$  нм збільшення вмісту срібла у складі наноструктурних плівок (Fe+Ag)/П та (Pу+Ag)/П приводить до збільшення  $(\gamma)_{\text{int}}$  від 2 до 37 одиниць та від 2 до 46 одиниць, відповідно. Максимальна величина інтегрального коефіцієнта тензочутливості як у діапазоні пружної, та і пластичної деформації, спостерігається при  $c_{\text{Ag}} = 35$  ат.% у випадку системи (Fe+Ag)/П та для системи (Pу+Ag)/П. У випадку ж системи (Fe+Au)/П даний максимум зміщується вбік більших концентрацій атомів Au і спостерігається при  $c_{\text{Au}} = 45$  ат.% ( $(\gamma)_{\text{int}}$  зростає з 2 до 10 одиниць). Достатньо значне збільшення величини інтегрального КТ швидше за все пов'язано зі змінами, які відбуваються в кристалічній структурі зразків при зміні концентрації компонент у плівковому зразку, та, ймовірно, зі змінами процесу зерномежевого розсіювання, який, як зазначалося вище, й визначає абсолютну величину коефіцієнта тензочутливості.

Виходячи із базового співвідношення для коефіцієнта поздовжньої тензочутливості  $(\gamma_l)_{\text{int}} = -\frac{1}{\lambda_0} \frac{\partial \lambda_0}{\partial \varepsilon_l} + 2(1 + \mu_f)$ , можна зробити висновок, що у величину  $(\gamma)_{\text{int}}$  основний внесок дає перший доданок  $-\frac{1}{\lambda_0} \frac{\partial \lambda_0}{\partial \varepsilon_l}$ , оскільки внесок другого доданку  $2(1 + \mu_f)$  не перевищує 3 одиниць.

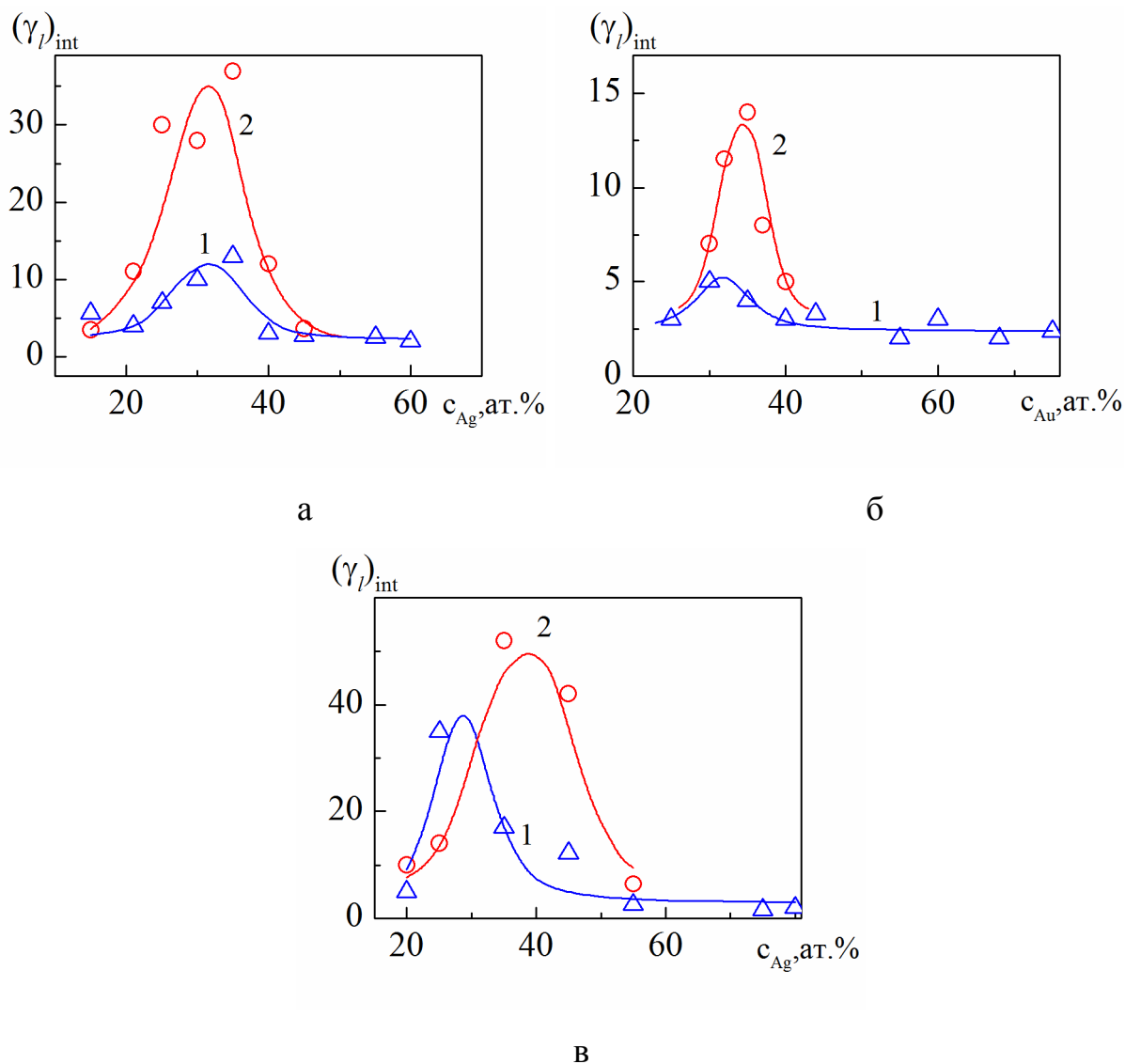


Рис. 5.15. Концентраційні залежність інтегрального коефіцієнта тензочутливості для плівкових систем (Fe+Ag)/Π, (Fe+Au)/Π та (Pу+Ag)/Π, отриманих методом одночасної конденсації компонент, загальною товщиною 20 нм у діапазоні пружної (1) та пластичної деформації (2)

## Висновки до розділу 5

Дослідження електрофізичних властивостей плівкових систем на основі феромагнітних та благородних металів дозволили встановити наступне:

1. Для одношарових плівок Fe температури початку фазового переходу ОЦК-Fe  $\rightarrow$  ОЦК-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> є розмірно-залежною величиною. При збільшенні товщини від 10 до 160 нм  $T_0$  зростає з 550 до 735 К. Даний факт необхідно враховувати при визначенні режиму термообробки систем на основі Fe.

2. Отримано температурні залежності питомого опору і ТКО для функціональних плівкових матеріалів на основі Fe і Ag або Au та Ru і Ag, а також їх складових компонент. Показано, що зміна концентрації благородної компоненти найбільш суттєво впливає на характер залежності  $\rho(T)$  для плівок (Au+Fe)/П. Це пов'язано з тим, що при зміні  $c_{Au}$  вже на стадії конденсації відбувається фазовий перехід від т.р. Au(Fe) до т.р.  $\alpha$ -Fe(Au). При цьому величина  $\rho$  у процесі термообробки при  $c_{Au} = (20-65)$  ат.% фактично не змінюється, а у випадку  $c_{Au} = 65$  ат.% температурна залежності  $\rho$  має фактично лінійний характер в діапазоні  $T = (300 - 600)$  К вже на першому циклі «нагрівання  $\leftrightarrow$  охолодження».

3. Показано, що концентраційні залежності величини питомого опору та ТКО для плівкових систем (Fe+Ag)/П та (Fe+Au)/П характеризуються наявністю відповідно максимумів та мінімумів при  $c_{Ag} = 30$  ат. % у випадку зразків на основі Fe і Ag та при  $c_{Au} = 75$  ат. % для плівок на основі Fe і Au.

4. На основі аналізу літературних даних та власних результатів досліджень тензорезистивних властивостей одношарових плівок Fe, Ru, Ag та Au встановлено, що для плівок феромагнітних металів характерне зростання величини  $(\gamma)_{int}$  при збільшенні товщини зразків, в той час розмірна залежність плівок благородних металів характеризується поступовим зменшення величини  $(\gamma)_{int}$  при збільшенні  $d$ .

5. Аналіз концентраційних залежностей інтегрального коефіцієнта тензочутливості показав, що  $d = 20$  нм збільшення вмісту Ag або Au в плівках (Fe+Ag)/П, (Ru+Ag)/П і (Fe+Au)/П приводить до збільшення  $(\gamma)_{int}$  від 2 до 37 (при  $c_{Ag} = 35$  ат.%), від 2 до 52 (при  $c_{Ag} = 40$  ат.%) та від 2 до 14 одиниць ( $c_{Au} = 35$  ат.%), відповідно.

## ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі розв'язана актуальна задача щодо проблеми фізики твердого тіла «Взаємозв'язок кристалічної структури і фізичних властивостей багатокомпонентних плівок» стосовно розмірних та концентраційних ефектів у електрофізичних і магніторезистивних властивостях гранульованих плівкових систем, одержаних методами одночасної й пошарової конденсації.

1. Дослідження структурно-фазового стану показало, що в плівкових системах на основі Fe і Ag або Au вже на стадії конденсації відбувається утворення неупорядкованих обмежених твердих розчинів:

– уперше встановлено, що в системах (Fe + Ag)/П тверді розчини формуються на основі ГЦК-ґратки Ag (параметр ґратки  $a = 0,4083$  нм); у системах (Fe + Au)/П залежно від концентрації атомів Fe стабілізується ГЦК т. р. Au(Fe) ( $c_{Au} > 45$  ат.%,  $a = 0,4086$  нм) або квазіаморфний, або ОЦК т. р.  $\alpha$ -Fe(Au) ( $c_{Au} = 15\text{--}35$  ат.%,  $a = 0,3014$  нм);

– заміна шару Fe на шар пермалою покращує температурну стабільність зразків (Pу + Ag)/П, одержаних методом одночасної конденсації компонент, про що свідчить їх незмінний двофазний склад (ГЦК-Ni<sub>3</sub>Fe + ГЦК-Ag) як у вихідному стані, так і після термовідпалювання до 700 К.

2. На основі експериментальних досліджень магніторезистивних і магнітооптичних властивостей систем Ag/Fe/Ag/П ( $d_{Fe,Ag} = 1\text{--}10$  нм), одержаних пошаровою конденсацією, встановлено:

– для формування функціонального шару (на основі острівцевої плівки Fe) чутливих елементів нанoeлектроніки з підвищеним значенням величини ізотропного магнітоопору МО оптимальна ефективна товщина шару Fe повинна складати 3 нм, а сумарна ефективна товщина шарів Ag – не менше ніж 6 нм;

– нанесення і поступове збільшення товщини верхнього шару Ag від 1 до 5 нм при фіксованій  $d_{Fe} = 3$  нм приводить до зміни форми польових залежностей МОКЕ-сигналу та збільшення коерцитивної сили системи від 5 до 15 мТл.

3. Аналіз розмірних і концентраційних залежностей магнітоопору плівкових систем, отриманих методом одночасної конденсації металів,

дозволило уперше встановити:

– у свіжосконденсованих системах товщиною 10–40 нм максимальні значення  $MO = 1,5–2,5\%$  (плівки (Fe + Ag)/П) або  $0,2–0,3\%$  (плівки (Fe + Au)/П) спостерігаються за концентрацій немагнітної компоненти від 65 до 70 ат.%;

– у плівках (Pu+Ag)/П зростання концентрації  $c_{Ag}$  від 10 до 52 ат.% приводить до збільшення величини  $MO$  від 0,1 до 0,6 % та його поступового зменшення до 0,1 за  $c_{Ag} = 80$  ат.%, що пов'язано із зменшенням кількості ізольованих магнітних кластерів;

– для тонких фольг пермалою  $Ni_{80}Fe_{20}$  товщиною 30 – 40 нм вивчена залежність форми петлі МОКЕ-сигналу від коефіцієнта форми (відношення довжини зразка до його ширини) та встановлено, що при зменшенні коефіцієнта форми від 50 до 0,1 кут нахилу петлі магнітного гістерезису змінюється, а коерцитивна сила зменшується з 1,6 до 0,8 мТл;

– зростання середнього розміру гранул у т. р. Ag(Fe), який утворився після термовідпалювання до 900 К системи (Fe + Ag)/П, призводить до збільшення середньої відстані між гранулами  $\alpha$ -Fe та різкого зменшення  $MO$  з 1,5 – 2,0 % до 0,30 – 0,75 % в діапазоні товщин 5 – 30 нм.

5. Дослідження терморезистивних властивостей показали, що температурна залежність питомого опору для систем (Fe + Ag)/П та (Fe + Au)/П в температурному інтервалі 300–600 К за концентрації атомів немагнітної компоненти 65 – 70 ат.% на 1-му або 2-му циклі «нагрівання  $\leftrightarrow$  охолодження» має лінійний характер, а величина ТКО:  $(1–3) \cdot 10^{-3} K^{-1}$  – для плівок (Fe + Ag)/П та (Fe + Au)/П і  $(2–6) \cdot 10^{-3} K^{-1}$  – для систем (Pu + Ag)/П.

6. Установлено, що на характер деформаційних залежностей та величину коефіцієнта поздовжньої тензочутливості (КТ) впливають не лише структурні зміни, які відбуваються в плівці при деформації, а й концентраційний ефект, що обумовлює зміну середньої довжини вільного пробігу електронів при їх розсіюванні на атомах магнітної компоненти. Показано, що величина інтегрального КТ в інтервалі концентрацій немагнітної компоненти 30–40 ат.% для плівкових систем на основі Fe і Ag та Fe і Au має значення 37 та 14 одиниць відповідно, а в системі (Pu + Ag)/П – від 40 до 50 одиниць.

## ПРИМІТКИ

Основні результати опубліковані у співавторстві із Однодворець Л.В., Пазухою І.М., Непійком С. О., Тищенком К. В. і Шуляренком Д.О.

Однодворець Л.В. запропонувала тему дисертації, прийняла участь в обговоренні та узагальненні результатів дисертаційної роботи, підготовці статей.

Пазуха І.М. прийняла участь в обговоренні результатів досліджень магніторезистивних властивостей та підготовці статей.

В експериментальних дослідженнях магніторезистивних і електрофізичних властивостей плівкових систем брали участь Воробйов С.І. , Тищенко К.В. і Шуляренко Д.О.

Вважаю приємним обов'язком висловити щире подяку науковому керівнику доктору фізико-математичних наук, професору Однодворець Ларисі Валентинівні за запропоновану тему дисертаційної роботи та постійну допомогу і цінні рекомендації при її виконанні.

Особливу подяку хочу висловити завідувачу кафедри електроніки, загальної та прикладної фізики Сумського державного університету, д.ф.-м.н., проф. Проценку І.Ю. за висококваліфіковані рекомендації при обговоренні результатів роботи та проф. Непійку С.О. за представлену можливість провести дослідження методом магніто-оптичного ефекту Керра в Інституті фізики при Університеті у м. Майнц, Німеччина.

Автор вдячний викладачам, аспірантам і співробітникам кафедри електроніки, загальної та прикладної фізики Сумського державного університету за допомогу і моральну підтримку при виконанні дисертаційної роботи.

Особливу подяку висловлюю своїй дружині за терпіння, турботу та постійну підтримку.



**СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ**

1. Bakonyi I. Electrodeposited multilayer films with giant magnetoresistance (GMR): progress and problems / I. Bakonyi, I. Peter // *Progress in Mater. Sci.* – 2010. – V.53. – P. 107 – 245.
2. Hilal K. Electrodeposited NiFeCu/Cu multilayers: Effect of Fe ion concentration on properties / Hilal Kuru, Hakan Kockar, Mursel Alper // *J. Magn. Magn. Mater.* – V.373. – 2015. – P. 135 – 139.
3. Hilal K. Giant magnetoresistance (GMR) behaviour of electrodeposited NiFe/Cu Multilayers: Dependence of non-magnetic and magnetic layer thicknesses / Hilal Kurua, Hakan Kockara, Mursel Alper // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2017. – V.444. – P.132 – 139.
4. Turgut S. Properties of electrodeposited CoFe/Cu multilayers: The effect of Cu layer thickness / Turgut Sahin, Hakan Kockar, Mursel Alper.// *J. Magn. Magn. Mater.* – 2015. – V.373. – P.128 – 131.
5. Chornous A.M. Influence of the surface morphology on the magnetoresistance of ultrathin films of ferromagnetic metals and their alloys / A.M. Chornous, Y.O. Shkurdoda, V.B. Loboda, Y.M. Shabelnyk, and V.O. Kravchenko // *Eur. Phys. J. Plus.* – 2017. – V.132.№.1. – P.58 – 63.
6. Zsurzsa S. Magnetic and magnetoresistance studies of nanometric electrodeposited Co films and Co/Cu layered structures: Influence of magnetic layer thickness / S. Zsurzsa, L. Péter, L.F. Kiss, I. Bakonyi // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2017. – V.421. – P.194–206.
7. Balogh J. Increase of the blocking temperature of Fe–Ag granular multilayers with increasing number of the layers / J. Balogh, D. Kaptás, L. Kiss and other // *J. Magn. Magn. Mater.* –2016 – V.401. – P.386–390.
8. Anghinolfi L. Exchange bias anisotropy versus antiferromagnet thickness in uniaxial Cr/Fe bilayers / L. Anghinolfi, F. Bisio, M. Canepaannd // *Phys. Rev. B.* – 2010. – V.81. – P.224427-1 –224427-8.
9. Jose Garcia-Torres. Giant magnetoresistance in electrodeposited Co–Ag granular films / Jose Garcia-Torres, Elisa Vallés, Elvira Gómez // *Mater. Lett.* – 2011. – V. 65. – P. 1865-1867.

10. Errahmani E. Magnetis and transport properties of ion beam sputtered  $\text{Co}_x\text{Cu}_{1-x}$  granular alloys / E. Errahmani, A. Berrada, G. schmerder, A. Dinia // *Vacuum.* - 2000.- V.56. - P. 221 - 226.
11. Yamagishi Y. Numerical simulation of giant magnetoresistance in magnetic multilayers and granular films / Y. Yamagishi, S. Honda, J. Inoue, H. Itoh // *Phys. Rev. B* . – 2010. – V.81, №5. – P. 054445-1 – 054445-5.
12. Stobiecki F. Magnetoresistance of layered structures with alternating in-plane and perpendicular anisotropies / F.Stobiecki, B.Szymański, T. Luciński, M. Urbaniak, K. Röhl // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials.* – 2004. – V.282. – P. 32-38.
13. Baibich M.N. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices / M.N.Baibich, J.M. Broto, A.Fert, F.N.Vandau, F.Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas // *Phys. Rev. Lett.* – 1988. – V.61. – P. 2472 – 2475.
14. Grunberg P. Layered magnetic structures in research and application // *Acta Mater.* – 2000. – V. 48. – P.239-251.
15. Johnson B. Mafnetic materials and structures for thin-film recoding media / Johnson B., Kenneth E. // *J. Appl.Phys.* – 2000. – V.87, №9. – P. 144-151.
16. Олнодворець Л.В. Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівкових матеріалів в умовах фазоутворення: монографія / Л.В.Олнодворець, С.І. Проценко, А.М. Чорноус; за заг. ред. проф. І.Ю. Проценка. – Суми: СумДУ, 2011. – 203 с.
17. Urbaniak M. Stability of perpendicular anisotropy in NiFe/Au/Co/Au multilayers / M. Urbaniak, F. Stobiecki, B. Szymanski // *J. Alloys Compd.* – 2008. – V. 454. – P.57 – 60.
18. Hwang J.Y. Magnetoresistance of antiferromagnet CoFe/Ru/CoFe/IrMn top spin valve with thermal stability / J.Y. Hwang, M.Y. Kim, J.R. Rhee et al.// *J. Magn. Magn. Mater.* – 2004. – V.272-276. – P.1875 – 1876.
19. Saravanan P. Spherical granular structures of Ag/Co nanoparticles: Synthesis, characterization and magnetic properties / P. Saravanan, K. Srinivasa Rao, M. Premkumar [et al.] // *J. Alloy. Compd.* – 2011. – V. 509. – P. 3880–3885.
20. Проценко С.І. Структурно-фазовий стан, стабільність інтерфейсів та електрофізичні властивості двошарових плівкових систем (огляд) /

- С.І. Проценко, І.В. Чешко, Д.В. Великодний, І.М. Пазуха, Л.В. Однодворець, І.Ю. Проценко, О.В. Синашенко // Успехи физ. мет. – 2007. – Т.8, №4. – С. 247 – 278.
21. Kuznetsov V.N. Controllability of brushite structural parameters using an applied magnetic field/ V.N. Kuznetsov, A.A. Yanovska, A.S. Stanislavov, S.N. Danilchenko, A.N. Kalinkevich, L.F. Sukhodub// Materials Science and Engineering C – 2016. – V. 60. – P. 547 –553.
  22. Yang G.H. Formation of metastable phases and their effect on the magnetic properties of Co-Cu multilayers / G.H. Yang, K.W. Geng, F. Zeng // Thin Solid Films. – 2005. – V.484. – P.283-288.
  23. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в 3х Т. / [Н.П. Лякишев, С.П. Алисова, О.А. Банных и др.]; под ред. Н. П. Лякишева. – Москва: Машиностроение, 1996. – 992 с.
  24. Cheshko I.V. Physical Properties of Film Alloys Based on Ferromagnetic and Noble Metals (review). II. Film Materials Based on Co and Ag or Au / I.V. Cheshko, L.V. Odnodvoretz, I.Yu. Protsenko, M.O. Shumakova, O.P. Tkach // JNEP. – 2016. – V.8 No 4(1). – P.04028 – 04035.
  25. Nabika H. Microstructure and electron transport properties of AuCo nano-alloys embedded in polyacrylonitrile thin films / Nabika H., K.Akamatsu, M.Mizuhata et al. // J. Mater. Chem.– 2000. – V.208. – P.244-2456.
  26. Aziz A. Correlation between the structural and transport properties of granular CoAg systems prepared by MBE / A.Aziz, S.M.Thompson, K.Ounadjela et al. // J.Magnet. Magn. Mat. – 1995. – V. 148. – P. 313-321.
  27. Проценко І.Ю. Формування метастабільних твердих розчинів у плівкових системах на основі Co і Cu, Ag та Au / І.Ю. Проценко, І.В. Чешко // Металлофиз. новейшие технол. – 2009. – Т. 31, № 7. – С. 963–967.
  28. Loboda V. B. Structure and Magnetoresistive Properties of Nanocrystalline Film Systems Based on Co, Fe, Ag, and Cu / V. B. Loboda, V. M. Kolomiets, Yu. O. Shkurdoda, V. O. Kravchenko, and L. V. Dekhtyaruk // Metallofiz. Noveishie Tekhnol. – 2002. – V.34 №8. – P.1043 – 1055

29. Xiao-ying Zhu Microstructure and nanoindentation hardness of Ag/Fe multilayers / ZHU Xiao-ying, LIU Xue-jing, ZENG Fei, PAN Feng // *Trans.Nonferrous Met. Soc. China.* – 2010. – V.20. – P.110-114.
30. Csontos M. Magnetic and transport properties of Fe-Ag granular multilayers // *Phys. Rev. B.* – 2006. – V. 73. – P. 184412-1–184412-9.
31. Srivastava A.K. Microstructural investigations on ion beam mixed Fe/Ag multilayer. / A.K. Srivastava, S. Amirthapandian, B.K. Panigrahi et al.// *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B.* – 2006. – V.244. – P.359-364.
32. Allia P. Magnetic correlation states in cosputtered granular Ag<sub>100-x</sub>Fe<sub>x</sub> films. / Allia P., Coisson M., Spizzo F., Tiberto P., Vinai F.// *Phys. Rev. B.* 2006. – V.73 – P.054409 – 054420.
33. Sumiyama K. Structural difference between Fe/Cu and Fe/Ag granular films produced by a cluster beam method./ K. Sumiyama, T. Hihara, S.A. Makhoulouf et al.// *Mater. Sci. Eng., A.* – 1996. – V.217-218. – P.340-343.
34. Hohl G.F. Superparamagnetic Fe clusters in Ag matrix produced by sputter- gas aggregation / Hohl G.F., Hihara T., Sakurai M., Konno T. J., Sumiyama K., Hensel F., Suzuki K.// *Appl. Phys. Lett.* –1995. – V.66. – P.385-387.
35. Favez D. Au-Fe alloy solidification and solid-state transformations / D. Favez, J.-D. Wagniere, M. Rappaz [et al.] // *Acta Mater.* – 2010. – V. 58. – P. 1016–1025.
36. Kahl S. Supersaturation of single-phase crystalline Fe(Ag) alloys to 40 at. % Ag by pulsed laser deposition /S. Kahl, H.-U. Krebs// *Phys. Rev. B* 2001. – V.63. – P.172103-1 – 172103-4.
37. Zong R.L. FCC solid solution alloy films formed in immiscible Fe–Ag system and their mechanical behaviors. / Zong R.L., Wen S.P., Zeng F., Gao Y., Song C., He B., Pan F.// *Appl. Surf. Sci.* –2007. – V.253. – P.2993-2998.
38. Mukherjee P. Formation of non-equilibrium Fe-Au solid solutions in nanoclusters /Mukherjee P., Zhou Lin, Kramer M. J., Shield J. E.// *Appl. Phys. Lett.* – 2013. – V.102. – P.243103-1 – 243103-4.
39. Li X. Enhanced magnetic moment of Fe in fcc-structured Fe-Ag and Fe-Au alloys synthesized by ion-beam manipulation / Li X. Y., Kong L. T., Liu B. X.// *Phys. Rev. B.* – 2005. – V.72. – P.054118-1 – 054118-6.

40. Hyun Y. Properties of Au-Fe disordered alloy films near the fcc-bcc structural transformation / Hyun Y. H., lee Y.P., Kudryavtsev Y. V., Gontarz R.// J. Korean Phys.Soc. – 2003. – V.43. – P.625-628.
41. Takanashi K. Artificial fabrication of an L10 type ordered FeAu alloy by alternate monatomic deposition./ Takanashi K., Mitani S., Sano M., Fujimori H., Nakajima H., Osawa A.// Appl. Phys. Lett. – 1995. – V.67. – P.1016-1018.
42. Mukherjee P. L10 structure formation in slow-cooled Fe-Au nanoclusters / Mukherjee P., Zhang Y., Kramer M. J., Lewis L. H., Shield J. E.// Appl. Phys. Lett. – 2012. V.100. – P.211911-1 –211911-3.
43. Bas J.A. Sintered soft magnetic materials. Properties and applications / J.A. Bas, J.A. Calero, M.J. Dougan // J. Magn. Magn. Mater. – 2003. – V.254–255. – P.391 - 398.
44. Ripka P. Sensors based on bulk soft magnetic materials: Advances and challenges // J. Magn. Magn. Mater. – 2008. – V.320. – P.2466 – 2473.
45. Nahrwold G. Structural, magnetic, and transport properties of Permalloy for spintronic experiments / G. Nahrwold, J.M. Scholtyssek, S. Motl-Ziegler, O. Albrecht, U. Merkt, G. Meier// J. Appl. Phys. – 2010. – V.108. – P.013907 – 013914.
46. Тищенко К.В. Нелінійні ефекти в тензорезистивних властивостях плівкових стопів на основі Fe та Ni / К.В. Тищенко, І.Ю. Проценко // Металлофізика и новейшие технологии. – 2012. – Т.34. – С. 907 – 917.
47. Шкурдода Ю.О. Структура та магніторезистивні властивості тришарових плівкових систем на основі пермалою та міді / Ю.О. Шкурдода, А.М. Черноус, В.Б. Лобода, Ю.М. Шабельник, В.О. Кравченко, Л.В. Дехтярук // Журнал нано- та електронної фізики. - 2016. - Т.8, №2. – С.02056-1 – 02056-6.
48. Marita Y. Structural Characterization of Electrodeposited Nickel-iron Alloy Films / Y. Marita, I. I. Yaacob // Materials Science Forum. – 2010. – V.654-656. – P.2430 – 2433.
49. Seo J.H. Textures and grain growth in nanocrystalline Fe-Ni alloys / J.H. Seo, J.K. Kim, T.H. Yim, Y.B. Park // Materials Science Forum. – 2005. – V.475-479. – P.3483 – 3488.

50. Bahrami A.H. The effect of Si addition on the microstructure and magnetic properties of Permalloy prepared by mechanical alloying method / A.H. Bahrami, S. Sharafi, H. A. Baghbaderani // *Advanced Powder Technology*. – 2013. – V.24. – P.235 – 241.
51. Guittoum A. X-ray diffraction, microstructure, Mössbauer and magnetization studies of nanostructured Fe<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> alloy prepared by mechanical alloying /A. Guittoum, A. Layadi, A. Bourzami, H. Tafat, N. Souami, S. Boutarfaia, D. Lacour // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2008. – V.320. – P.1385 – 1392.
52. Nukaga Y. Epitaxial Growth of Co Thin Films on MgO Single-Crystal Substrates / Y. Nukaga, M. Ohtake, O. Yabuhara // *J. Magn. Soc. Jpn.* – 2010. – V.34. – P.508 – 523.
53. Ohtake M. Epitaxial Growth of Permalloy Thin Films on MgO Single-Crystal Substrates / M. Ohtake, T. Tanaka, K. Matsubara, F. Kirino, M. Futamoto, // *J. Physics: Conference Series*. – 2011. – V.303. – P.012015 – 012021.
54. Bibyk V.V., Grychanovs'ka T.M., Protsenko I.Yu. // *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* – 2005. – V.27. – P.775 – 779.
55. Макуха З.М., Сынашенко О.В., Литвиненко Я.Н., Шабельник Ю.М., Проценко И.Е., Материалы международной научно-практической конференции «Перспективные инновации в науке, образовании, производстве и транспорте '2012», 3: 64 (2012).
56. Однодворець Л.В. Електрофізичні і магніторезистивні властивості багат шарових та гетерогенних плівкових матеріалів сенсорної техніки : Автореф. дис. дорктора ф.-м. наук : 01.04.01 «Фізика приладів, елементів і систем» // Сумський державний університет. – Суми, 2015. – 41 с.
57. Тищенко К.В. Електромеханічні властивості плівкових матеріалів на основі магнітних металів: Автореф. дис. кандидата ф.-м. наук : 01.04.07 «Фізика твердого тіла» // Сумський державний університет. – Суми, 2018. – 21 с.
58. Пазуха І.М. Тензорезистивні властивості тонкоплівкових систем на основі Ag і Co / І.М. Пазуха, З.М. Макуха, Ю.М. Шабельник, І.Ю. Проценко // *Журнал нано- та електронної фізики*. – 2012. – Т.4 № 3. – С.03020 – 03024.
59. Pylypenko O.V. The concentration anomaly of strain coefficient binary film system based on Au and Fe atoms / O. Pylypenko, L.V. Odnodvoretz,

- M.Shumakova, I.Yu. Protsenko // *Voprosy Atomnoj Nauki i Tekhniki*. – 2016. – V.48, №1 – P.131 – 135.
60. Espinosa H.D. Plasticity size effects in free-standing submicron polycrystalline FCC films subjected to pure tension / H.D. Espinosa, B.C. Prorok, B. Peng // *J. Mech. Phys. Solids*. – 2004. – V.52. – P.667 – 689.
61. Emery R.D. Tensile behavior of free-standing gold films. Part I. Coarse-grained films / R.D. Emery, G.L. Povirk // *Acta Mater*. – 2003. – V. 51. – P. 2067 – 2078.
62. Проценко І.Ю. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості)/ І.Ю.Проценко, В. А. Саєнко. – Суми : Вид-во СумДУ, 2002. – 187 с.
63. Фізичні властивості плівкових матеріалів мікро- і наноелектроніки : навч. посіб. : у 2-х ч. Ч.2 / І. М. Пазуха, І. Ю. Проценко, І. В. Чешко ; За заг. ред. І.Ю. Проценка. – Суми : СумДУ, 2014. – 212 с.
64. Hyun S. Mechanical behavior of Pt and Pt–Ru solid solution alloy thin films / S. Hyun, O. Kraft, R.P. Vinci // *Acta Mater*. – 2004. – V.52. – P.4199 – 4211.
65. Yuan-Tsung Chen Effect of grain size on optical and electrical properties of  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  thin films / Yuan-Tsung Chen, Jiun-Yi Tseng, S.H. Lin, T.S. Sheu // *J. Magn. Mater*. – 2014. – V.360. – P.87 – 91.
66. Hite D. A. In situ conductance characterization of Fe/Ag multilayer contacts on GaAs / Hite D. A., Russek S. E., Pappas D. P.// *J. Appl. Phys*. – 2003. – V.94. – P.621 – 625.
67. Alonso J. Influence of the interface on the electronic channel switching of a Fe–Ag thin film on a Si substrate / J. Alonso, M. L. Fdez-Gubieda, G. Sarmiento et. al.// *Appl. Phys. Lett*. 2009. – V.95. – P.082103.
68. Csontos M. Magnetic and transport properties of Fe-Ag granular multilayers / M. Csontos, J. Balogh, D. Kaptás et. al.// *Phys. Rev. B*. – 2006. – V.73. – P.184412 – 184421.
69. Шкурдода, Ю.О. Структура, електропровідність та магніторезистивні властивості нанокристалічних плівкових систем на основі Co, FeNi, Cu та Ag: автореферат... канд. фіз.-мат. наук, спец.: 01.04.07 - фізика твердого тіла / Шкурдода Ю. О. – Суми : СумДУ, 2008. – 20 с.

70. Synashenko O.V. Magnetoresistive Properties of Fe Films and Fe-Based Multilayers / O.V. Synashenko, D.M. Kondrahova, I.Yu. Protsenko // *J. Nano-Electron. Phys.* – 2010. – V.2.№4. – P. 153-168.
71. Воробйов С.І. Магнетні та магнето резистивні властивості плівок ферромагнітних металів / С.І. Воробйов, Я.М. Литвиненко, І.О. Шпетний, та ін. // *Металлофиз. новейшие технол.* – 2015. – Т. 37, №8. – С. 1049-1062.
72. T. Lorenz, A. Käufler, Y. Luo, M. Moske, K. Samwer / Dependence of Magnetic Anisotropy and Magnetoresistance of Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>-Films on Annealing // *Condensed Mater.* – 1999. – P.9902222(14p.).
73. Patrin K.G. Magnetism and Magnetoresistance in NiFe/Bi/NiFe Films / K.G. Patrin, V.Yu. Yakovchuk, G.S. Patrin, S.A. Yarikov // *Solid State Phenomena.* – 2012. – V.190. – P.439 – 442.
74. McGuire T.R. Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys / T.R. McGuire, R.I. Potter // *IEEE Transact. Magn.* – 1975. – V.11,№ 4. – P.1018 – 1038.
75. Don Ho K. Influence of easy magnetization axis orientation on magnetization reversal in permalloy strips / Dong Ho Kim, Tae-Jong Hwang, Kwang-Su Ryu, Sung-Chul Shin // *Phys. Stat. Sol. C.* – 2008. – V.5,№1. – P.405 – 408.
76. Nagura H. Influence of third elements on the anisotropic magnetoresistance in permalloy films / H. Nagura, K. Saito, K. Takanashi, H. Fujimori // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2000. – V.212. – P.53-58.
77. Tabakovic I. Effect of magnetic field on electrode reactions and properties of electrodeposited NiFe films / I. Tabakovic, S. Riemer, V. Vas'ko, V. Sapozhnikov, M. Kief // *J. Electrochem. Soc.* – 2003. – V.150.–P.635.
78. R. O'Handley *Materials: Principles and Applications* // *Modern Magn. Mater.* (Wiley, New York, 2000).
79. Jian-Quing Wang Transition metal granular solids: Microstructure, magnetic properties and giant magnetoresistance / Jian-Quing Wang and Gand Xiao // *Phys. Rev. B.* – 1994. – V. 49, № 6. – P. 3982-3996.
80. Tamisari M. Correlation between structural and giant magnetoresistance properties of Fe-Ag nanogranular films / Tamisari M., Spizzo F., Sacerdoti M., Battaglin G., Ronconi F. // *J. Nanopart. Res.* – 2011. – V. 13. – P. 5203-5210.



81. Aloff C. Interface contribution to giant magnetoresistance in granular AgFe studied with Mossbauer spectroscopy / Aloff C., Stahl B., Ghafari M., Hahn H. // *J. Appl. Phys.* – 2000. – V. 88, № 7. – P. 4212-4215.
82. J.G. Na Anisotropic giant magnetoresistance induced by magnetoannealing in FeAg granular films / J.G. Na, C.T. Yu, X.G. Zhao, W.Y. Lai, H.L. Luo, J.G. Zhao // *J. Appl. Phys.* –1994. – V.76. – P.6484 – 6486.
83. Allia P. Magnetic correlation states in cosputtered granular films / P. Allia, M. Coisson, F. Spizzo, P. Tiberto, F. Vinai // *Phys.Rev. B.* –2006. – V.73. – P.054409-1 – 054409-11.
84. Iannotti V. Evidence of giant magnetoresistance effect in heterogeneous nanogranular films produced by ultrashort pulsed laser deposition /, S. Amoroso, G. Ausanio, A.C. Barone, C. Campana, C. Hison, L. Lanotte // *J. Mater. Process. Technol.* – 2008. – V.208. – P.409 – 414.
85. Shuxiang L. Giant Magnetoresistance of Fe/Ag Multilayer Films with Ultrathin Fe Layers /, Yu. Chengtao, Y. Minglang, L. Wuyan, W. Yizhong // *Chin. Phys. Lett.* – 1994. – V.11. – P.775 – 779.
86. Li S. Layer thickness and temperature variation of the giant magnetoresistance in Fe/Ag multilayers / S. Li, C. Yu, W. Lai, Y. Wang Y., Yan M. *J. Appl. Phys.* – 1995. – V.78. – P.405 – 408.
87. Birlikseven C. A Magnetization and GMR Study on Multilayered Fe/Ag/Co Thin Film / C. Birlikseven, A. Bek, H.Z. Durusoy // *Turk. J. Phys.* –1999. – V.23. – P.1101 – 1106.
88. Nepijko S.A. Sensor and microelectronic elements based on nanoscale granular systems (review) / S.A.Nepijko, D. Kutnyakhov, L.V. Odnodvoretz, S.I. Protsenko, G.J. Schonhense // *J. Nanopart. Res.* – 2011. – V.12 (13). – P.6263 – 6281.
89. Melo L.G.C. Optimization of the magnetic noise and sensitivity of giant magnetoimpedance sensors / L. G. C. Melo, D. Ménard, A. Yelon, L. Ding, S. Saez, and C. Dolabdjian // *Journal of App. Phys.* – 2008. – V.103. – P.033903-1 – 033903-6.
90. Lupu N. Magnetic properties of new glassy Fe–Au(Cu)–B alloys / N. Lupu Ak.Inoue // *J. Magn. Magn. Mat.* – 2005. – V.290-291. – P.1412-1418.

91. Pohorilyi A. Magnetic properties of heterogeneous (FeNi)–Ag films in a wide composition range / A. Pohorilyi, A. Kravets, E. Shypil // *Thin Solid Films*. – 2003. – V.423, №2. – P. 218-223.
92. Dieny B. Structural, magnetic and transport properties of NiFe $\chi$ Ag (1–  $\chi$ ) heterogeneous alloys / B. Dieny, S.R. Teixeira, B. Rodmacq, C. Cowache, S. Auffret, O. Redon, J. Pierre // *J. Magn. Magn. Mat.* – 1994. – V.130. – P.197 – 215.
93. M.L. Watson, J.A. Barnard, S. Hossain, M.R. Parker, *J. Appl. Phys.* 70 (1993) 5506.
94. Stavroyiannis. S. Annealing time dependence of structural and magnetotransport properties of Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>(2 nm)/Ag(4 nm) multilayers // *Materials Science and Engineering*. – 2002. – V. 90, № 2. – P. 180 – 184.
95. Sproul William D. Physical vapor deposition tool coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 1996. – V.81. – P.1-7.
96. Schummacher D. The influence of deposition temperature on the electrical resistance of thin Cu films / D. Schummacher, D. Stark // *Surf. Sci.*– 1987. – V. 189, №1-3. – P. 1103-1110.
97. Фізико-хімічні властивості елементів [Справочник] / Под ред. Г.В. Самсонова. – Киев: Наук. думка.– 1965.– 807 с.
98. Sauerbrey G. Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung // *Zeitschrift fuer Physik*. – 1995. – V.55. – P.206–222.
99. Забіла Є.О. Фізико-механічні процеси у тонкоплівковому тензорезисторі [Текст] / Є.О. Забіла, І.Ю. Проценко // *Вісник Сумського державного університету. Серія Фізика, математика, механіка*. – 2005. – №4(76). – С. 108-124
100. Лобода В.Б. Структура та електрофізичні властивості плівок сплаву Ni-Cu в температурному інтервалі 300-700 К / Лобода В.Б., Пирогова С.М., Проценко С.І. // *Вісник СумДУ. Серія Фізика, математика, механіка*. – 2001. – № 3(24)-4(25). – С. 74-83.
101. Пилипенко О.В. Контроль товщини методом кварцового резонатора при одночасній конденсації металів з двох джерел / Пилипенко О.В., Однодворець Л.В. // *IV Міжрегіональної науково-практичної конференції*

- молодих учених “Сучасні проблеми експериментальної та теоретичної фізики ”, СумДПУ ім. А.С.Макаренка 2014
102. Зленко В.О. Автоматизированный комплекс исследований терморезистивных свойств наноструктурированных пленочных систем / Зленко В.О., Проценко С.І., Сафаріч Р. // ЖНЕФ. – 2009. – Т.1, №2. – С.34 – 42.
103. Великодний Д.В. Автоматизовані системи для дослідження електрофізичних властивостей плівкових матеріалів / Великодний Д.В.,Власенко О.В.,Пилипенко О.В.,Тищенко К.В. // Міжнародна конференція молодих учених і аспірантів «ІЕФ-2011». – Ужгород, 2011. – С. 153.
104. Тищенко К. В. Комплекс для автоматического исследования тензорезистивных свойств тонкопленочных структур / К.В. Тищенко, Д.В. Великодний, С.И. Проценко // Сборник трудов девятой международной научно-практической конференции [«Образовательные, научные и инженерные приложения в среде LabVIEW и технологии National Instruments»] – Москва: РУДН – 2010. – С. 304 – 306.
105. Демиденко М.Г. Магніторезистивні властивості спін-вентильних структур на основі Со та Си або Ау / Демиденко М.Г., Проценко С.І., Костюк Д.М., та ін. // J. Nano- Electron. Phys. – 2011.– Т.3, №4. – С.106–113.
106. Проценко І.Ю. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів / І.Ю. Проценко, А.М. Черноус, С.І. Проценко; [навч. посібник]; за заг. ред. проф. Проценка І.Ю.– Суми: СумДУ, 2007. – 264 с.
107. Проценко І.Ю. Технологія одержання і фізичні властивості плівкових матеріалів та основи мікроелектроніки: лабораторні і практичні заняття [навч. посібник] / І.Ю. Проценко, Л.В. Одноворець. – Суми: СумДУ, 2011. – 232 с.
108. Тищенко К.В. Програмне забезпечення для розшифрування картин дифракції за спектром інтенсивності / К.В. Тищенко // Матеріали ІІ наукового семінару [«Сучасні проблеми наноелектроніки»], Суми: СумДПУ ім. А.С.Макаренка. – 2011. – С. 60 – 62.
109. Воробйов С.І. Фазовий склад та електрофізичні властивості плівок заліза /

- С.І. Воробйов, Л.В. Однедворець, О.В. Пилипенко, А.М. Черноус // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т.10.№4. – С. 829 – 840.
110. Odnodvoretz L.V. Physical Properties of Film Alloys Based on Ferromagnetic and Noble Metals (Review). I. Film Materials Based on Fe and Ag or Au / L.V. Odnodvoretz, I.Yu. Protsenko, Yu.M. Shabelnyk [et al.] // Журнал нано- та електронної фізики. - 2016. - Т.8, №3. – С.03034.
111. Литвиненко Я.М. Структурно-фазовий стан, магніторезистивні та магнітні властивості плівок пермалою / Я.М. Литвиненко, І.М. Пазуха, О.В. Пилипенко, В.В. Бібик // Металлофізика и новейшие технологии. – 2015. – Т. 37, № 10, – С. 1001 – 1017.
112. Пилипенко О.В. Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівок сплаву  $Ni_{80}Fe_{20}$  / О.В. Пилипенко, А.С. Овруцький, І.М. Пазуха, Л.В. Однедворець // Журнал нано- та електронної фізики. – 2016. – Т.8, №1. – С. 03022-1 – 03022-5.
113. Cheshko I.V. Physical Properties of Film Alloys Based on Ferromagnetic and Noble Metals. II. Film Materials Based on Co and Ag or Au // I.V. Cheshko, L.V. Odnodvoretz, I.Yu. Protsenko, et al. // J. Nano- Electron. Phys. – 2016. – V.8№4(1) – P.04028-1 – 04028-7.
114. Doi M. Magnetic and structural properties of epitaxial Fe thin films on GaAs(001) and interfaces / M. Doi, B.R. Cuenya, W. Keunea [et al.] // J. Magn. Mater. – 2002. – V. 240. – P. 407–409.
115. Mebarkia M. Structural and electrical properties of evaporated Fe thin films / M. Mebarkia, A. Layadia, A. Guittoum [et al.] // Appl. Surf. Sci. – 2011. – V. 257. – P. 7025–7029.
116. Gao C. Nonlinear Magneto-Optical Properties of Sputtered and Epitaxial Ultrathin Films / C. Gao, Y. Ren, J. Ye [et al.] // J. Korean. Phys. Soc. – 2004. – V. 44, № 3. – P. 757–760.
117. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронографический анализ металлов. – Москва: ГНТИ, 1963. – 126 с.
118. Калиниченко А.И. Влияние температуры подложки на внутренние напряжения и структуру алмазоподобного покрытия при ионном осаждении

- / А.И. Калиниченко, С.С. Перепёлкин, В.Е. Стрельницкий // ВАНТ. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. – 2008. – № 17. – С. 147–151.
119. Кулинич С.А. Влияние температуры подложки и скорости осаждения на начальный рост тонких плёнок лития, полученных методом термальной плазмы / С.А. Кулинич, Т. Yamaki, Н. Miyazoe [и др.] // ФТТ. – 2006. – Т. 8, № 5. – С. 850–857.
120. Gasior W. Heat of formation of FeNi70, FeNi73. 5 and FeNi80 ordered alloys from the homogenous region of the FeNi3 phase / W. Gasior, Z. Moser, A. Debski // J. Alloy. Compd. – 2009. – V.487. – P.132-137.
121. Власенко О.В. Фазовий склад і терморезистивні властивості плівкових систем на основі Ge/Fe і Ag/Fe / О.В. Власенко, О.В. Пилипенко, Л.В. Однедворець, // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т.10. – №3. – С. 511 – 518.
122. Пилипенко О.В. Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. I. Фазовий склад / О.В. Пилипенко, Г.М. Положій, Л.В. Однедворець // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», Суми: СумДУ. – 2016. – С. 171 – 172.
123. Pylypenko O. The concentration anomaly of strain coefficient binary film system based on Au and Fe atoms / O. Pylypenko, L.V. Odnodvoret, M.Shumakova, I.Yu. Protsenko // Journal of material Science – 2016. – V48, №1 – P.131-135.
124. Cheshko I.V. Magnetooptical and Magnetoresistive Properties of Solid-Solution Films / Cheshko I.V., Kondrakhova D.M., Odnodvoret L.V., Pylypenko O.V., Shabelnyk Yu.M. // Universal Journal of Materials Science – 2013. – V1, №2 – P.25-30.
125. Changzheng W. Nanoparticle morphology in FeNi-Cu granular films with giant magnetoresistance / Changzheng Wang, Xiaoguang Xiao, Haiquan Hu, Youghua Rong, T. Y. Hsu// Phys. B. – 2007. – V.392. – P.72-78.
126. Wang H. Magnetic force microscopy study of domain structures in magnetoresistance  $(\text{Ni}_{74}\text{Fe}_{16}\text{Co}_{10})_x\text{Ag}_{1-x}$  granular films / H. Wang, W.Q. Li, S.P.

- Wong, W.Y. Cheung, N. Ke, J.B. Xu, X. Lu, X. Yan.// *Mater. Character.* – 2002. V.48. – P.153-158.
127. Bosco E. Phase transformations in Au–Fe melt spun alloys /E. Bosco, P. Pizzi, M. Baricco// *Mater. Sci. Eng.* –2004. – V.375. – P.468.
128. Mukherjee P. Size-induced chemical and magnetic ordering in individual Fe–Au nanoparticles /, P. Manchanda, P. Kumar, L. Zhou, M.J. Kramer, A. Kashyap, R. Skomski, D. Sellmyer, J.E. Shield // *ACS Nano.* – 2014. – V.8. – P.8113.
129. Pazukha I.M. A comprehensive investigation of electrophysical and magnetoresistive properties of thin films based on permalloy and silver / I.M. Pazukha, O.V. Pylypenko, L.V. Odnodvoretz // *Materials Research Express.* . – 2018. – V.5, №10. – P.106409–106416.
130. Пилипенко О.В. Магнітооптичні властивості багатошарових плівкових систем з гігантським магнітним опором/ Кондрахова Д.М., Пилипенко О.В., Шабельник І.М., Оdnодворець Л.В., Проценко І.Ю. // Міжнародній конференції «Clusters and Nanostructured Materials» (м. Ужгород, 2012 р.)
131. Пилипенко О.В. Магніторезистивні властивості плівкових чутливих елементів сенсорів на основі Fe і Ag або Au / С.О. Волков, О.В. Пилипенко, О.П. Ткач, Л.В. Оdnодворець // *Матеріали та програма 7-мої міжнародної науково-технічної конференції «СЕМСТ-7»*, Одеса. – 2016. – С.123.
132. Egelhoff W.F. Antiferromagnetic coupling in Fe/Cu/Fe and Co/Cu/Co multilayers on Cu (111) / W.F. Egelhoff Jr, M.T. Kief // *Physical Review B.* – 1992. – V.45.№ 14. – P.7795-7804.
133. Berger A. Nonequilibrium magnetization near the reorientation phase transition of Fe/Ag (100) films / A. Berger, H. Hopster/ *Phys. Rev. Lett.* – 1996. – V.76 – P.519 – 522.
134. Monchesky T. L. Spin-dependent transport in Fe and Fe/Au multilayers / T. L. Monchesky, A. Enders, R. Urban, K. Myrtle, B. Heinrich, X.-G. Zhang, W. H. Butler, and J. Kirschner // *Phys. Rev. B* . – 2005. – V.71. – P.214440-1 – 21440-12
135. Пилипенко О.В. Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. III. Магніторезистивні властивості / О.В. Пилипенко, М.О. Шумакова // *Матеріали та програма*

- науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», Суми: СумДУ. – 2016. – С. 174.
136. Пилипенко О.В. Термо- і магніторезистивні властивості багатошарових плівок на основі Fe і Au / С.О. Волков, А.М. Панюта, // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2015», Суми: СумДУ. – 2015. – С. 116.
137. Пилипенко О.В. Магніторезистивні властивості гранульованих плівкових сплавів на основі Fe і Ag як чутливих елементів датчиків / Пилипенко О.В. Корольов М.М. Однодворець Л.В.// Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2013», Суми: СумДУ. – 2013. – С. 128.
138. Nepijko S.A. Quadratic magneto-optical effects in two-dimensional permalloy particles investigated by scanning X-ray microscopy / S.A. Nepijko, O.V. Pylypenko, L.V. Odnodvoretz, E. Kisker, H.J. Elmers, G. Schönhense // Applied Physics A – 2013. – V.111. № 2. – P.557–561.
139. Pylypenko O.V. Magnetic properties of two-dimensional permalloy particles / S.A. Nepijko, L.V. Odnodvoretz, O.V. Pylypenko, I.O. Shpetnyi, Yu.M. Shabelnyk, G. Schönhense // book of abstract «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012», Lviv, Ukraine – 2012 – P.D33
140. Pohorilyi AN. Magnetic properties of heterogeneous (FeNi)–Ag films in a wide composition range/ Pohorilyi AN, Kravets A F, Shypil EV, Pod'yalovskyDY, VovkA Y, KimCS, PrudnikovaMVand KhanHR // Thin Solid Films. – 2003. – V.423. – P.218.
141. Yang Y.K. Microstructure, magnetic and transport properties of melt-spun Cu<sub>60</sub>(Ni<sub>0.8</sub>Fe<sub>0.2</sub>)<sub>40</sub> alloys, / Y.K. Yang, L.H. Chen, Y.H. Chang, Y.D. Yao // J. Magn. Mater. – 1998. – V.189. – P.195-201.
142. Svalov A.V. Structure and magnetic properties of thin permalloy films near the “transcritical” state / A.V. Svalov, I.R. Aseguinolaza, A. Garcia-Arribas, I. Orue, J.M. Barandiaran, J. Alonso, M.L. Fernández-Gubieda, G.V. Kurlyandskaya // IEEE Trans. Magn. – 2010. – V.46. – P.333-336.

143. Amos N. Magnetic force microscopy study of magnetic stripe domains in sputter deposited permalloy thin films / N. Amos, R. Fernández, R. Ikkawi, B. Lee, A. Lavrenov, A. Krichevsky, D. Litvinov, and S. Khizroev // *J. Appl. Phys.* – 2008. – V.103. – P.07E732-1 – 07E732-3.
144. Hütten A. Lorentz microscopy of giant magnetoresistive Au-Co alloys / A. Hütten, J. Bernardi, C. Nelson, G. Thomas // *Phys. stat. sol. A.* – 1995. – V. 150. – P.171-184.
145. Lytvynenko Ia. M. The effect of Co and Ag addition on magnetotransport and magnetic properties of Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> thin films / Ia. M. Lytvynenko, I. M. Pazukha, V. V. Bibyk // *Vacuum.* – 2015. – V.116. – P.31-35.
146. Weber W. Morphology-Induced Oscillations of the Magnetic Anisotropy in Ultrathin Co Films / W. Weber, CH. Back, A. Bischof, Ch. Wursch, R. Allenspach // *Phys Rev Lett.* – 1996. – V.76. – P.1940 – 1943.
147. Weber W. Determining magnetic anisotropies from hysteresis loop / W Weber, R. Allenspach, A. Bischof // *Appl Phys Lett.* – 1997. – V.70. – P.520 – 522.
148. Нрычановска Т.М. Температурні та розмірні ефекти в електрофізичних властивостях двошарових плівок на основі Ni і V / Т.М. Нрычановска, І.Ю. Протсенко, А.М. Чорноус, І.О. Шпетній // *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.* – 2006. – V.28, No.2. – P.267 – 279.
149. Федотов А.К., Анищик В.М., Тиванов М.С. Физическое материаловедение. В 3 ч. Ч. 3. Материалы энергетики и энергосбережения. – Минск: Высшая школа, 2015. – 463 с.
150. Tellier C.R. Size effects in thin films / C.R. Tellier, A.J. Tosser. – Amsterdam-Oxford-New York: ESPS, 1982. – 310 p.
151. Пилипенко О.В. Тензорезистивні властивості плівок пермалою / А.С. Овруцький, О.В. Пилипенко, І.М. Пазуха // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», Суми: СумДУ. – 2016. – С. 179.



## ДОДАТОК А

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

## 1. Наукові праці, в яких опубліковані основні наукові результати

1. Pazukha I.M. A comprehensive investigation of electrophysical and magnetoresistive properties of thin films based on permalloy and silver / I. M. Pazukha, **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz // Materials Research Express. – 2018. – V. 5, № 10. – P. 106409–106416.

2. Тензорезистивні властивості плівкових систем на основі пермалою та срібла / Д. О. Шуляренко, **О. В. Пилипенко**, К. В. Тищенко I.M. Пазуха, Л.В. Однодворець // Журнал нано- та електронної фізики. – 2018. – Т. 10, № 1. – С. 01010-1–01010-4.

3. The concentration anomaly of strain coefficient binary film system based on Au and Fe atoms / **O. V. Pylypenko**, L. V. Odnodvoretz, M. O. Shumakova, I. Yu. Protsenko // Problems of Atomic Science and Technology. – 2016. – №5 (105). – P. 131–135.

4. Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівок сплаву  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  / **О. В. Пилипенко**, I. М. Пазуха, А. С. Овруцький, Л. В. Однодворець // Журнал нано- та електронної фізики. – 2016. – Т. 8, № 1. – С. 03022-1–03022-45.

5. Структурно-фазовий стан, магніторезистивні та магнітні властивості плівок пермалою / Я. М. Литвиненко, I. М. Пазуха, **О. В. Пилипенко**, В. В. Бібик // Металлофизика и новейшие технологии. – 2015. – Т. 37, № 10. – С. 1001–1017.

6. Фазовий склад та електрофізичні властивості плівок заліза / С.І. Воробйов, Л.В. Однодворець, **О.В. Пилипенко**, А.М. Чорноус // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т.10, №4. – С.829 – 840.

7. Власенко О. В. Фазовий склад і терморезистивні властивості плівкових систем на основі Ge/Fe і Ag/Fe / О. В. Власенко, **О. В. Пилипенко**, Л. В. Однодворець, // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2012. – Т. 10, № 3. – С. 511–518.

8. Quadratic magneto-optical effects in two-dimensional permalloy particles investigated by scanning X-ray microscopy / S.A. Nepijko, **O.V. Pylypenko**,

L.V. Odnodvoretz, E. Kisker, H.J. Elmers, G. Schönhense // Applied Physics A. – 2012. – V.111, №2. – P.557 – 561.

## 2. Наукові праці апробаційного характеру

9. Магніторезистивні властивості тришарових плівок Ni/Bi/Ni / П. С. Отич, Д. В. Подуремне, **О. В. Пилипенко**, С. І. Воробйов // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2017», м. Суми, , 17–21 квітня 2017. – Суми : СумДУ, 2017 – С. 93.

10. Магніторезистивні властивості плівкових чутливих елементів сенсорів на основі Fe і Ag або Au / С. О. Волков, **О. В. Пилипенко**, О. П. Ткач, Л. В. Однедворець // Матеріали та програма 7-мої Міжнародної науково-технічної конференції «СЕМСТ-7», м. Одеса, 30 травня – 3 червня, 2016 р. – Одеса, 2016. – С.123.

11. **Пилипенко О. В.** Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. I. Фазовий склад / О. В. Пилипенко, Г. М. Положій, Л. В. Однедворець // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», м. Суми, 18–22 квітня 2016. – Суми: СумДУ, 2016 – С. 171 – 172.

12. **Пилипенко О. В.** Кристалічна структура і фізичні властивості одношарових плівок на основі атомів Au і Fe. II. Тензорезистивні властивості / О.В. Пилипенко, Г.М. Положій, М.О. Шумакова // Матеріали та програма Науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2016», м. Суми, 18–22 квітня 2016. – Суми: СумДУ, 2016 – С. 173.

13. **Пилипенко О. В.** Термо- і магніторезистивні властивості багат шарових плівок на основі Fe і Au / О. В. Пилипенко, С. О. Волков, А. М. Панюта // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2015», м. Суми, 20–25 квітня 2015. – Суми: СумДУ, 2015 – С. 116.

14. **Пилипенко О. В.** Контроль товщини методом кварцового резонатора при одночасній конденсації металів з двох джерел / О. В. Пилипенко, Л. В. Однедворець // IV Міжрегіональної науково-практичної конференції молодих учених «Сучасні проблеми експериментальної та теоретичної фізики»,

м. Суми, 25–26 квітня 2014. – Суми: СумДПУ ім. А.С.Макаренка, 2014 – С. 112.

15. **Пилипенко О. В.** Магніторезистивні властивості гранульованих плівкових сплавів на основі Fe і Ag як чутливих елементів датчиків / О. В. Пилипенко, М. М. Корольов, Л. В. Однедворець // Матеріали та програма науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2013». м. Суми, 22–27 квітня 2013. – Суми: СумДУ, 2013 – С. 128.

16. Electrophysical, magnetoresistivity andm magneto-optical properties of multilayer materials based on nanocrystalline and amorphous films / S. Nepijko, L. V. Odnodvoret, **O. V. Pylypenko**, A. I. Saltykova, O. P. Tkach, O. V. Vlasenko // Матеріали Міжнародної конференції конференції «Nanomaterials: Application & Properties-2012». Alushta, Crimea 17–22 September 2012. – Sumy, 2012. – V. 1. – P. 03TF10(1) – 03TF10(4).

17. Magneto-optic properties of multilayer film systems with giant magnetoresistance / D. M. Kondrakhova, **O. V. Pylypenko**, Yu. M. Shabelnyk, L. V. Odnodvoret, I. Yu. Protsenko // Book of abstracts of International Conference «CNM-3». Uzhhorod, 20–25 May, 2012. – Uzhhorod, 2012. – P. 54.

18. Magnetic properties of two-dimensional permalloy particles / S.A. Nepijko, L.V. Odnodvoret, **O.V. Pylypenko**, I.O. Shpetnyi, Yu.M. Shabelnyk, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012». Lviv, 19–22 April. – Lviv, 2012. – P. D33.

19. Magnetic properties investigation of nanoparticles ensembles based on solid solutions with FePt oxide shell / I.O. Shpetnyi, Ya.M. Lytvynenko, O.V. Pylypenko, I.Yu. Protsenko, S.A. Nepijko, G. Schönhense // Book of abstracts «International Conference of Students and Young Scientists in Theoretical and Experimental Physics HEUREKA-2012». Lviv, 19–22 April. – Lviv, 2012. – P.E17.

20. **Пилипенко О. В.** Температурний коефіцієнт опору плівкових матеріалів на основі Fe і Ag / О.В. Пилипенко, Л.В. Однедворець, С.В. Чернов // Матеріали та програма Науково-технічної конференції «Фізика, електроніка, електротехніка – 2011». м. Суми, 18–22 квітня 2011. – Суми: СумДУ, 2011. – С. 103.