

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

На правах рукопису

ТКАЧ ОЛЕНА ПЕТРІВНА

УДК 539.216.2; 621.799.14; 537.622

**ПРОЦЕСИ ФАЗОУТВОРЕННЯ, ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ТА
ГАЛЬВАНОМАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ БАГАТОШАРОВИХ
ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ Pd/Fe**

01.04.07 – фізика твердого тіла

ДИСЕРТАЦІЯ

на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико-математичних наук

Науковий керівник

Однодворець Лариса Валентинівна,

кандидат фізико-математичних наук,

доцент

СУМИ - 2012

ЗМІСТ

	стор.
ВСТУП	5
РОЗДІЛ 1 ФАЗОВИЙ СКЛАД І МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК НА ОСНОВІ Pd І Fe (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)	11
1.1 Загальна характеристика і властивості металевих матеріалів на основі Pd і Fe.....	11
1.2 Теоретичні моделі розмірних ефектів в термо- і гальваномагнітних властивостях плівкових матеріалів	20
1.2.1 Термічний коефіцієнт опору одно- і двошарових плівок	20
1.2.2 Розмірний ефект у магнітоопорі.....	21
1.3 Електрофізичні і гальваномагнітні властивості плівкових матеріалів.....	24
Висновки до розділу 1	31
РОЗДІЛ 2 МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ	32
2.1 Прилади і обладнання для отримання багатошарових плівкових систем на основі Pd і Fe.....	33
2.2 Дослідження фазового складу і кристалічної структури	36
2.2.1 Застосування методів електронографії і просвічуючої електронної мікроскопії	36
2.2.2 Рентгенографічний метод.....	38
2.2.3 Дослідження елементного складу і дифузійних процесів у багатошарових плівках.....	43
2.3 Вивчення впливу термообробки і деформації на електричні властивості плівкових зразків.....	45
2.3.1 Методика дослідження електрофізичних властивостей	45
2.3.2 Метод атомно-силової мікроскопії	48
2.4 Методика проведення досліджень гальваномагнітних властивостей	49
2.4.1 Магніторезистивний ефект	49

	3
2.4.2 Визначення сталої Холла	54
Висновки до розділу 2	57
РОЗДІЛ 3 ПРОЦЕСИ ФАЗОУТВОРЕННЯ І ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДВОШАРОВИХ ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ І МУЛЬТИШАРІВ НА ОСНОВІ Pd І Fe	58
3.1 Фазові переходи у плівках на основі Pd і Fe	58
3.1.1 Вплив температури на процеси фазоутворення в двошарових плівках і мультишарах.....	58
3.1.2 Визначення концентрації атомів і дослідження дифузійних процесів.....	69
3.1.3 Можливість утворення аномальних фаз.....	74
3.2 Електрофізичні властивості одношарових плівок Pd і Fe.....	78
3.3 Терморезистивні властивості багатошарових плівок і мультишарів на основі Pd і Fe	84
3.4 Тензорезистивні властивості.....	89
Висновки до розділу 3	97
РОЗДІЛ 4 ГАЛЬВАНОМАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ МУЛЬТИШАРІВ НА ОСНОВІ Pd І Fe.....	98
4.1 Магнітоопір двошарових плівок і мультишарів	99
4.2 Температурна, концентраційна і розмірна залежності магнітоопору	103
4.3 Апробація теоретичної моделі Тельє і Тоссе для магнітоопору	116
4.4 Ефект Холла в мультишарах на основі Pd і Fe	123
Висновки до розділу 4	133
ВИСНОВКИ	134
ПРИМІТКИ	137
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	138

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ СКОРОЧЕНЬ

- АМО – анізотропний магнітоопір;
АСМ – атомно-силова мікроскопія;
ВІМС – вторинно-іонна мас-спектрометрія;
ПЕМ – просвічуюча електронна мікроскопія;
МОКЕ – магніто-оптичний Керра ефект;
ГМЕ – гальваномагнітні ефекти;
ГЦК – гранецентрована кубічна решітка;
ГЦТ, $L1_0$ – гранецентрована тетрагональна решітка;
ТКО – термічний коефіцієнт опору;
КТ – коефіцієнт тензочутливості;
МО – магнітоопір;
ПМА – перпендикулярна магнітна анізотропія;
ГМО – гігантський магнітоопір;
РЕ – розмірні ефекти;
ТТП – теоретична модель Тельє, Тоссе і Пішар;
СДВП – середня довжина вільного пробігу;
СХ – стала Холла (R_H);
 a, c – параметри кристалічної решітки;
 H_C – коерцитивна сила;
 B_C, B_S – поле коерцитивності та насичення;
 K_a – магнітокристалічна анізотропія;
 S – ступінь упорядкування;
 T_C – температура Кюрі;
 T_e – температура відпалювання;
 T_n – температура підкладки;
 T_{yn} – температура упорядкування

ВСТУП

Актуальність теми. Розвиток магнітоелектроніки і сенсорного приладобудування тісно пов'язаний із пошуком нових функціональних матеріалів у вигляді магнітнеоднорідних багатошарових плівок, мультишарів та гранульованих сплавів. Плівкові системи на основі феромагнітних (Fe, Co) і парамагнітних (Pd, Pt) шарів – це цікаві об'єкти з точки зору їх практичного використання для створення носіїв інформації з високою щільністю магнітного запису, елементів магніто-оптичних систем та спінової електроніки [1-4]. При формуванні таких приладових систем особлива увага приділяється стабільності робочих характеристик під дією різних фізичних полів (температури, деформації та магнітного поля). Оскільки в багатошарових плівках і мультишарах суттєву роль відіграють розмірні ефекти, то змінюючи кількість фрагментів і товщину окремих шарів, можна отримувати плівкові матеріали з наперед заданими електричними і магнітними параметрами. Особливості фізичних властивостей систем Pd/Fe обумовлені також тим фактом, що Pd, будучи парамагнітним елементом, за наявності феромагнетика (наприклад, атомів Fe) проявляє феромагнітні властивості [5, 6].

На сьогодні отримана значна інформація про структурні та магнітні властивості багатошарових плівкових матеріалів на основі Pd і Fe, у той час як залишаються невивченими питання про можливість спостереження в таких плівкових системах розмірних ефектів щодо електрофізичних (питомий опір, термічний коефіцієнт опору (ТКО), коефіцієнт тензочутливості (КТ)) та гальваномагнітних (магнітоопір (МО), анізотропний магнітоопір (АМО), гігантський магнітоопір (ГМО), магніто-оптичний ефект Керра (МОКЕ) і стала Холла (СХ)) властивостей. Мова йде про дослідження взаємного зв'язку між фазовим складом та ТКО, КТ, МО і СХ багатошарових нанорозмірних плівкових систем Pd/Fe, отриманих методом пошарової конденсації і термовідпалених у вакуумі в інтервалі температур 300 – 900 К. Вищезазначене свідчить про актуальність теми роботи та доцільність комплексного

дослідження процесів фазоутворення, електрофізичних і гальваномагнітних властивостей багат шарових плівкових систем Pd/Fe.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дисертаційна робота виконана на кафедрі прикладної фізики Сумського державного університету в рамках держбюджетних тем № 0106U001942 «Формування кристалічної структури і електрофізичних властивостей плівкових матеріалів на основі багат шарових металевих наносистем» (2006 – 2008 рр.), № 0109U001387 «Фазовий склад, електро- і магніторезистивні властивості плівкових матеріалів із спін-залежним розсіюванням електронів» (2009 – 2011 рр.), № 0111U006336 «Електрофізичні властивості багатоконпонентних плівок на основі Fe і Pd, Ag, Au та Ge» (2011 р.) та міжнародного проекту науково-технічного співробітництва № 0109U004806 «Кристалічна структура, електрофізичні і магніторезистивні властивості нанорозмірних плівкових систем на основі Fe і Pt та Fe і Pd» між Сумським державним університетом і Інститутом фізики при Університеті ім. Й. Гуттенберга (2009 – 2010 рр.). Здобувач брала участь у проведенні зазначених НДР як виконавець наукових досліджень.

Мета і задачі дослідження. Мета дисертаційної роботи полягала у проведенні комплексних досліджень електрофізичних і гальваномагнітних властивостей, встановленні умов формування неупорядкованої і упорядкованої фаз у плівкових матеріалах, сформованих на основі двошарових фрагментів Pd/Fe, які мали різну (багат шарові плівки) та однакову (мультишари) товщину, в одному технологічному циклі методом пошарової конденсації з наступною термообробкою.

Відповідно до поставленої мети необхідно було вирішити такі задачі:

- вивчення фазового складу та умов формування (вакуумні умови, товщина фрагментів і окремих шарів, температура відпалювання та ін.) неупорядкованої ГЦК-PdFe і упорядкованої ГЦТ-PdFe фази в багат шарових плівкових системах;
- установлення взаємозв'язку між фазовим складом та електрофізичними і

- гальваномагнітними властивостями;
- дослідження гальваномагнітних (МО, МОКЕ і ефект Холла) властивостей багатошарових плівкових систем і мультишарів Pd/Fe;
 - здійснення апробації теоретичної моделі Тельє і Тоссе для магнітоопору плівок Pd і Fe з урахуванням поверхневого і зерномежового розсіювання електронів;
 - експериментальне вивчення залежностей питомого опору, ТКО і МО мультишарів Pd/Fe від товщини, концентрації та величини магнітної індукції;
 - дослідження ефекту Холла та встановлення залежності СХ від кількості фрагментів системи, товщини проміжного шару Pd і температури відпалювання.

Об'єкт дослідження – процеси фазоутворення та вплив температури, деформації і магнітного поля на електрофізичні і гальваномагнітні властивості нанорозмірних багатошарових плівкових систем.

Предмет дослідження – фазовий склад, електрофізичні та гальваномагнітні властивості багатошарових плівок і мультишарів Pd/Fe.

Методи дослідження. Формування плівкових систем методом пошарової вакуумної конденсації металів із подальшою термообробкою; резистивний метод вимірювання опору зразків; методи просвічуючої електронної і атомно-силової мікроскопії (АСМ), електроннографії, рентгенографії та енергодисперсійного рентгенівського аналізу; метод вторинно-іонної мас-спектрометрії (ВІМС); магніторезистивні вимірювання при паралельній, перпендикулярній і поперечній геометріях; МОКЕ; чотириточковий метод вимірювання холлівської різниці потенціалів.

Наукова новизна одержаних результатів. Проведені в роботі комплексні дослідження процесів фазоутворення, електрофізичних і гальваномагнітних властивостей багатошарових плівкових систем на основі Pd і Fe дозволили отримати такі нові результати:

1. Встановлено, що в плівкових системах на основі Pd і Fe відбувається часткове структурне упорядкування ГЦК-PdFe фази і зменшення

температури фазового переходу ГЦК-PdFe \rightarrow ГЦТ-PdFe, у порівнянні з масивними зразками ($T_0 = 1060$ К) приблизно на 300 К (для мультишарів) та 200 К (для двошарових зразків), в результаті конденсаційно-стимульованої дифузії при пошаровому осадженні Pd і Fe.

2. Уперше показано, що формування упорядкованої фази ГЦТ-PdFe в мультишарах Pd/Fe приводить до збільшення величини ТКО (до 6 разів) і МО (в 2 – 5 разів) у порівнянні з ГЦК-PdFe фазою.
3. Отримано, що додатковий шар Cu, ефективна товщина якого не перевищує 10% від загальної товщини мультишарів $[Cu/Pd/Fe]_n/P$, приводить до збільшення величини МО в 2,8 – 3,0 рази (свіжосконденсовані зразки) і в 1,1 – 2,6 рази (відпалені до $T = 780$ К), що пов'язано з утворенням гранул Fe в плівці Cu.
4. Уперше встановлено, що величина сталої Холла для мультишарів Pd/Fe залежить від кількості фрагментів (загальної товщини), товщини шару Pd та інтервалу відпалювання плівкових систем і монотонно зменшується від $5,5 \cdot 10^{-9}$ до $3,7 \cdot 10^{-9}$ м³/Кл при збільшенні загальної товщини системи від 10 до 40 нм.
5. Уперше на прикладі одношарових плівок Pd і Fe як компонент мультишарів здійснена апробація класичної теоретичної моделі Тельє і Тоссе для поздовжнього магнітоопору з урахуванням поверхневого і зерномежового розсіювання електронів.

Практичне значення одержаних результатів. Отримані розмірні залежності та результати апробації теоретичної моделі Тельє і Тоссе для магнітоопору одношарових плівок дають можливість прогнозування гальваномагнітних властивостей мультишарів, що може бути використане в галузі сенсорної техніки для розробки чутливих елементів багатофункціональних сенсорів магнітного поля, температури і деформації. Використаний у роботі метод пошарової конденсації з наступною термообробкою може бути застосований при отриманні плівкових сплавів з неупорядкованою або упорядкованою структурою в системах феромагнетик / благородний метал.

Результати проведених досліджень поглиблюють розуміння фізичних процесів у плівкових матеріалах в умовах фазоутворення, впливу температури, деформації і магнітного поля на їх електрофізичні і гальваномагнітні властивості та були впроваджені в навчальний процес Сумського державного університету при викладанні дисципліни «Наноматеріали і нанотехнології в приладобудуванні».

Особистий внесок здобувача полягає у самостійному пошуку та аналізі літературних джерел; автором особисто були отримані зразки, проведені дослідження електрофізичних і гальваномагнітних властивостей плівок, електронографічні, рентгенографічні та мікроскопічні дослідження, обробка, розрахунок і аналіз отриманих результатів. Постановку задач досліджень і узагальнення експериментальних результатів проведено спільно з науковим керівником доц. Однодворець Л. В. В обговоренні результатів досліджень брали участь проф. Проценко І. Ю. і проф. Черноус А. М. При консультаціях проф. Маршалек М. (Інститут ядерної фізики ПАН, м. Краків) проведені вимірювання ефекту Холла в мультишарах і дослідження методом АСМ. Особисто автором підготовлені статті [142, 193], тези доповідей [125, 169, 170, 192] і окремі розділи статей [158, 159, 166, 186 – 188]. Матеріали робіт [122 – 124, 126, 141, 143, 164, 165, 171, 194] обговорювалися разом із співавторами. Основні наукові результати доповідалися особисто автором на наукових конференціях.

Апробація результатів дисертації. Основні наукові та практичні результати роботи оприлюднені та обговорені на таких конференціях: 76 Jahrestagung der Deutsche Physikalische Gesellschaft und DPG-Frühjahrstagung, (Берлін, 2012 р.); III, IV, V Міжнародних конференціях «Фізико-хімічні основи формування і модифікації мікро- та наноструктур» (Харків, 2009, 2010, 2011 рр.); XIII Міжнародній конференції «Фізика і технологія тонких плівок та наносистем» (Івано-Франківськ, 2011 р.); Всеукраїнській конференції молодих вчених «Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології (СММТ-2008)» (Київ, 2008 р.); International Conference «Functional Materials ICFM' 2009»

(Сімферополь, 2009 р.); III Международной школе-семинаре молодых ученых «Рост кристаллов» (Харків, 2009 р.); International workshop «Magnetic phenomena in micro- and nano- structures» (Донецьк, 2010 р.); II Науковій міжнародній конференції «Сучасні проблеми конденсованого стану» (Київ, 2010 р.); X Міжнародній конференції «Фізичні явища в твердих тілах» (Харків, 2011 р.); XLVI Zakopane School of Physics International Symposium (Краків, Польща, 2011 р.); Міжнародних конференціях студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики «ЕВРИКА» (Львів, 2009, 2011 рр.); Науково-технічній конференції викладачів, співробітників, аспірантів та студентів факультету ЕлІТ (Суми, 2010 р.).

Публікації. Результати дисертації відображені у 22 публікаціях: 7 статтях у періодичних фахових наукових виданнях, 3 статтях у матеріалах конференцій, 12 тезах доповідей на наукових конференціях.

Структура і зміст роботи. Дисертація складається зі вступу, чотирьох розділів, висновків та списку використаних джерел. Вона викладена на 158 сторінках, із них 88 сторінок основного тексту, 67 рисунків і 14 таблиць, в тому числі 52 рисунки і 8 таблиць на окремих аркушах. Список використаних джерел налічує 196 найменувань на 21 сторінці.

РОЗДІЛ 1

ФАЗОВИЙ СКЛАД І МАГНІТОРЕЗИСТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ПЛІВОК НА ОСНОВІ Pd І Fe (ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД)

Дослідження двокомпонентних плівкових матеріалів на основі металів направлені на встановлення особливостей структурно-фазового складу і їх кореляції з електричними і гальваномагнітними властивостями з точки зору практичного застосування таких систем у галузях сучасної магнітоелектроніки, спінтроніки і сенсорної техніки. Для створення нових магнітонеоднорідних плівкових наноматеріалів використовуються багатошарові плівкові системи з провідними або діелектричними немагнітними шарами; дво- та трикомпонентні плівкові сплави; гранульовані плівки на основі феромагнітних металів [7-8] та матеріали із перпендикулярною магнітною анізотропією (ПМА), які є перспективними для формування елементів спінтроніки та носіїв інформації із високощільним магнітним записом [9, 10].

1.1 Загальна характеристика і властивості металевих матеріалів на основі Pd і Fe

При дослідженні фазових перетворень у двокомпонентній плівковій системі Pd/Fe (мультишари та тонкоплівкові сплави), було виявлено, що в ній формується упорядкована структура з ГЦТ решіткою (надрешітка з $L1_0$ фазою типу AuCu) [1, 2]. В свою чергу, $L1_0$ структура складається із двох ГЦК підрешіток, що розміщуються уздовж площини (001) з чергуванням феромагнітних і парамагнітних шарів атомів [11]. Аналогічні явища спостерігаються в магнітоупорядкованих системах Co/Pd, Fe/Pt, Co/Pt [3, 4], які характеризуються високою магнітокристалічною анізотропією ($K_a = 1,8 - 6,6 \text{ МДж/м}^3$) [2, 6] та стійкістю до окиснення, на відміну від матеріалів на основі рідкоземельних металів [12].

У найбільш загальному вигляді кристалічна структура двокомпонентної системи на основі Pd і Fe представляє собою ряд твердих розчинів (т.р.): неупорядкована ГЦК фаза та дві упорядковані фази з ГЦТ і ГЦК решітками -

$L1_0$ і $L1_2$ [13, 14].

Згідно [15], Pd і Fe мають необмежену розчинність у рідкому стані, а при охолодженні кристалізуються з утворенням частково упорядкованим ГЦК т.р. (γ -Fe, Pd). У твердому стані в т.р. відбувається фазовий перехід, пов'язаний із поліморфними переходами β -Fe \rightarrow γ -Fe з утворенням упорядкованого сплаву FePd типу AuCu ($L1_0$) з параметрами решітки $a = (0,3860 - 0,3855)$ нм і $c = (0,3730 - 0,3720)$ нм та FePd₃ з ГЦК решіткою типу AuCu₃ ($L1_2$) ($a=0,3853 - 0,3848$ нм). Зовнішній вигляд неупорядкованої ГЦК та решіток $L1_0$ і $L1_2$ схематично зображено на рис. 1.1. Введемо такі позначення: ГЦК-PdFe відповідатиме неупорядкованій ГЦК фазі, ГЦТ-PdFe або $L1_0$ - упорядкована ГЦТ фаза з параметрами a і c та ГЦК-Pd₃Fe або $L1_2$ - упорядкована ГЦК фаза, що можуть формуватися в двокомпонентних зразках на основі Pd і Fe.

Згідно діаграми стану (рис. 1.2), формування вказаних фаз відбувається при певній концентрації окремих компонент системи: фаза $L1_0$ - при концентрації паладію $c_{Pd} = 48 - 60$ ат.%; фаза $L1_2$ - при $c_{Pd} = 67 - 86$ ат.% [16]; у вузькому діапазоні концентрацій від 60 до 62 ат.% одночасно співіснують обидві фази $L1_0$ і $L1_2$. У роботі [4], відмічається, що із збільшенням вмісту Pd на 10 ат.% у порівнянні із Fe₅₀Pd₅₀, для повного переходу системи із ГЦК-PdFe у $L1_0$ фазу її потрібно нагріти до вищих температур; подібні результати відмічаються і для систем FePt, CoPt (рис. 1.3). Окрім структурно-фазового складу, співвідношення концентрацій Pd і Fe впливає на величину параметра кристалічної решітки.

Згідно з [4], від концентрації Pd в системі залежить об'єм комірки $L1_0$, який для плівкової системи Fe₅₀Pd₅₀ складає $5,57 \cdot 10^{-2}$ нм³, а для Fe₄₇Pd₅₃ і Fe₄₀Pd₆₀ значення $\Delta V/V$ зростає на 0,8 % та 2 % відповідно. Відмітимо, що, не дивлячись на незначну відміну між параметрами a і c (відношення $c/a \cong 1,0$) (рис. 1.4), фази $L1_0$ і $L1_2$ мають відмінні магнітні характеристики і, зокрема, температуру Кюрі (T_C). Експериментально встановлено [18], що для фази $L1_2$ $T_C = 756$ К (при $c_{Fe} = 50$ ат.%) і 623 К (при $c_{Fe} = 40$ ат.%), а для фази $L1_0$ - $T_C = 723$ К (при $c_{Fe} = 50$ ат.%) і 593 К (при $c_{Fe} = 40$ ат.%).

Значення константи магнітної анізотропії у двокомпонентних плівкових

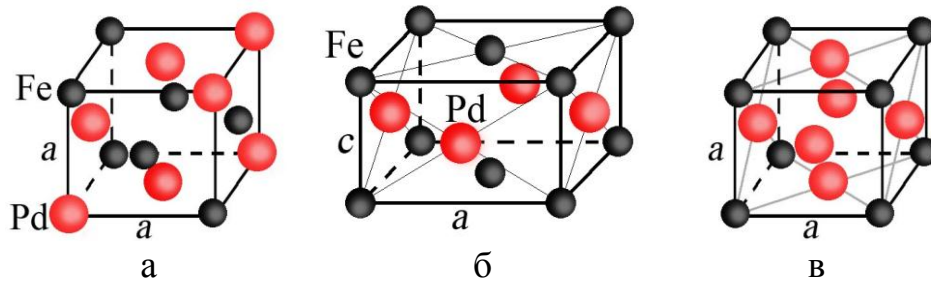


Рис. 1.1. Рис. 1. Кристалічні решітки неупорядкованої ГЦК (а) та упорядкованих ГЦТ (б) і ГЦК (L1₂) (в) фаз сплаву FePd [17-18]

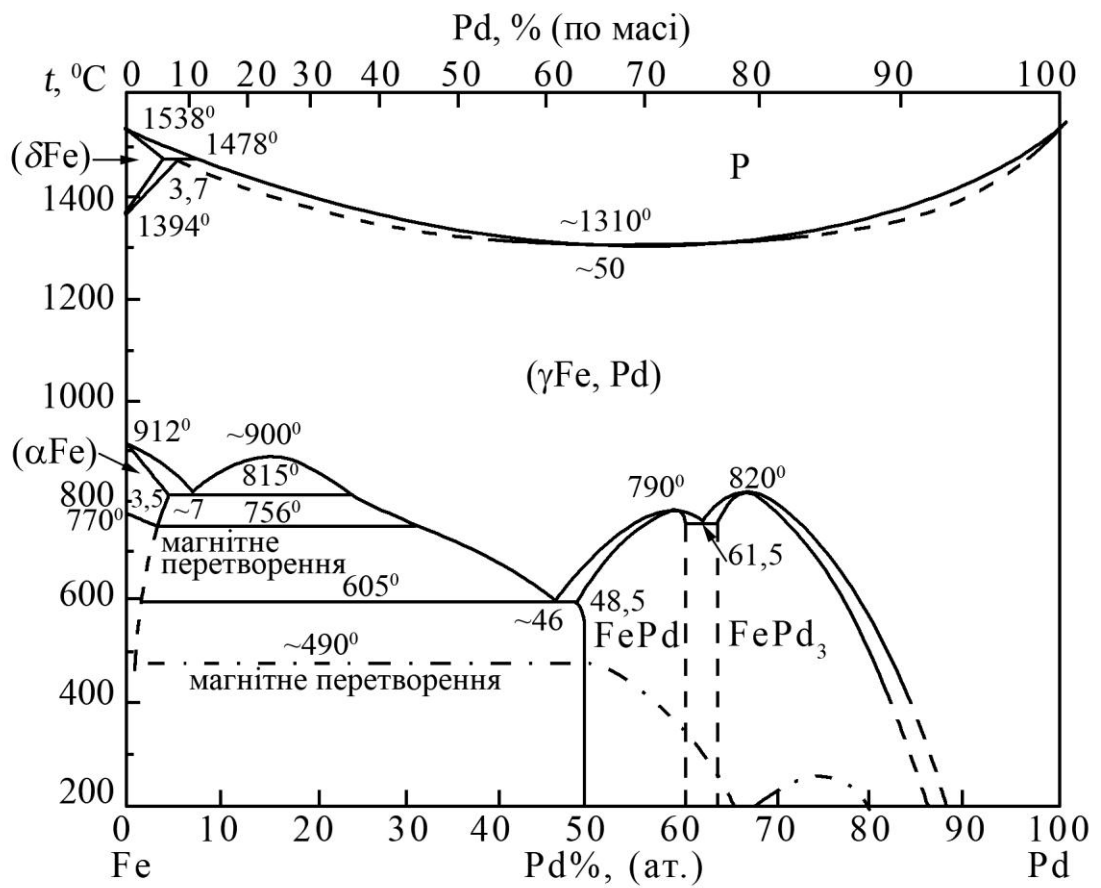


Рис. 1.2. Діаграма стану системи Fe-Pd [15]

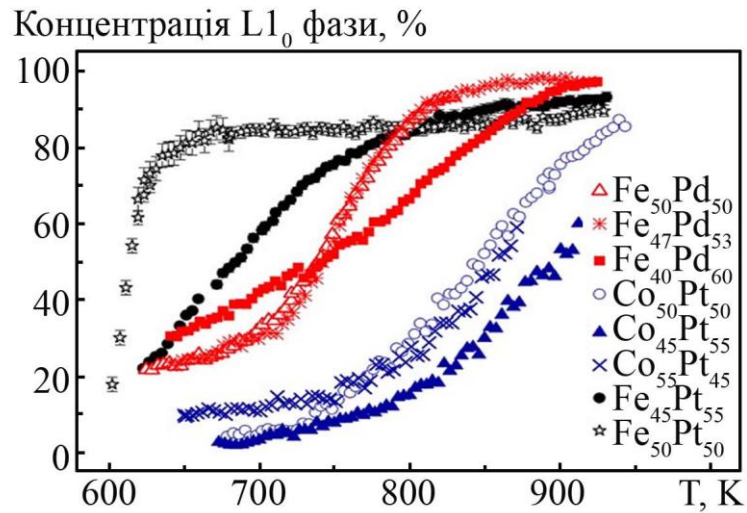


Рис. 1.3. Температурна залежність концентрації фази $L1_0$ серед неупорядкованої ГЦК-фази для сплавів FePd, CoPt та FePt [4]

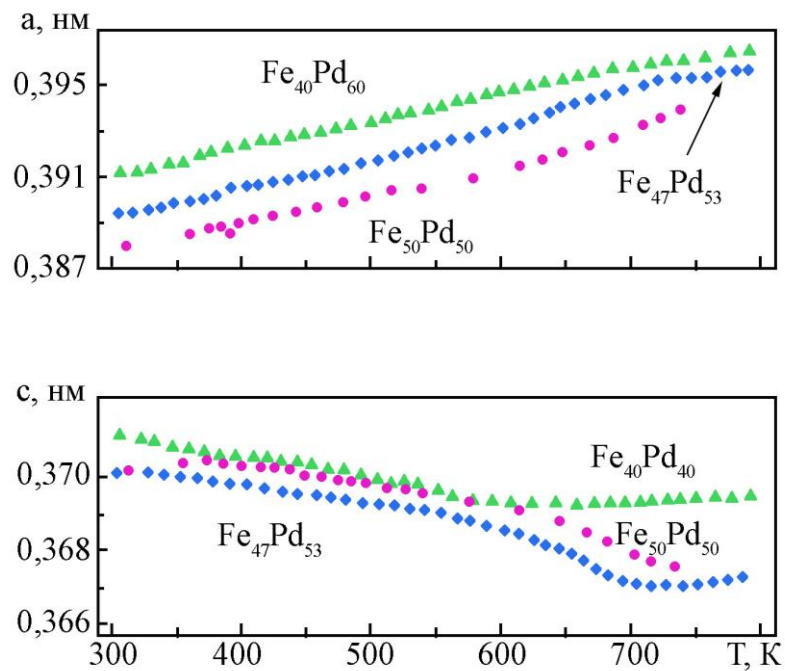


Рис. 1.4. Температурна залежність параметрів кристалічної решітки a і c в ГЦТ-PdFe фази [4]

системах CoPt і FePt є більшим ($K_a = 4,9; 5,4 - 7,49$ МДж/м³) у порівнянні з FePd ($K_a = 1,7 - 1,8$ МДж/м³), але слід підкреслити, що перші дві системи мають вищі температури упорядкування ($T_{yn} = 730 - 803$ К) і значення коерцитивної сили ($H_C = 58 - 95; 225 - 578$ кА/м) для FePd $H_C = 59 - 134$ кА/м [4, 19 - 25]. До основних переваг системи FePd можна віднести невисоку температуру упорядкування ($T_{yn} \cong 723$ К). Відмітимо, що у загальному вигляді фаза L1₀ – це надрешітка, в якій пошарово чергуються феромагнітні перехідні 3d (Fe, Co, Ni) і немагнітні 4d/5d (Pd, Pt) метали [26] уздовж осі легкого намагнічування (001), що є віссю, вздовж якої при ПМА орієнтуються магнітні моменти. Фаза L1₂ характеризується магніто-м'якими властивостями: слабкою магнітною анізотропією, малими розмірами кристалітів, сильною взаємною дифузією атомів і слабким упорядкуванням у системах FePt та CoPt [9, 27, 28]. Згідно [29], упорядкована фаза L1₂ відповідає Fe₃Pd або Pd₃Fe у залежності від співвідношення концентрації окремих компонент системи.

Фазовий склад більшості свіжосконденсованих зразків (при одночасному випаруванні із двох випарників) відповідає неупорядкованій ГЦК-PdFe фазі при температурах підкладки $T_n = 490 - 520$ К, причому, температура фазового переходу із неупорядкованої до упорядкованої (точка Курнакова) системи становить $620 - 723$ К [30, 31]. Фазовий склад плівкової системи PdFe у значній мірі визначається її загальною товщиною. Так, при товщині зразка порядку 20-30 нм при епітаксiальному вирощуванні завжди спостерігається утворення фази L1₀ [16 - 27].

Вплив температури підкладки на формування упорядкованої фази досліджено у роботах [32 - 34]. Авторами показано, що при $T_n = 300$ [34] і 373 К [32] формується неупорядкована ГЦК-PdFe фаза і витримка зразка при температурах від 673 до 873 К протягом 1 - 2 годин не приводить до зміни його фазового стану. При $T_n \cong 673$ К на рентгенограмах можна спостерігати піки, характерні для надрешітки. Найбільше значення величини упорядкування (S), що характеризує ступінь дальнього упорядкування системи $S = 0,75 \pm 0,05$ і мінімальне значення відношення c/a спостерігається у зразку Fe₅₂Pd₄₈ в

інтервалі концентрацій Fe від 38 до 58 ат.% (рис. 1.5). За даними роботи [33] максимальне упорядкування спостерігається при $T_n = 720$ К (табл. 1.1).

Фазовий склад залежить від типу підкладки. Авторами [35] встановлено, що в плівках $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$, сконденсованих на підкладку $\text{MgO}(100)$ при $T_n = 773$ К спостерігається упорядкована $L1_0$ фаза, тоді як при конденсації вищевказаної системи на підкладку MgO із кремнієвими наносферами ознаки упорядкованості не спостерігаються. У роботі [36] методом рентгенівської дифракції проведені дослідження процесів фазоутворення в двошарових плівках Pd/Fe при різних умовах термообробки. Показано, що при нагріванні осаджених плівок до 620 або 820 К утворюється неупорядкована ГЦК-PdFe фаза для зразку $\text{Fe}_{14}\text{Pd}_{86}$ ($a = 0,3862$ нм) із середніми розмірами кристалітів $L \cong 6,2$ і $11,4$ нм, відповідно. При перемішуванні атомів Pd і Fe іонами Kr домінує фаза FePd_3 із $L \cong 11,4$ нм, а при іонному перемішуванні із наступним термовідпалюванням до 620 і 820 К формується фаза із невідомим типом кристалічної решітки.

Формування ОЦК-фази спостерігалось в епітаксійних плівках $\text{Fe}_{80}\text{Pd}_{20}$ ($a = 0,2960$ нм) [37] та мультишарах Pd(1,6 нм)/Fe(4)/П ($a = 0,2870$ нм) [38]. В плівкових сплавах $\text{Fe}_{72}\text{Pd}_{28}$ [31] і нанодротах $\text{Fe}_{73}\text{Pd}_{27}$ [39] ОЦК фаза мала тетрагональне викривлення і була інтерпретована як ОЦТ-фаза. У роботі [40] наводяться параметри кристалічної решітки: $a = 0,3814 - 0,3825$ нм і $c = 0,3593 - 0,3620$ нм – для ГЦТ-фази та $a = 0,2938 - 0,2978$ нм і $c = 0,2981 - 0,2998$ нм – ОЦТ. В плівкових сплавах із значним вмістом Fe виникають напруження через невідповідність параметрів решітки підкладки і плівки, вони виходять на асимптотичне значення при товщинах 40 нм. Додавання Pd приводить до виникнення розтягуючих напружень, які змінюються на стискувальні при товщинах 20 – 40 нм в залежності від співвідношення компонент Pd і Fe [37].

Авторами [41] експериментально встановлено, що при температурі 300 К у плівках $\text{Fe}_x\text{Pd}_{1-x}$ перехід ГЦК \rightarrow ГЦТ відбувається при $x \cong 0,6$, а ГЦТ \rightarrow ОЦК – при $x \cong 0,85$. Константа кубічної магнітної анізотропії при $x \cong 0,34$ змінює свій знак з від'ємного на додатній.

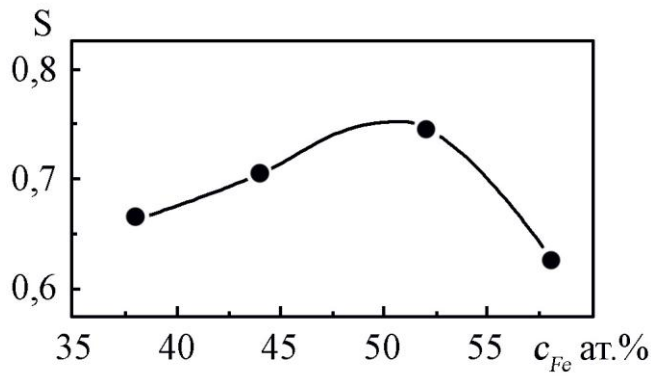


Рис. 1.5. Залежність ступеню упорядкування від концентрації Fe для зразків FePd, отриманих при 673 К [32]

Таблиця 1.1

Вплив температури на фазове перетворення ГЦК→ГЦТ-PdFe фази для PdFe(22 нм) [33]

Температура, К	300	470	670		720		770		870	970
Фаза	ГЦК	ГЦК	ГЦК	L ₁₀	ГЦК	L ₁₀	ГЦК	L ₁₀	ГЦК	ГЦК
a ± 0,01 нм	3,77	3,78	3,80	3,86	3,79	3,84	3,85	3,83	3,79	3,79
c ± 0,05 нм	3,85	3,81	3,76	3,72	3,76	3,71	3,78	3,75	3,79	3,80
Розмір зерен ± 5 нм	6,0	6,5	5,3	9,0	11,8	11,0	14,8	9,0	7,2 - 21,8	8,6 - 23,9
Упорядкування	0	0	0,50±0,04		0,36±0,02		0,36±,02		0	0
Вміст L ₁₀ фази, %	0	0	47		68		51		0	0

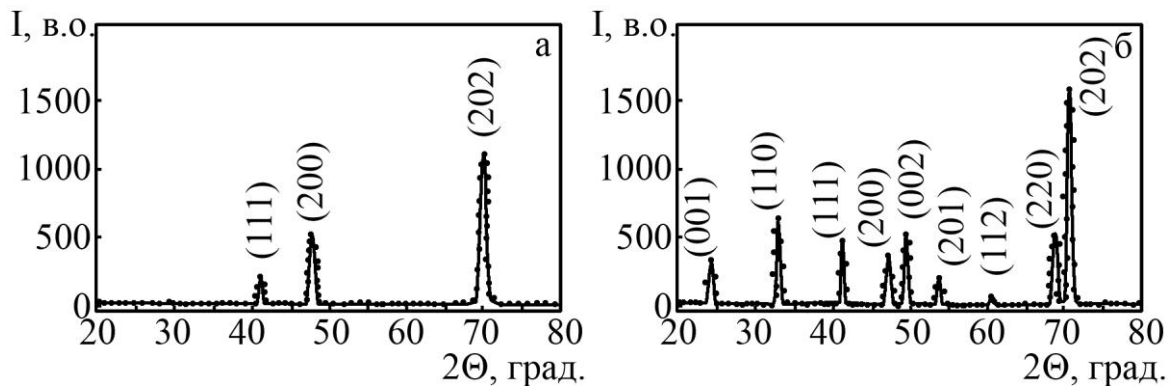


Рис. 1.6. Рентгенограма від Fe₅₀Pd₅₀ із ГЦК-FePd (а) та L₁₀ (б) фазами [45]

Авторами [11, 17] сформульована загальна концепція процесів упорядкування в термостабільних бінарних та квазібінарних нанокристалічних сплавах. Показано, що бінарні сплави заміщення характеризуються рядом фізико-механічних властивостей, які суттєво залежать від концентрації атомів окремих компонент та режимів термічної обробки. Авторами встановлено, що такі особливості обумовлені наявністю в системах широкого набору рівноважних та метастабільних інтерметалічних кристалічних фаз. Установлено, що в сплавах на початкових етапах формування упорядкованих кристалічних структур часто може виникати невідповідність між типами близького атомного порядку і рівноважного далекого. Дослідження процесів близького упорядкування у сплавах проведено через оцінювання параметрів координаційних сфер. Встановлено, що розміри атомів компонентів розчину відрізняються один від одного, а різним просторовим розподілам атомів у неупорядкованому твердому розчині відповідають різні статичні зміщення атомів з вузлів геометрично ідеальної решітки. Для мікроскопічного опису перерозподілу атомів в інтерметалідах важливу роль відіграють характеристики структурних підрешіток, заселеність їх вузлів та ймовірність знаходження вакансій на різних підрешітках. В упорядкованих фазах при стехіометричному складі та $T \neq 0$ існує певна кількість точкових дефектів, що приводить до порушення ступеню далекого упорядкування.

Ступінь упорядкування системи можна визначити декількома методами. Перший ґрунтується на вимірюванні відношення інтегральної інтенсивності основних піків надрешітки (001) і (002) за даними рентгенографії (I_{001}/I_{002}) [32, 42 – 44]. При відсутності упорядкування пік (001) і розщеплення піка (200) на рентгенограмах не спостерігаються (рис. 1.6). Авторами роботи [45], ступінь упорядкування визначається на основі температурної залежності питомого опору: при $S = 1$ приймається значення питомого опору зразка при 300 К, що був відпалений до 700 – 800 К, а за $S = 0$ при 85% від величини питомого опору свіжосконденсованих плівок. У роботі [46], параметр S визначається

$$S^2 = \frac{1 - (c/a)}{1 - (c/a)_{\alpha}}, \quad (1.1)$$

де c і a – параметри кристалічної решітки;

$(c/a)_{\text{yn}}$ – параметри упорядкованого зразка.

Згідно літературних даних [47 – 51] у системі Pd/Fe, на відміну від Fe/Cu [52], в процесі осадження формується неупорядкована ГЦК-PdFe фаза. При наявності залишкових газів на поверхні зразків може формуватися шар оксиду, ефективна товщина та розміри якого будуть залежати від механізму дифузії: поверхневої або об'ємної [53]. Авторами роботи [54] спостерігались дві метастабільні феромагнітні ГЦК-фази Fe в мультишарах Pd/Fe з різними магнітними моментами ($\mu_1 \cong 2,35\mu_B$, а μ_2 зменшується від $3,38\mu_B$ до $2,40\mu_B$), більшими від μ атомів Fe в ОЦК фазі. Товщина шару заліза в досліджуваних мультишарах складала $d_{Fe} < 4,3$ нм, параметри решітки мали величини $a_1 = 0,388 \pm 0,005$ нм і $a_2 = 0,360 \pm 0,005$ нм.

Упорядкований сплав можна отримати різними методами (одночасним випаруванням, пошаровою конденсацією, стопленням матеріалів та ін.), але основним важливим фактором залишається температура відпалювання. У роботі [55] детально описаний один із методів отримання сплаву з упорядкованою фазою $L1_0$, при якому досліджувані зразки були отримані шляхом зтоншування фольг Pd і Fe товщиною 0,4 – 0,5 мм до нанометрових товщин (42 – 76 нм) та наступним відпалюванням при температурі 873 К протягом двох годин у магнітному полі 19 Тл.

Авторами роботи [2] в мультишарах Pd/Fe, отриманих методом електрохімічного осадження, для свіжосконденсованих зразків була зафіксована неупорядкована ГЦК-PdFe фаза (на рентгенограмі пік (111)). Встановлено, що при термо-відпалюванні таких зразків, починаючи з 773 К, відбувається формування упорядкованої фази. При збільшенні температури від 673 до 873 К спостерігається збільшення розміру кристалітів від 100 до 500 нм. Автори вказують також на той факт, що в процесі відпалювання виникають додаткові напруження і структурні дефекти та відбувається викривлення кристалічної решітки матеріалу.

В циклі наукових робіт, присвячених дослідженню наночастинок FePd, нанодротів та нанотрубок [56 – 59], вказується також на формування в

системах двох фаз – $L1_0$ та $L1_2$. Так авторами [31] було проведено дослідження температурної залежності H_C та спостерігалася зміна фазового складу в процесі термовідпалювання. При цьому максимальне значення $H_C = 134$ кА/м отримане при $T = 823$ К, після чого спостерігалось зменшення величини коерцитивної сили, що пояснюється фазовим переходом: фаза $L1_0 \rightarrow$ фаза $L1_2$. Критичний розмір для наночастинок, при якому дальній порядок порушується, складає 5 нм [57].

1.2 Теоретичні моделі розмірних ефектів в термо- і гальваномагнітних властивостях плівкових матеріалів

Для з'ясування можливості прогнозування та моделювання властивостей тонкоплівкових матеріалів отримані експериментальні результати порівнюються із розрахунковими даними згідно певних теоретичних моделей, що враховують особливості фазоутворення, кристалічної структури, розмірних ефектів (РЕ), геометрію вимірювання та дію зовнішніх полів (магнітне поле, деформація). Нижче наводяться теоретичні основи моделей ТКО і МО для тонкоплівкових систем.

1.2.1 Термічний коефіцієнт опору одно- і двошарових плівок

При переході від масивних до тонкоплівкових зразків може змінюватися їх фазовий склад та електрофізичні властивості, що обумовлено виникненням різного роду розмірних ефектів. В таких системах велику роль відіграють процеси поверхневого, зерномежового та інтерфейсного розсіювання. Фукс запропонував теоретичну модель для питомого опору монокристалічних пластин, яку можна застосовувати для крупнозернистих полікристалічних зразків [60], але її апробація давала велику розбіжність із експериментальними даними. Маядас і Шатцкес у своїй моделі [61], ввели зерномежову функцію $f(\alpha)$, що пов'язана із внутрішніми РЕ. Група французьких вчених Тельє, Тоссе і Пішар (ТТП) запропонували моделі ефективної середньої довжини вільного пробігу (СДВП),

лінеаризовану, ізотропного розсіювання та тривимірну модель PE [61].

При апробації теоретичних моделей для ТКО найбільш ефективною виявилася модель ізотропного розсіювання електронів [62 – 63], яка більш правильно враховувала вплив розсіювання носіїв заряду як на зовнішніх поверхнях, так і межах зерен плівкового зразка. Визначення параметрів електроперенесення в зразках, проводилися на основі експериментальних даних про ТКО, значення якого вимірюються більш точно, ніж питомого опору. У випадку дрібнодисперсної структури лінеаризована модель не знаходить свого застосування через умову $L > d$, крім того вона не ефективно враховує поверхневе розсіювання електронів.

У багат шарових плівкових системах, порівняно із одношаровими плівками, з'являється додатковий механізм розсіювання носіїв заряду – межі поділу окремих шарів [64 – 66] або магнітні інтерфейси [67]. Оскільки в системах на основі Pd і Fe процеси упорядкування відбуваються в процесі конденсації і термічної обробки зразків, то величину ТКО можна розрахувати на основі моделі для плівкового сплаву [66]:

$$\beta \cong \frac{\beta_1}{1 + \frac{\tilde{n}_2 \rho_2}{\tilde{n}_1 \rho_1}} + \frac{\beta_2}{1 + \frac{\tilde{n}_1 \rho_1}{\tilde{n}_2 \rho_2}}, \quad (1.2)$$

де $\beta_{1,2}$ та $\rho_{1,2}$ – ТКО та питомий опір одношарових плівок з товщиною $d_{1,2}$; $c_{1,2}$ – концентрація атомів окремих компонент.

1.2.2 Розмірний ефект у магнітоопорі

Під дією зовнішнього магнітного поля траєкторія електронів провідності змінюється внаслідок дії сили Лоренца. У випадку тонкоплівкових матеріалів відбувається зміна СДВП (λ_0) і коефіцієнтів дзеркальності (p), відбиття (R), проходження межі зерна (r) та інтерфейсу (Q). Як наслідок, на величину МО впливають поверхневе та зерномежове розсіювання електронів, поведінка яких відрізняється від електронів за відсутності зовнішнього магнітного поля. Узагальнення теоретичних досліджень цієї проблеми здійснено Тельє і Тоссе у

монографії [68]. У рамках такого підходу, вони спочатку розглянули розв'язок рівняння Больцмана для випадків поперечної чи поздовжньої орієнтації магнітного поля відносно напрямку протікання електричного струму із урахуванням лише поверхневого розсіювання електронів (по своїй суті це модель Фукса-Зондгеймера для монокристалічних плівок). Після цього був розглянутий магніторезистивний ефект у полікристалічних плівках із урахуванням не тільки поверхневого, але і зерномежового розсіювання електронів (по суті це модель Маядаса і Шатцкеса, але адаптована на випадок дії зовнішнього магнітного поля).

У випадку дії зовнішнього магнітного поля рівняння Больцмана у найбільш загальному випадку має такий вигляд:

$$\frac{\partial F(\mathbf{k})}{\partial t} = \frac{e}{\hbar} [\mathbf{v}\mathbf{B}] \frac{\partial F(\mathbf{k})}{\partial \mathbf{k}}, \quad (1.3)$$

де \mathbf{k} – хвильовий вектор;

\mathbf{v} – швидкість електрона;

\mathbf{B} – індукція магнітного поля.

Функція розподілу електронів може бути записана у вигляді $F(\mathbf{k}, \mathbf{r}) = F^0(\mathbf{k}) + F(\mathbf{k}, \mathbf{r})$, де $F^0(\mathbf{k})$ – рівноважна функція розподілу, яка задовольняє умові $\partial F^0(\mathbf{k})/\partial \mathbf{k} = 0$, \mathbf{r} – радіус-вектор. Із урахуванням цього, співвідношення (1.3) перетворюється до виду:

$$e\mathbf{v}\mathbf{E} \frac{\partial F^0(\mathbf{k})}{\partial \varepsilon} = \frac{F^1(\mathbf{k})}{\tau} - \frac{e}{\hbar} [\mathbf{v}\mathbf{B}] \frac{\partial F^1(\mathbf{k})}{\partial \mathbf{k}}, \quad (1.4)$$

де ε – енергія електрона;

τ – час релаксації.

У випадку поперечного ($\mathbf{B} \perp \mathbf{j}$, але \mathbf{B} лежить у площині плівки, \mathbf{j} – вектор густини струму) магнітного поля, коли $\mathbf{B} = \mathbf{B}(0, 0, B)$, $\mathbf{E} = \mathbf{E}(E_x, E_y, 0)$ і локалізації зовнішніх поверхонь плівкового зразка при $z = 0$ і d (d – товщина),

із рівності (1.4) після ряду математичних перетворень отримуємо співвідношення питомої провідності у загальному вигляді:

$$\sigma = \frac{e\lambda_0}{m\nu^2} \frac{[E_x(1 + |\cos\theta| \cdot \mu^{-1}) - E_y] - j[E_y(1 + |\cos\theta| \cdot \mu^{-1}) + \xi E_x]}{(1 + |\cos\theta| \cdot \mu^{-1})^2 + \xi^2}, \quad (1.5)$$

де $\nu_z = \nu \cos\theta$;

$$\mu = k \left(\ln \frac{1}{p} \right)^{-1}; \text{ де } k = \frac{d}{\lambda_0} - \text{зведена товщина};$$

$$\xi = \lambda_0 \cdot r_L^{-1}; \text{ де } r_L = \frac{m\nu}{eB} - \text{радіус ларморівської орбіти}.$$

У більшості випадків суттєві зміни МО в плівкових системах відбуваються при прикладенні поздовжнього магнітного поля, саме такий випадок ($\mathbf{B} \parallel \mathbf{j}$) був проаналізований Кенігсбергом [69] і Као [70]. Врахувавши наближення моделі ефективної СДВП [68], співвідношення (1.5) із урахуванням поверхневого розсіювання матиме такий вигляд:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{3r_L}{\pi d} \int_0^{\pi/2} d\theta \sin^2 \theta \cos^2 \theta A(\theta), \quad (1.6)$$

де $\sigma_0 = ne^2 \lambda_0 / m\nu$ – питома провідність масивних зразків, яка не залежить від індукції магнітного поля;

$$A(\theta) = \int_0^{\pi/2} d\Phi \int_{(\psi)} d\psi \sin(\Phi - \psi) \exp \left[-\frac{\psi}{\xi} \left(1 + \frac{\alpha}{\cos\theta} \right) \right] - \text{відома функція [68];}$$

$\alpha = (\lambda_0/L) \cdot (R/(1-R))$ – параметр зерномежового розсіювання електронів [71].

При виконанні умови $d > 2r_L$ рівняння (1.6) набуває такого виду:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{3}{16k} \left[2 - \frac{k_r^2}{4k^2 + k_r^2} \left(1 + e^{-2\pi k/k_r} \right) \right], \quad (1.7)$$

де $k_r = d/r_L$.

У випадку поздовжнього МО із урахуванням зерномежового розсіювання,

співвідношення для питомої провідності буде мати подібний до (1.7) вигляд:

$$\sigma = \sigma_g - \frac{3r_L \sigma_0}{\pi d} \int_0^{\pi/2} \frac{\sin^2 \theta \cos^2 \theta}{1 + 2/\cos \theta} A(\theta) d(\theta). \quad (1.8)$$

Після інтегрування співвідношення (1.8) набуває вигляду:

$$\frac{\sigma}{\sigma_g} = 1 - \frac{3}{16k} f(\alpha) \left\{ 2 - \frac{k_r^2 \cdot [f(\alpha)]^2 \cdot \left\{ 1 + \exp \left[-2\pi k \cdot [k_r \cdot f(\alpha)]^{-1} \right] \right\}}{[k_r \cdot f(\alpha)]^2 + 4k^2} \right\}, \quad (1.9)$$

де $f(\alpha) = 1 - \frac{3}{2}\alpha + 3\alpha^2 - 3\alpha^3 \ln \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right)$ – функція зерномежового розсіювання;

$$\sigma_g = \sigma_0 f(\alpha).$$

Оскільки розглянута теоретична модель не була ще апробована, то це і стало задачею наших досліджень.

1.3 Електрофізичні і гальваноманітні властивості плівкових матеріалів

Авторами роботи [72] проведено дослідження температурної залежності питомого опору феромагнітних плівкових сплавів PdFe ($d = 30$ мкм) при зміні концентрації атомів Fe від 1 до 12 ат.% в температурному інтервалі $\Delta T = 4,2 - 300$ К. Отримано, що для плівкових сплавів при концентрації $1 \leq c_{Fe} < 6$ ат.% спостерігається квадратична залежність питомого опору від температури $\rho \sim AT^2$, при $6 \leq c_{Fe} < 12$ ат.% залежність має характер $\rho \sim T^{3/2}$ (рис. 1.7). Авторами отримане співвідношення для температурної і концентраційної залежностей питомого опору плівкового сплаву у вигляді

$$\rho(T, c) = \rho_0(T) + \Delta \rho,$$

де $\rho_0(T)$ – питомий опір чистого Pd при певній температурі; $\Delta \rho$ – зміна питомого опору після введення магнітної компоненти Fe.

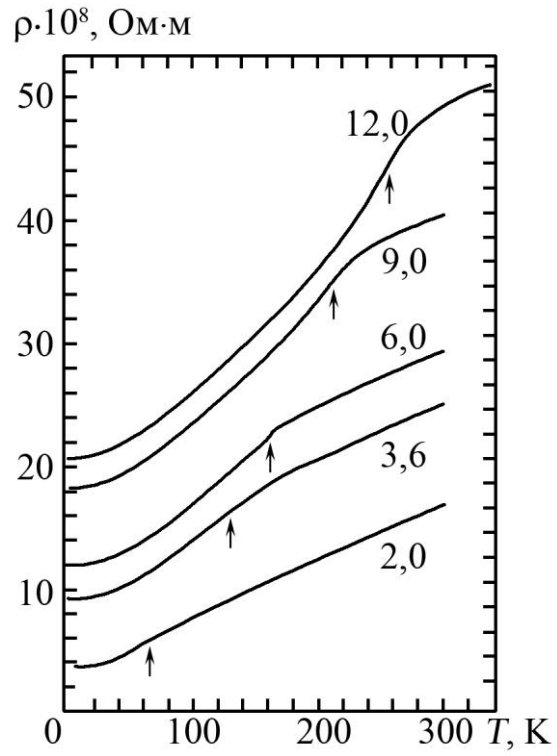


Рис. 1.7. Температурні залежності питомого опору ρ для серії плівкових зразків сплаву PdFe при різних концентраціях атомів Fe: 2; 3,6; 6; 9; 12 ат.%, відповідно. Стрілками вказане значення температури Кюрі. Із роботи [72]

Авторами роботи [73] проводилися дослідження двох типів зразків: у вигляді плівки PdFe товщиною 50 нм, отриманої методом молекулярно-променевої епітаксії, та фольги PdFe товщиною 10 мкм. У процесі ізохорного відпалювання в інтервалі температур $\Delta T = 300 - 900\text{K}$ на першому циклі заліковування дефектів в тонких плівках відбувається при нижчих ($T = 600\text{ K}$) температурах ніж для фольг ($T = 873\text{ K}$).

Авторами робіт [74, 75] встановлена незначна антиферромагнітна взаємодія у тришаровій системі Fe(0,85)/Pd(2,16 – 2,88)/Fe(1,42 нм). Розділяючим шаром в даній системі був вибраний шар Pd – матеріал, для якого характерна висока густина станів на рівні енергії Фермі і який у присутності ферромагнітного шару легко спін-поляризується [76, 77]. В результаті цього в атомах Pd виникає наведений магнітний момент величиною $0,4 \mu_B$ [5 – 6]. Не дивлячись на відносно малу величину магнітного моменту, атоми Pd дають значний внесок у магнітооптичні властивості, який сумірний із внеском атомів ферромагнітних металів. Однак пояснити різні властивості ультратонких плівкових систем (товщина окремих шарів $d < 3\text{ нм}$) лише магнітною активністю атомів Pd досить складно, оскільки певну роль відіграють як класичні так і квантові PE.

Авторами [78] було досліджено вплив ферромагнітного шару на фізичні властивості плівки Pd. У плівковій системі Pd(x)/Fe(0,15 нм)/Pd(20 нм)/П ($x = 0,8 - 5,6\text{ нм}$) була визначена товщина шару Pd, при якій він проявляє ферромагнітні властивості. Внаслідок $3d - 4d$ гібридизації електронних оболонок Pd і Fe утворюється сильна спін-орбітальна взаємодія [48], намагніченість Pd зростає при збільшенні товщини верхнього шару і виходить на насичення при 3 нм. Із збільшенням товщини плівки Pd H_C зменшується і виходить на насичення при $H_C = 1,6\text{ кА/м}$, при цьому температура Кюрі має величину $T_C \cong 200\text{ K}$. Використовуючи теорію Гріна, авторами [79] проведено дослідження магнітної обмінної взаємодії в системі Fe(0,18)/Pd(x)/Fe(0,18 нм), де $x = 0,18 - 2,88\text{ нм}$. Отримана осцилююча залежність магнітного моменту системи від товщини прошарку Pd із кроком 1,03 нм з подальшим її загасанням. Приведені результати узгоджуються із квантовою та Рудермана-Кіттеля-Касуї-

Іосіди теоріями і даними авторів [80].

У роботі [81] наведена осциляційна залежність намагніченості плівкової системи $[\text{Fe}(x)/\text{Pd}(0,3 \text{ нм})]_{100}$ у залежності від товщини шару Fe: при значеннях $x = 0,124$ і $0,193$ нм спостерігаються максимуми намагніченості; при $x = 0,9$; $1,4 - 1,7$ та $2, 3$ нм – мінімуми, які пояснюються квантовими розмірними ефектами в електронній структурі мультишару. У системі $[\text{Fe}(1 \text{ нм})/\text{Pd}(x)]_{10}$ зі збільшенням товщини немагнітного прошарку від $0,5$ до $2,5$ нм через невідповідність параметрів кристалічної решітки Pd і Fe та виникаючих напружень, які приводять до зменшення розмірів кристалітів, зменшуються ефективна намагніченість, анізотропія та коерцитивна сила зразка [47]. В усіх зразках двокомпонентної плівкової системи під дією температури та зміни концентрації відповідно до стехіометричного складу [82] спостерігалася ПМА вздовж осі легкого намагнічування c у фазі $L1_0$ [83, 84]. Необхідно також відмітити роботи [85, 86], авторами яких проведені систематичні дослідження температурної залежності H_C і намагніченості від температури (інтервал $4,2 - 300$ К) для зразків $\text{Fe}_{(65-76)}\text{Pd}_{(35-24)}$ при наявності і відсутності зовнішнього магнітного поля. У першому випадку намагніченість залежить від концентрації атомів Pd і практично не залежить від температури, в той час як у другому випадку спостерігається і температурна залежність.

У роботі [87] показано, що в зразках, отриманих при $T_n = 100$ К, загальною товщиною до 3 моношарів проявляється перпендикулярна орієнтація магнітного моменту, яка трансформується в площинну при більших товщинах та вищих значеннях температури осадження. У роботі [88], вивчена залежність зміни магнітних властивостей у процесі стискання елементарної комірки PdFe: при $V/V_0 \approx 0,83 - 0,85$ (V_0 – початковий об'єм комірки в якій присутня намагніченість, V – комірка, що стискається) намагніченість в зразку повністю зникає як в $L1_2$, так і в неупорядкованій ГЦК фазах. Такі матеріали знаходять своє застосування при виготовленні випромінювачів ультразвуку, фізичні основи створення яких описані в роботі [89]. Автори роботи [90] установили, що в ультратонких плівках Fe (2 моношари) осаджених на Pd(111), при

термовідпалюванні до $T_g \cong 450$ К, спостерігається ПМА, яка виникає завдяки морфологічним змінам і взаємній дифузії атомів після термообробки. При товщині плівок Fe 2,5 – 5,5 моношари ПМА виникає лише при $T_g \cong 600$ К.

На гальваномагнітні властивості багатошарових плівкових матеріалів впливають ряд факторів: умови осадження, кількість шарів у системі, товщина магнітного та немагнітного прошарку, матеріал «покриваючого» шару та ін. У роботі [91] наведені результати дослідження магнітної анізотропії в плівкових зразках FePd загальною товщиною 4 і 20 нм із «покриваючим» верхнім шаром MgO, в яких спостерігається утворення упорядкованої фази $L1_0$ із перпендикулярним упорядкуванням, яке зменшується при збільшенні товщини зразка.

У процесі спікання наночастинок PdFe [13] та змішаних нанопорошків Pd і Fe формується сплав із упорядкованою фазою ГЦТ-PdFe або неупорядкованою ГЦК-PdFe, при надлишку Fe утворюється ОЦК-FePd [92]. Намагніченість таких сплавів зменшується із збільшенням вмісту компоненти Pd. Автори [92] таку поведінку пов'язують зі змінами в кристалічній решітці та особливою поведінкою атомів Pd у магнітному полі. Найбільше значення H_C відмічається для упорядкованої фази FePd і приблизно однакові, але менші значення для сплавів із надлишком Pd та Fe (рис. 1.8).

Одним із підґрунтям розвитку магнітоелектроніки, спінтроніки, інтегральної оптики та інформаційних технологій є створення нових функціональних магнітних матеріалів з покращеними магнітними, електрофізичними та високостабільними фізичними характеристиками. Такі матеріали використовуються для підвищення густини запису інформації (на сьогоднішній день максимальний об'єм пам'яті жорстких дисків складає 600 Гбіт/од.²) та для створення чутливих елементів багатофункціональних сенсорів (температури, магнітного поля, тиску тощо).

Схема розвитку технологій виготовлення магнітних носіїв [93] наведена на рис. 1.9. Основна увага дослідників магнітних властивостей функціональних матеріалів приділяється самоупорядкованим системам (FePd, FePt, CoPd, та ін.), в яких реалізується ПМА [12, 94] і можливе зменшення розмірів елементарної комірки, з точки зору їх застосування як запам'ятовуючих пристроїв [12].

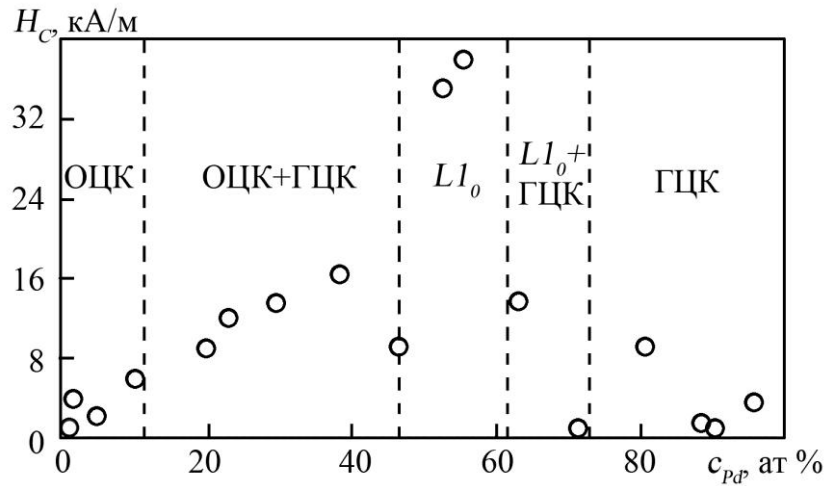


Рис. 1.8. Залежність коерцитивної сили від концентрації атомів Pd [92]

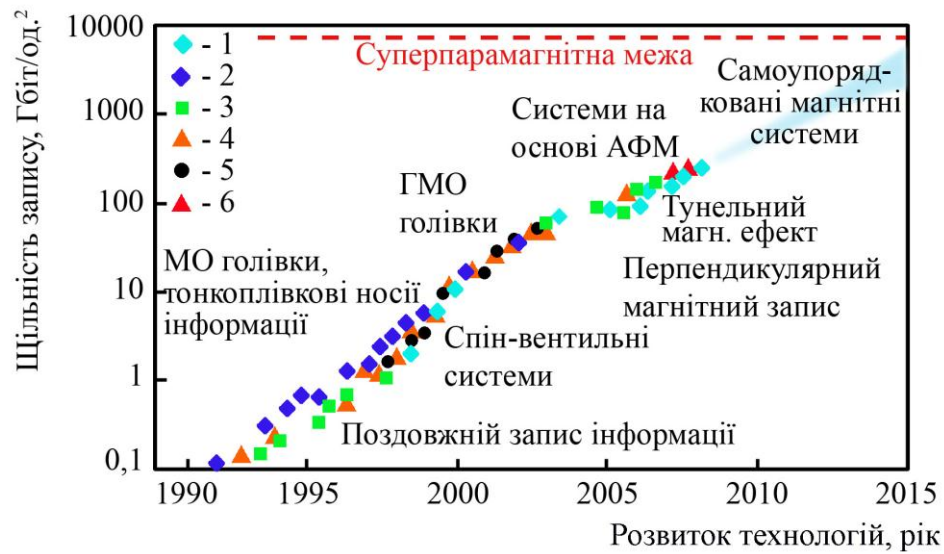


Рис. 1.9. Схема розвитку магнітних носіїв інформації. Світові фірми виробники магнітних носіїв: 1 – Hitachi; 2 – IBM; 3 – Seagate; 4 – Toshiba; 5 – Fujitsu; 6 – Samsung [93 – 95]

При розробці пристроїв на базі таких матеріалів необхідно враховувати, що зменшення товщини окремих шарів мультишару приводить до активних процесів утворення т.р. біля інтерфейсів і можливого часткового переходу α -Fe в немагнітну фазу [61]. Проблему суперпарамагнітної межі – зміни магнітних властивостей під впливом термічного дрейфу та високого значення коерцитивної сили, можна вирішити використовуючи матеріали, які складаються із шарів феромагнетика, розділених тонким немагнітним прошарком [96], зміна товщини якого приводить до осциляційної залежності МО. Вищезазначений ефект спостерігається у системах Fe/Cr і Fe/Cu, де має місце антиферомагнітна взаємодія магнітного та немагнітного шарів, яка проявляється у явищі ГМО [97 – 99].

На характер розмірної і температурної залежностей СХ впливають зонна структура (природа) зразка, механізми розсіювання електронів провідності на магнітних моментах і процеси розсіювання, пов'язані із спин-орбітальною взаємодією. У роботі [100] наводяться дані для СХ (R_H) епітаксіально вирощених плівок ГЦТ-PdFe товщиною 31 нм. Класична стала Холла при $T = 50$ і 270 К складає $(-0,28$ і $-0,16) \cdot 10^{-9}$ м³/Кл, а аномальна $R_S = (0,1$ і $1,4) \cdot 10^{-9}$ м³/Кл, відповідно. Авторами роботи [101] була запропонована теоретична модель для розрахунків СХ на прикладі багатошарових плівкових систем Ta/Cu та Ni/Cu:

$$R_H = (d_1 + d_2) \cdot \left(\frac{R_{H1}\rho_2^2 d_1 + R_{H1}\rho_1^2 d_2}{(\rho_2 d_1 + \rho_1 d_2)^2} \right) \quad (1.10)$$

де d_1 і d_2 , ρ_1 і ρ_2 – товщина та питома провідність для матеріалу 1 і 2-го шарів; R_{H1} і R_{H2} – сталі Холла, які відповідають товщинам d_1 і d_2 , відповідно.

Суцільні плівкові шари системи розглядалися авторами як паралельне з'єднання двох провідників. Зі зменшенням загальної товщини зразка спостерігалось збільшення напруги Холла, що обумовлено дифузним розсіюванням електронів на межах інтерфейсів, розмірними ефектами та узгоджується із теорією Фукса-Намби. У випадку структурної несуцільності плівкових зразків або окремих шарів розрахунки за співвідношенням (1.10) значно ускладнюються.

Аналіз літературних даних вказує на деяку подібність результатів плівкових систем Pd/Fe і Fe/Cr стосовно фазового складу. В таких свіжосконденсованих зразках проходить перемішування компонент і відбувається формування неупорядкованої ГЦК-PdFe фази [102] або т.р. (Fe, Cr) [103]. Виходячи із таких міркувань, магніторезистивні властивості Pd/Fe [67] будемо описувати за аналогією з мультишарами Fe/Cr, де, згідно робіт [104 – 106], відмічається наявність магнітної межі поділу – магнітного інтерфейсу, в зоні якого утворюються моношари атомів Pd і Fe із різною орієнтацією магнітних моментів.

Висновки до розділу 1

1. У магнітних матеріалах на основі Pd і Fe у вигляді масивних чи плівкових зразків утворюється неупорядкована ГЦК-PdFe фаза, яка при збільшенні температури або концентрації атомів Pd переходить в упорядковану ГЦТ-PdFe фазу ($T_{yn} \cong 620 - 723$ К) (при $c_{Pd} \cong 48 - 60$ ат. %); ступінь упорядкування фази $L1_0$ зростає за експоненціальним законом, при збільшенні температури відпалювання від 600 до 1400 К.

2. Аналіз літературних даних вказує на те, що на момент постановки задач даної роботи, у плівкових системах на основі Pd і Fe ґрунтовно вивчені процеси фазоутворення і магнітні властивості (коерцитивна сила, обмінна взаємодія), в той же час відсутні результати досліджень про кореляцію фазового стану із електрофізичними (ТКО, КТ) і гальваноманітними (МО, ГМО і ефект Холла) властивостями.

3. Апробація моделі Тельє і Тоссе для МО одношарових плівок дозволить більш коректно врахувати процеси не тільки поверхневого, але й зерномежового розсіювання електронів.

4. Для розрахунків сталої Холла мультишарів $[Pd/Fe]_n/П$ можна використовувати модель паралельного з'єднання двошарових фрагментів, адаптувавши її на випадок довільної кількості фрагментів із урахуванням утворення в системі магнітних інтерфейсів.

РОЗДІЛ 2

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

Узагальнюючи результати літературного огляду, визначимо мету дисертаційної роботи. Вона полягає у комплексному вивченні електрофізичних (питомий опір, ТКО, КТ) і гальваномагнітних (МО, ефект Холла) властивостей нанорозмірних плівкових матеріалів на основі Pd і Fe; дослідженні особливостей фазових перетворень кристалічної структури систем в процесі термообробки; апробації теоретичних моделей для МО.

При виконанні експериментальної частини були використані наступні методи:

- пошарова вакуумна конденсація плівок Pd і Fe для отримання одно-, багат шарових та мультишарових систем;
- метод кварцового резонатора для точного контролю ефективної товщини плівок в процесі їх осадження;
- просвічуюча електронна мікроскопія, електроннографія та рентгеноструктурний аналіз для вивчення процесів фазоутворення і кристалічної структури плівкових двокомпонентних зразків;
- енергодисперсійний аналіз для визначення хімічного складу і концентрації елементів;
- вакуумна термообробка із вивченням терморезистивних властивостей плівкових систем;
- проведення тензорезистивних досліджень;
- дослідження МО в паралельній, перпендикулярній та поперечній геометріях і магніто-оптичного ефекту Керра;
- вимірювання ефекту Холла;
- метод вторинно-іонної мас-спектроскопії з метою дослідження дифузійних процесів на межах інтерфейсів;
- рентгенівська рефлектометрія для визначення шорсткості поверхні;
- атомно-силова мікроскопія.

Дослідження теоретичної та експериментальної частини включають:

- встановлення впливу температури і концентрації компонент на величину МО і ефекту Холла двошарових плівкових систем і мультишарів;
- отримання розмірної залежності питомого опору, ТКО і КТ для одношарових плівок Pd і двошарових Pd/Fe;
- апробація теоретичної моделі Тельє і Тоссе для МО на основі плівок Pd і Fe із врахуванням поверхневого та зерномежового розсіювання електронів;
- адаптація теоретичної моделі для визначення сталої Холла для двошарової плівки на випадок багатошарового зразка як паралельне з'єднання системи фрагментів Pd/Fe.

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

2.1 Прилади і обладнання для отримання багатошарових плівкових систем на основі Pd і Fe

Одно-, двошарові плівкові системи і мультишари на основі Pd і Fe були отримані шляхом пошарової конденсації методом термічного випарування з використанням наступного вакуумного обладнання: надвисоковакуумної установки на основі турбомолекулярних насосів Leybold Heraeus TMP 150 з вакуумними уловлювачами, що охолоджувалися рідким азотом (тиск залишкової атмосфери 10^{-7} Па) (рис. 2.1) та високовакуумної камери на основі турбомолекулярного насосу Pfeiffer-Balzars TRH-330 (тиск залишкової атмосфери 10^{-5} Па) для проведення і контролю процесу відпалювання зразків (Інститут ядерної фізики ПАН, м. Краків) і стандартної вакуумної установки ВУП-5М. Конденсація зразків проводилась з використанням випарників двох типів: тиглю із Al_2O_3 та молібденових дротин. Товщина плівок контролювалася методом кварцового резонатора на основі вимірювальної системи із трьох кварцових пластин: головної (калібрувальної) та двох допоміжних (вимірювальних).

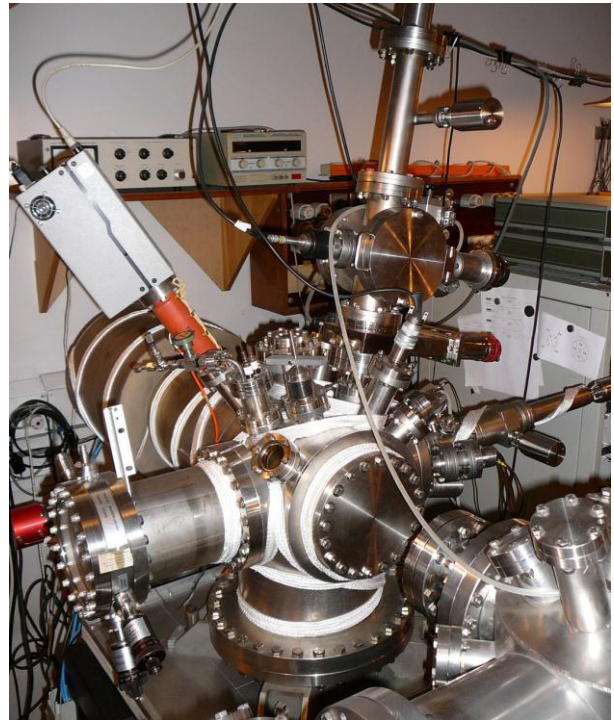
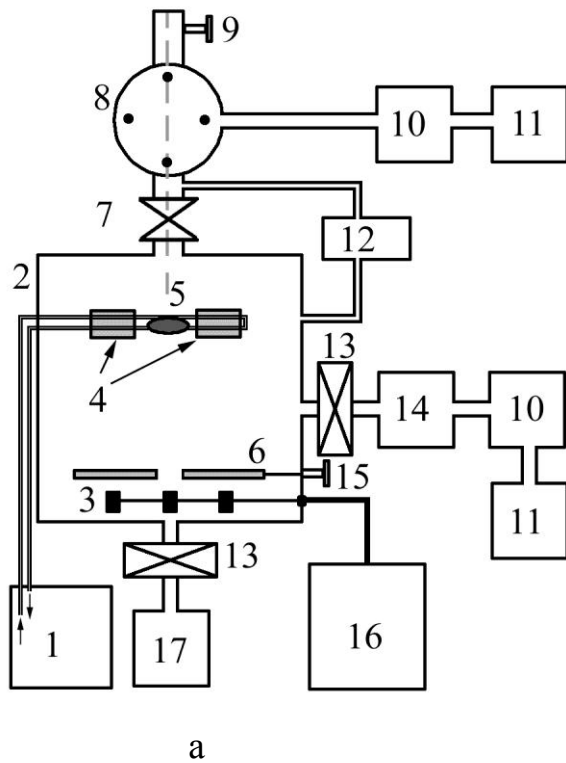


Рис. 2.1. Блок-схема надвисоковакуумної установки (а) та її зовнішній вигляд: 1 – система водяного охолодження; 2 – робочий об’єм; 3 – система випарників (тиглі); 4 – кварцові пластини; 5 – столик із закріпленим зразком; 6 – рухома заслінка; 7 – вентиль; 8 – камера, через яку зразок вводиться до робочого об’єму; 9 – рухомий маніпулятор зі зразком, що може обертатися на 360° ; 10 – турбомолекулярних насос; 11 – форвакуумний насос; 12 – вакуумметр senTorr VA2C; 13 – пневмоклапан; 14 – геттерний насос; 15 – маніпулятор керування заслінкою випарників; 16 – блок живлення; 17 – іонізаційний насос

Для забезпечення термічної стабільності кварцу була застосована система водяного охолодження і кварцові пластини з низьким коефіцієнтом термічного розширення при кімнатних температурах.

Товщина сконденсованої плівки визначалась за співвідношенням:

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

де D_q та D_f – густина кварцу і речовини, яка конденсується, відповідно;

f_q, f – резонансна частота кварцу до і після конденсації металу;

– резонансна частота кварцу після конденсації металу;

$N_a = 1,668 \cdot 10^3$ Гц·м – частотна стала для кварцової пластини.

Для вимірювання товщини необхідно було провести калібрування приладу. Для цього головна кварцова пластина розміщувалася над розжареним випарником в місці осадження матеріалу на підкладку. Допоміжні кварцові пластини розміщувалися на одній лінії, але були рівновіддалені відносно головного кварцу. В автоматизованому режимі фіксувалася частота головної та допоміжних пластин, після чого виконувався обрахунок різниці частоти для певної товщини плівки, та визначалося значення додаткового коефіцієнту для бічних кварцових пластин. Після стабілізації швидкості випарування матеріалу із випарника, на місце головної кварцової пластини встановлювався столик із закріпленою підкладкою, яку можна було обертати на 360^0 . Переміщення рухомих частин здійснювалося за допомогою крокового двигуна, керування яким здійснювалося в комп'ютеризованому режимі. Частота коливань контролювалася частотоміром HP 5328A із роздільною здатністю 1 МГц. Швидкість осадження матеріалу регулювалася зміною величини електричного струму (прилад SM 7020-D) і складала 0,05 нм/с при отриманні мультишарів, та 1 – 1,5 нм/с – для одно- та двошарових плівок. Завдяки такій системі похибка вимірювання товщини складала $\pm 0,1$ нм, перевірка здійснювалася методом рентгенографічної рефлектометрії (прилад – дифрактометр PANalytical X'Pert Powder).

2.2 Дослідження фазового складу і кристалічної структури

2.2.1 Застосування методів електроннографії і просвічуючої електронної мікроскопії

Відомо, що фазовий склад і кристалічна структура плівкових матеріалів залежить від ряду фізичних факторів: температури, деформації, магнітного поля і умов конденсації. З метою одержання інформації про кристалічну решітку (тип і параметри решітки), розміри кристалітів та дефекти кристалічної будови використовувалися методи електронної мікроскопії (прилад ПЕМ-125 К) та електроннографії швидких електронів. Збільшення приладу при цьому складало $(1 - 200) \cdot 10^3$ разів, точність визначення параметру кристалічної решітки $\pm 0,001$ нм.

Методика дослідження фазового складу плівкових зразків і обробки експериментальних даних детально описана в роботах [107 – 108], і складається із двох етапів. На першому визначається стала приладу (C) на основі дифракційної картини від тонкої плівки Al (еталон) товщиною 30 – 40 нм:

$$C = D_{hkl}^0 \cdot d_{hkl}^0,$$

де D_{hkl}^0 і d_{hkl}^0 – діаметри кілець на електроннограмі від еталону та його міжплощинні відстані (довідникові дані).

На другому етапі проводиться вимірювання діаметрів кілець на електроннограмах від досліджуваних зразків, та розраховуються їх міжплощинні відстані (d_{hkl}), а, відповідно, і параметри кристалічної решітки (a_{hkl}). Для кубічної сингонії співвідношення для розрахунку мають вигляд:

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

де h, k, l – індекси Міллера.

Після термовідпалювання в багат шарових плівкових зразках $[\text{PdFe}]_n/\text{П}$ відбуваються фазові перетворення із формуванням упорядкованої фази, що супроводжується переходом кубічної решітки в тетрагональну, параметри якої визначалися за співвідношенням:

$$a_{hk0} = d_{hk0} \sqrt{h^2 + k^2}, \quad \tilde{n}_{00l} = d_{00l} \cdot l.$$

Конденсація металів для електронно-мікроскопічних і електронографічних досліджень проводилась на монокристал (001) NaCl з попередньо нанесеним шаром вуглецю (C).

Розрахунок параметрів тетрагональної решітки здійснювався на основі квадратичної формули [61]

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}.$$

При визначенні параметра c для ГЦТ-PdFe фази використовували лінії $(hk0)$, тобто відбиття від кристалографічних площин для яких $l = 0$.

Зупинимось більш детально на результатах дослідження кристалічно-фазового стану одношарових плівок Pd і Fe як компонент двошарових плівок і мультишарів. Відмітимо, що одношарові плівки були сконденсовані на підкладку зі швидкістю $\omega \cong 1 - 1,5$ нм/с при кімнатній температурі ($T_n = 300$ К). При конденсації одношарових зразків велику увагу слід приділяти зовнішнім умовам їх отримання, а особливо ступеню вакууму, оскільки Pd характеризується великою сорбційною [109], а Fe – великою окислювальною здатністю. Отримано, що свіжосконденсовані зразки (рис. 2.2 а, в) мають дрібнодисперсну кристалічну будову, за рахунок чого відбувається уширення кілець на електронограмах. Результати розшифрування електронограм наведені в табл. 2.1.

Плівкові системи Pd/Fe були отримані методом термічного випарування шляхом пошарової конденсації з використанням надвисоковакуумного і

високовакуумного обладнання (тиск залишкової атмосфери $10^{-7} - 10^{-5}$ Па). Зразки формувались на основі двошарових фрагментів Pd/Fe, які мали різну товщину у багатошарових плівкових системах загального типу та однакову товщину в мультишарах – періодичних плівкових системах. Необхідно вказати, що у зв'язку з високою дифузійною рухливістю атомів, спричиненою конденсаційно-стимульованою дифузією і наперед заданими нами малими товщинами окремих шарів, у зразках в процесі конденсації формується твердий розчин і відбувається розмиття структурних інтерфейсів. Таким чином, використовуючи таку методику, вдається отримувати твердий розчин по всій товщині зразків у вигляді неупорядкованої ГЦК-PdFe і упорядкованої ГЦТ-PdFe структур.

2.2.2 Рентгенографічний метод

Для розширення уявлень про фазові перетворення в плівкових зразках і достовірності отриманих результатів проводилися додаткові дослідження з використанням рентгенівського дифрактометра PANalytical X'Pert Powder (рис. 2.3 а). Основним вузлом дифрактометра виступає гоніометр – прецизійна система, яка включає в себе два плеча: одне – з трубкою, яка випромінює рентгенівське випромінювання, що проходить через систему щілин Солера та маску шириною 5 мм. Для реєстрації сигналу відбите від зразка випромінювання проходить через антирозсіювальну щілину та щілини Солера, після відсіювання додаткового ($K_{Cu\beta}$) випромінювання сигнал потрапляє на детектор (X'Celerator), розташований на другому плечі. Приймальний детектор, принципова схема якого наведена на рис.2.5 б, реєструє інтенсивність відбитих променів у залежності від величини кута Θ . Падаюче монохроматичне рентгенівське випромінювання з довжиною хвилі $\lambda = 0,154$ нм ($K_{Cu\alpha}$), при виконанні умови Вульфа-Брегга $2d \cdot \sin\Theta = k \cdot \lambda$, формує дифракційну картину.

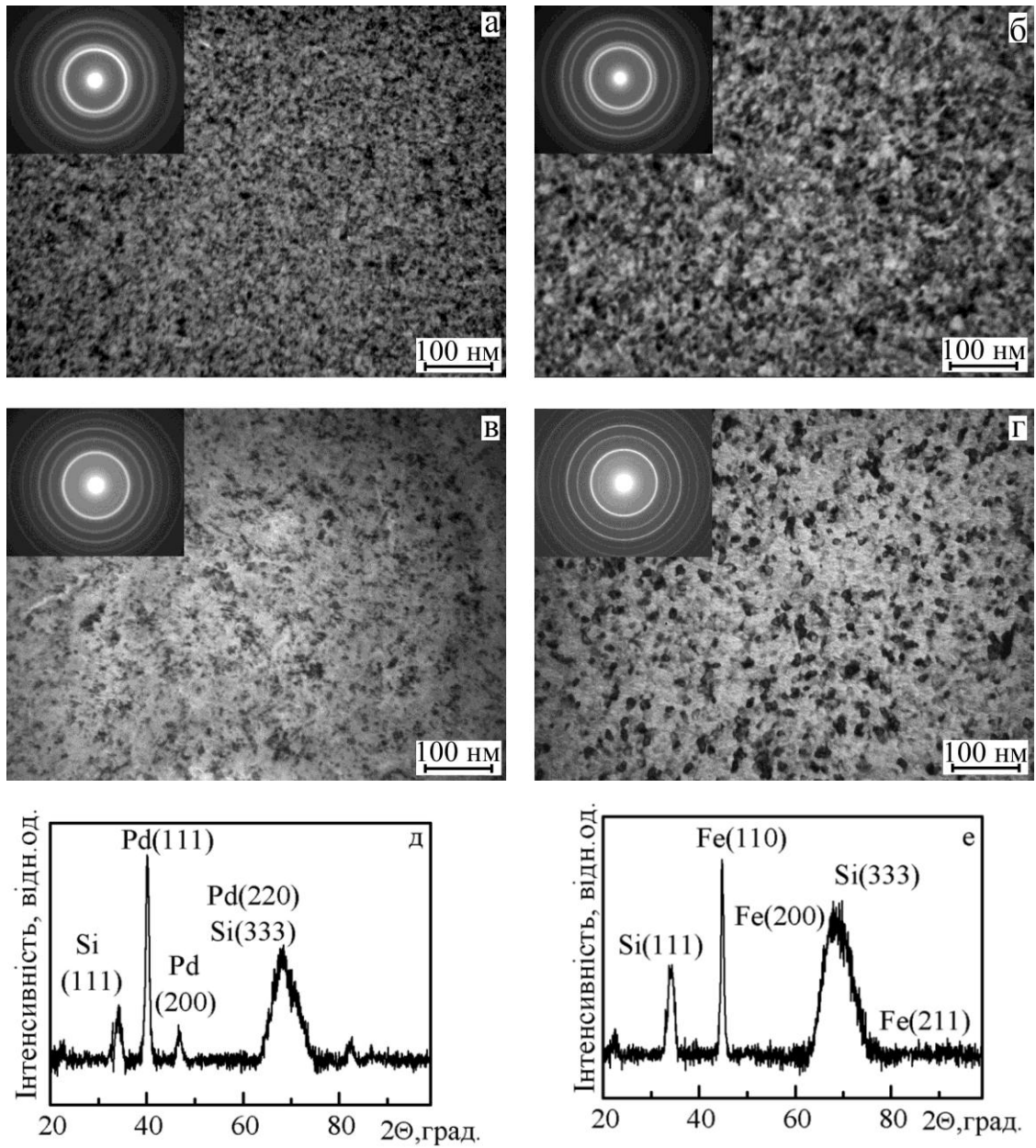


Рис. 2.2. Кристалічна структура і дифракційні картини та рентгенограми від одношарових плівок Pd(20)/П (а, б, д) і Fe(20)/П (в, г, е) при $T = 300$ (а, в, д, е) і 850 К (б, г). В дужках вказана товщина в нм, П – підкладка

Розшифрування електронограм від одношарових плівок Pd і Fe

Плівка	№ п.п	$T_B = 300 \text{ K}$				$T_B = 850 \text{ K}$			
		I, в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	a, нм	I, в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	a, нм
Pd(20)/П	1	Д.С.	0,224	111	0,388	Д.С.	0,224	111	0,388
	2	сер.	0,194	200	0,390	сер.	0,194	200	0,390
	3	сер.	0,137	220	0,388	сер.	0,137	220	0,389
	4	сер.	0,117	311	0,389	сер.	0,117	311	0,390
	5	сл.	0,112	222	0,390	сл.	0,112	222	0,389
	$\bar{a}(\text{Pd}) = 0,389 \text{ нм}$					$\bar{a}(\text{Pd}) = 0,389 \text{ нм}$			
Fe(20)/П	1	Д.С.	0,203	110	0,287	Д.С.	0,202	110	0,286
	2	сер.	0,144	200	0,287	сер.	0,143	200	0,286
	3	сер.	0,117	211	0,287	сер.	0,117	211	0,286
	4	сер.	0,102	220	0,287	сер.	0,101	220	0,287
	5	сер.	0,909	310	0,287	сер.	0,090	310	0,286
	$\bar{a}(\text{Fe}) = 0,287 \pm 0,001 \text{ нм};$					$\bar{a}(\text{Fe}) = 0,286 \text{ нм}$			
$a_0(\text{Pd}) = 0,389 \text{ нм}; a_0(\text{Fe}) = 0,286 \text{ нм} [110]$									
Д. С. – дуже сильна; сер. – середня; сл. – слабка									

На основі рентгенограм можна провести якісний та кількісний (за формулою Дебая-Шеррера) аналіз розміру кристалітів по кожному дифракційному піку:

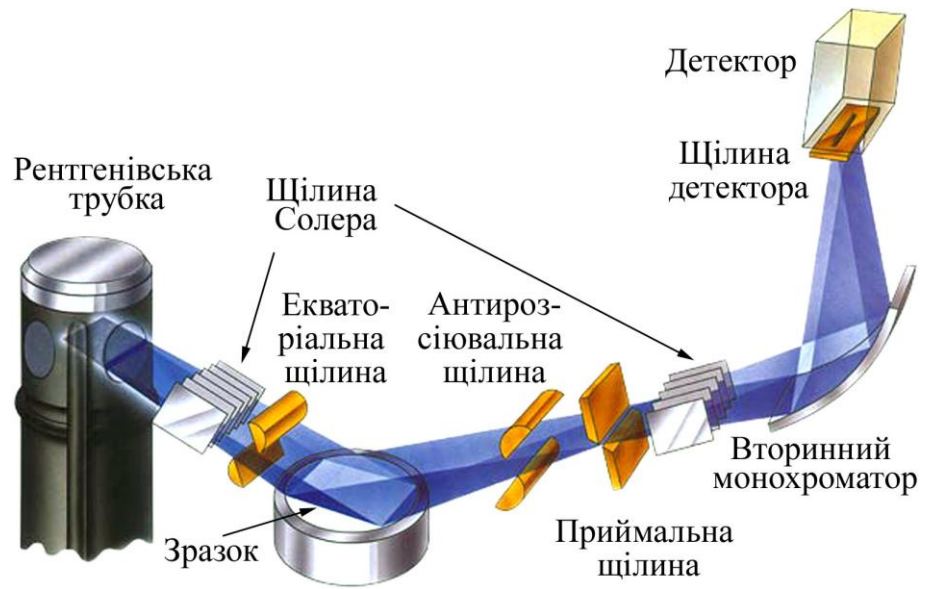
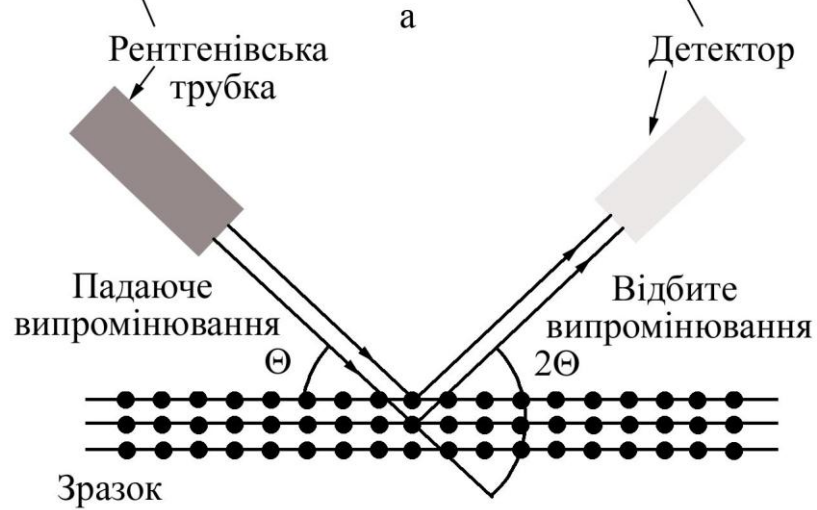
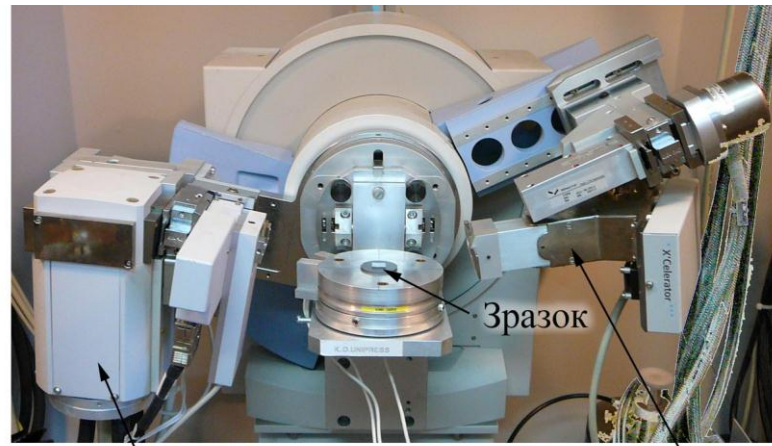
$$L = \frac{0,95 \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \Theta},$$

де λ – довжина хвилі рентгенівського випромінювання;

β – повна ширина піка на напіввисоті інтенсивності піка із урахуванням складової приладу.

Аналіз і розрахунок рентгенограм проводився за допомогою комп'ютерної програми X'Pert HighScore Plus.

Для вивчення фазового складу тонкопліткових зразків, паралельно з методами електронної мікроскопії і електронографії використовувався метод рентгенівського аналізу [107]. На (рис. 2.2 д, е) представлені рентгенограми від одношарових плівок Fe(20) і Pd(20). Рентгенівські промені, проходячи через тонкоплітковий зразок, відбиваються від підкладки і на дифракційній картині спостерігаються піки Si (111) і (333) від кремнієвої основи. Внаслідок того,



б

Рис.2.3. Зовнішній вигляд (а) та хід променів (б) у рентгенівському дифрактометрі PANalytical X'Pert Powder

що плівки осаджувалися на монокристалічну підкладку, вони мали текстуровану структуру і збільшені за розміром кристаліти (у порівнянні із просвічуючої мікроскопією) про що свідчать вузькі піки (111) і (110). Встановлено, що відпалювання одношарових зразків Pd і α -Fe до 850 К не спричиняє суттєвих змін фазового складу (рис. 2.2 б, г).

Для визначення шорсткості підкладки та плівки, інтерфейсу та густини окремого шару використовувався метод малокутової дифракції (рефлектометрія), суть якої полягає у зміні інтенсивності дзеркального відбиття випромінювання та його розсіювання при скануванні зразка при кутах менших за 3° . Рефлекси в малокутовій області обумовлені різною величиною атомних розсіюючих факторів елементів із яких складається багат шарова плівкова система, чим більша така різниця і чіткіша межа поділу шарів тим значення інтенсивності рефлексу буде більшим. Період модуляції структури для певного кута може бути визначений за співвідношенням:

$$\Lambda = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \Theta},$$

де n – порядок відбиття (найчастіше фіксується перший);

Θ – кут рефлексу.

При ідеально гладкій поверхні зразка, хвильовий вектор \mathbf{k} падаючої хвилі та відбитий \mathbf{k}' поширюються під малими кутами до поверхні зразка (рис. 2.4), а глибина проникнення випромінювання в об'єм кристалу має величину 5 – 10 нм. Ефект дзеркального відбиття впливає на величину кута Θ , який співрозмірний за величиною з критичним кутом повного внутрішнього відбиття [111].

На основі кутової залежності коефіцієнта дзеркального відбиття від системи шар-підкладка визначається амплітуда осциляцій, яка пропорційна різниці електронної густини шару і підкладки, а період осциляцій обернено пропорційний товщині шару.

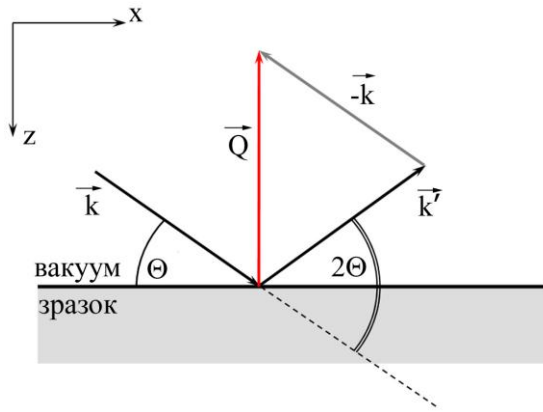


Рис. 2.4. Схема дзеркального відбиття рентгенівських променів при малокутовій дифракції

Розсіювання рентгенівських променів (Q – вектор розсіювання на рис. 2.4) відбувається в напрямі, перпендикулярному площині зразка. Для отримання рефлектометричної залежності, параметри рентгенівського детектора фіксувалися на значеннях $\Delta(2\theta) = 2,4^{\circ}$; $\omega = 1,2^{\circ}$. Зчитування даних відбувалося із кроком від $0,005^{\circ}$ до заданого $3,0 - 5,0^{\circ}$. Обробка експериментальних результатів проводилася за допомогою програмного забезпечення X-Pert Reflectivity.

2.2.3 Дослідження елементного складу і дифузійних процесів у багатошарових плівках

Досліджуючи тонкоплівкові матеріали, для достовірного прогнозування електрофізичних та магнітних властивостей, важливо знати їх хімічний склад та співвідношення концентрацій елементів у випадку багатоелементних зразків. Для розв'язання такої задачі можна використовувати енергодисперсійний спектральний аналіз.

Концентрація елементів в тонкоплівкових зразках нами визначалася за співвідношенням:

$$c_{Fe} = \frac{D_{Fe} d_{Fe} \mu_{Fe}^{-1}}{D_{Fe} d_{Fe} \mu_{Fe}^{-1} + D_{Pd} d_{Pd} \mu_{Pd}^{-1}}, \quad (2.1)$$

де D – густина;

μ – молярна маса елементів;

d – ефективна товщина плівки для кожного плівкового шару, відповідно.

Перевірка точності визначення концентрації окремих компонент плівкових зразків була проведена за допомогою растрового електронного мікроскопу з мікроаналізатором (РЕММА-102). Даний прилад використовується для аналізу елементного складу речовини за довжиною хвилі або енергії квантів характеристичного рентгенівського випромінювання з подальшою обробкою за допомогою спеціального програмного забезпечення. Прискорююча напруга складала 20 кВ, діапазон збільшень – 1000 крат з часом експозиції запису спектру 100 с. На основі спектра визначалися положення піка на енергетичній шкалі, яке відповідало певному елементу (якісний аналіз). За значеннями інтенсивності піків (площа), що пропорційні концентрації атомів, проводився кількісний аналіз елементного складу зразка.

Вивчаючи двокомпонентні плівкові матеріали на основі металів, необхідно мати інформацію про взаємну дифузію цих складових, яка суттєво впливає на властивості зразків та фізичні процеси в них. Дослідження дифузійних процесів у плівкових системах на основі Pd і Fe проводилося методом ВІМС [7, 112], використовуючи прилад МС-7201 М (рис. 2.5), для свіжосконденсованих ($T_n = 300$ К) та відпалених до 900 К зразків. Сфокусований електростатичною лінзою пучок іонів Ag^+ (10кеВ) направлявся на досліджуваний зразок, сконденсований на ситалову підкладку, внаслідок чого відбувалося його витравлювання із постійною швидкістю. Вибиті вторинні іони потрапляли в іонно-електронний перетворювач, внаслідок чого формувався спектр по їх атомним масам, що фіксувався в реальному часі самописцем. Після ідентифікації піків, які можуть відповідати атомарним, молекулярним і кластерним іонам, та їх інтенсивностей, будувалися дифузійні профілі по товщині зразка для іонів кожного матеріалу.

Зафіксовані лінії на мас-спектрі відповідали масовим числам найбільш розповсюджених ізотопів основних компонент зразка. Розшифрування мас-спектрів вторинних іонів проводилася за методикою описаною в роботі [107].

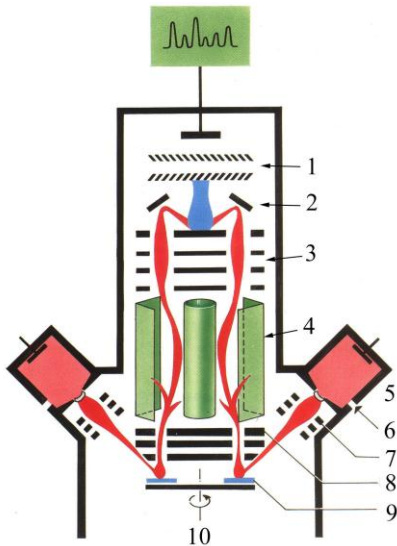


Рис. 2.5. Блок-схема мас-спектрометра МС-7201М: 1 – вторинно-електронний підсилювач; 2 – відбивач (зовнішній електрод); 3 – іонно-електронний перетворювач; 4 – аналізатор; 5 – джерело іонів; 6 – напуск газу; 7 – електростатична лінза; 8 – імерсійний об’єктив; 9 – зразок; 10 – поворотний пристрій предметного столика [112]

Оцінити величину ефективних коефіцієнтів взаємної дифузії (D) можна за співвідношенням [107]:

$$D \cdot \tau_{\text{диф}} \cong \Delta x^2, \quad (2.2)$$

де $\tau_{\text{диф}}$ – час конденсаційно-стимульованої або термодифузії;

$\Delta x \cong \tau_{\text{тр}} \cdot \omega_{\text{тр}}$ – довжина дифузійного пробігу ($\tau_{\text{тр}}$, $\omega_{\text{тр}}$ – час і швидкість травлення плівкового зразка пучком первинних іонів).

Метод ВІМС забезпечує високу чутливість за масами та пряму інформацію про елементний склад зразків. Основним недоліком даного методу є руйнування досліджуваного об’єкта внаслідок його витравлювання.

2.3 Вивчення впливу термообробки і деформації на електричні властивості плівкових зразків

2.3.1 Методика дослідження електрофізичних властивостей

При розробці і формуванні чутливих елементів мікроелектронних приладів і сенсорів необхідно враховувати вплив температурного фактору на значення робочих параметрів і характеристик. Основною фізичною величиною, яка характеризує термічну стабільність плівкових матеріалів є ТКО. Зупинимось на особливостях методики визначення впливу

термообробки на електричні властивості плівкових матеріалів. Відомо, що при термообробці в плівкових системах відбуваються зміни на структурному (розмір кристалітів, шорсткість, заліковування дефектів) рівні, які супроводжуються фазовими перетвореннями.

У нашому випадку дослідження температурної залежності опору проводилося у високому вакуумі $10^{-4} - 10^{-5}$ Па, за двохточковою схемою. Як підкладки використовувалися ситалові та скляні пластини із нанесеними низькоомними контактними майданчиками. Через спеціальну маску осаджувалася плівка із наперед заданими геометричними розмірами. Зразок розміщувався в кварцовій трубці з рівномірно намотаною вольфрамовою спіраллю, з метою уникнення градієнту температури (рис. 2.6). Вимірювання опору здійснювалося через низькоомні притискні контакти мультиметром HP 34410A з точністю 0,001 Ом. Для контролю температури була використана хромель-алюмелева термопара показники, якої фіксувалися мультиметром Escort EDM3150 (точність ± 1 К). Вимірювання терморезистивних залежностей здійснювалося в інтервалі $T = 300 - 900$ К, протягом двох стабілізаційних циклів в автоматизованому режимі за схемою «нагрівання↔охолодження» при постійній швидкості $2 \div 3$ К/хв.

В основі різноманітних сенсорів для контролю ваги, тиску, кутів, переміщення і деформації лежить явище тензоефекту – зміни опору плівкового зразка при зміні його геометричних розмірів. Основною фізичною характеристикою явища тензоефекту виступає коефіцієнт тензочутливості. Як чутливі елементи використовуються ряд матеріалів, серед яких металам, завдяки своїй термостабільності, відводиться важливе місце. З метою підвищення значення КТ, тензодатчики виготовляють із почергово сконденсованих тонких металевих шарів [113 – 114]. Процес деформації одно-, багатошарових плівкових зразків та мультишарів проводився за експериментальною методикою описаною в роботі [115], використовуючи спеціальний деформаційний пристрій (рис. 2.7).

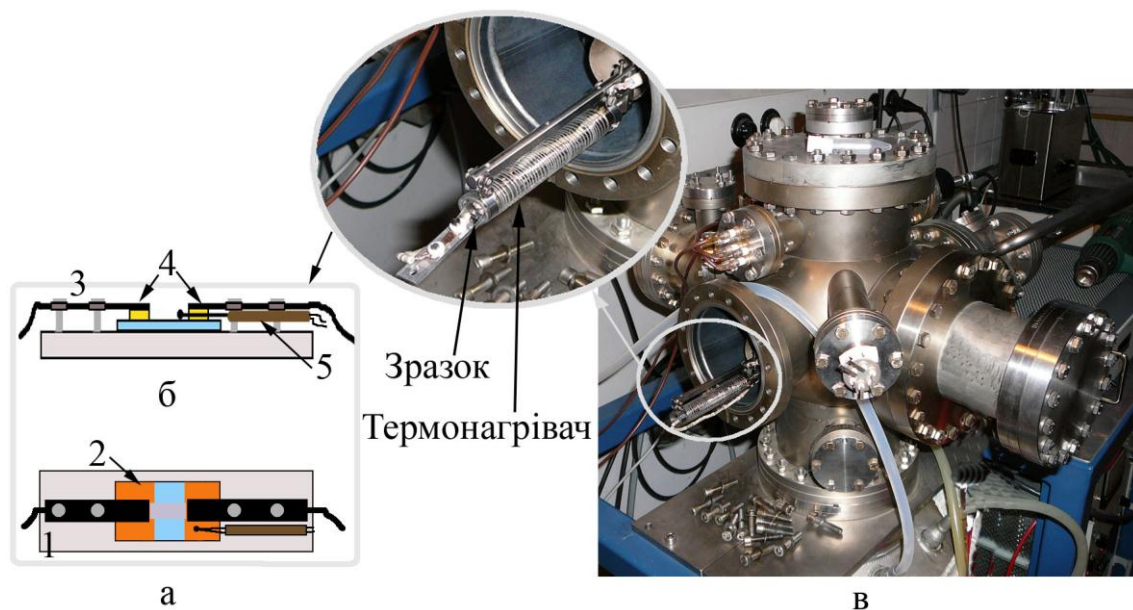


Рис. 2.6. Схематичне зображення (а – вид згори, б – збоку) та зовнішній вигляд установки (в) для відпалювання тонкоплівкових зразків: 1 – підкладка-столик; 2 – зразок; 3 – гвинти для закріплення притискових контактів 4; 5 – термопара

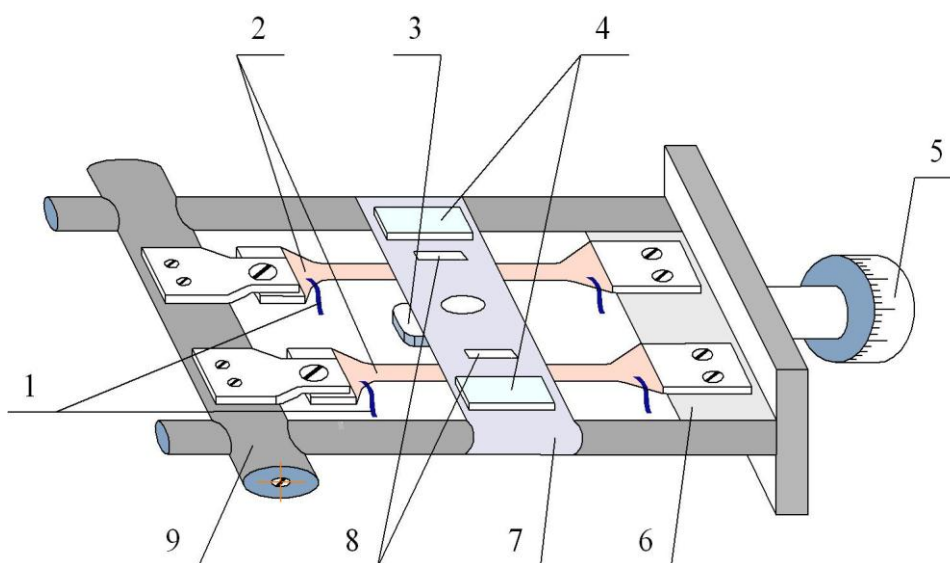


Рис. 2.7. Пристрій для вимірювання тензорезистивних властивостей плівкових зразків: 1 – дроти для пропускання струму; 2 – підкладка; 3 – кварцова пластина; 4 – скляні свідки; 5 – ручка мікрогвинта із поділками; 6 – рухома частина мікрогвинта; 7 – заслінка-тримач із маскою 8; 9 – нерухома частина мікрогвинта до якої кріпиться підкладка

Значення середнього і миттєвого коефіцієнтів тензочутливості розраховувалося за формулами:

$$\gamma_l = \frac{\Delta R / R_n}{\Delta l / l_n} = \frac{\Delta R / R_n}{\varepsilon_l}, \quad \gamma_{IM} = \frac{\Delta R_i}{R_i \cdot \varepsilon_i},$$

де R_n , l_n – початковий опір і довжина зразка;

ε_l – поздовжня деформація;

ΔR , Δl – відносна зміна опору і довжини;

i – номер інтервалу деформації.

Дослідження проводилися за схемою «навантаження↔зняття навантаження» в межах пружної і пластичної деформацій. За один цикл здійснювалася деформація одразу двох підкладок, що виготовлялися із склотекстоліту та полістиролу, в результаті чого температурний діапазон вимірювання був обмежений. Отримані плівкові зразки деформувалися у високому вакуумі без розгерметизації камери. Кількість циклів дослідження складала 5 – 7, при цьому починаючи із третього деформаційного циклу залежності повторювали одна одну.

Вся схема вимірювання представляла собою автоматизовану систему на базі ВУП-5М. Один кінець підкладки закріплювався до столика, а інший до рухомої частини мікрогвинта. Під час деформації значення опору через модуль дискретного виводу ADAM-4068 передавалися до комп'ютера із програмним забезпеченням виконаного в середовищі LabView, де зберігалися в окремий файл, після чого виконувався обрахунок. Спеціально встановлена веб-камера передавала відеозображення із поділками до програми, яка розпізнавала їх (машинний зір), таким чином здійснювався контроль за ступенем деформації.

2.3.2 Метод атомно-силової мікроскопії

Даний метод дозволяє здійснити дослідження топології поверхні зразків. Принцип дії скануючого атомно-силового мікроскопа полягає у взаємодії між

зондом та зразком (зовнішній вигляд представлений на рис. 2.8). На певній відстані між ними виникають механічні сили, що обумовлені ван-дер-ваальсівською взаємодією між атомами. Як зонд використовується голка із нанорозмірним вістрям (1 – 3 атоми), що закріплена на гнучкій консолі (кантилівер). Внаслідок взаємодії між голкою та поверхнею зразка кантилівер починає вигинатися і, відповідно, змінюється кут відбиття лазерного випромінювання, яке спрямоване на кінчик вістря голки (див. рис. 2.8, вставка). Фотодетектор складається із чотирьох частин, які фіксують положення лазерного променя, внаслідок чого можна отримати інформацію про рельєф поверхні матеріалу. Точне підведення голки здійснюється за допомогою п'єзоелектричного столика.

Для правильного визначення висоти нерівності поверхні необхідно здійснювати калібрування на спеціальних зразках (рис. 2.9). Нами був використаний тестовий зразок TGQ1 з робочим діапазоном $10^{-9} \div 10^{-4}$ м.

2.4 Методика проведення досліджень гальваномагнітних властивостей

2.4.1 Магніторезистивний ефект

Під дією зовнішнього магнітного поля в плівкових матеріалах виникають гальваномагнітні ефекти (ГМЕ), до яких відносяться ефект Холла, МО, ГМО і анізотропний магнітоопір, ефекти Еттінгсгаузена, Нернста та Рігі – Ледюка. Величина ГМЕ залежить від напрямку дії магнітного поля на зразок, причому при взаємноперпендикулярних напрямках розташування \mathbf{j} та \mathbf{B} відбуваються найбільш суттєві зміни властивостей плівки.

Вимірювання магніторезистивних властивостей проводилося при кімнатній температурі в трьох геометріях: перпендикулярній – лінії магнітної індукції перпендикулярні до струму та зразку ($B \perp I, \Pi$), паралельній – магнітне поле паралельне струму і зразку ($B // I, \Pi$) та поперечній – поле перпендикулярно струму та паралельно зразку ($I \perp B // \Pi$), де B – індукція

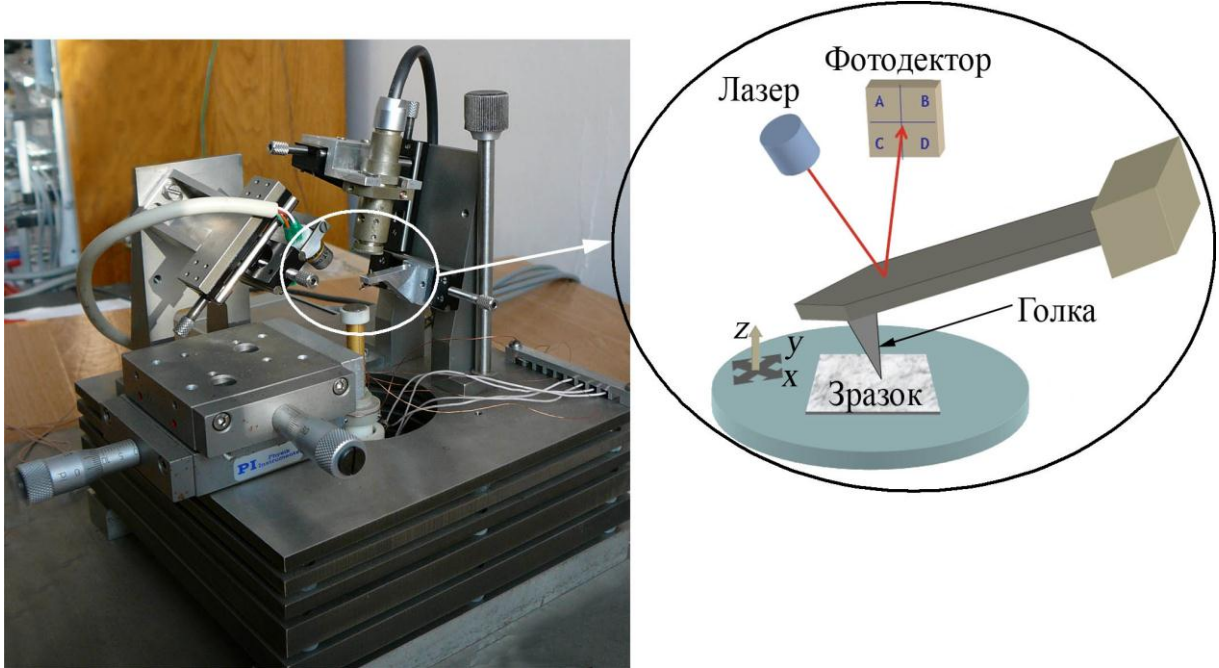


Рис. 2.8. Зовнішній вигляд атомно-силового мікроскопу та принцип формування зображення поверхні (вставка)

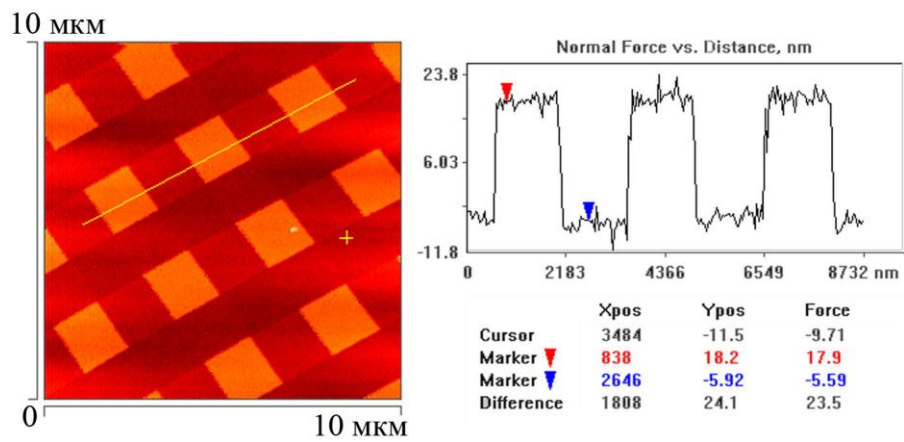


Рис. 2.9. Тестовий зразок для виконання калібрування АСМ

магнітного поля, I – електричний струм і P – підкладка, на яку нанесений зразок. Польові залежності опору були побудовані в автоматизованому режимі за чотириточковою схемою: на зовнішні контакти подавався постійний електричний струм величиною 1 мА, напруга знімалася із внутрішніх контактів вольтметром HP-34401A, похибка вимірювання в діапазоні 0,1 мкВ - 1000 В складала 0,0015 %. Величина індукції магнітного поля між котушками індуктивності контролювалася датчиком Холла магнітометру НТМ-11S і становила величину 1,2 Тл (рис. 2.10).

Як об'єктотримач використовувався столик, виготовлений із немагнітного матеріалу (міді) з високою теплопровідністю для забезпечення термостабільності під час вимірювання, та склотекстолітова пластина із позолоченими контактами, що міцно притискалися до поверхні зразка двома гвинтами (рис. 2.11). Зразок розміщувався між електромагнітами у вакуумній камері, в якій попередній вакуум створювався форнасосом Alcatel SD. Схема підключення виводів для вимірювання МО зображена на рис. 2.11 в. Результати вимірювання досліджуваних величин передавалися по інтерфейсу GPIB-RS-232 з приладів на комп'ютер і оброблялися з використанням програмного забезпечення, що було створене в середовищі LabView. Розрахунок магнітоопору проводився за формулою:

$$\hat{I} \hat{I} = \frac{R_B - R_0}{R_0} = \frac{\Delta R}{R_0}, \quad (2.2)$$

де R_B та R_0 – опір зразка у зовнішньому магнітному полі та при його відсутності.

Магніто-оптичний ефект Керра спостерігається при відбитті світлового променя від намагніченої поверхні, внаслідок чого змінюються інтенсивність і поляризація світла (рис. 2.12 а). МОКЕ використовується для отримання інформації про магнітні властивості зразків: доменну структуру, магнітну анізотропію, величину намагніченості, коерцитивну силу, швидкість переключення, спінову поляризацію магнітних компонент в тонкоплівкових структурах та ін. [116 – 118]. Вимірювання мультишарових зразків

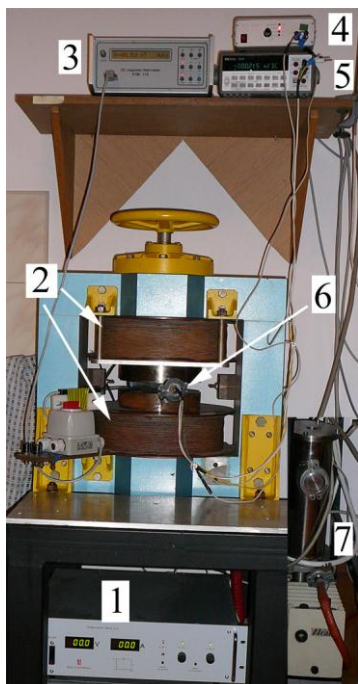


Рис. 2.10. Зовнішній вигляд установки для вимірювання гальваномагнітних властивостей зразків: 1 – блок живлення котушок; 2 – котушки індуктивності; 3 – магнітометр; 4 – джерело постійного струму; 5 – мультиметр; 6 – камера зі зразком і датчиком Холла; 7 – форвакуумний насос

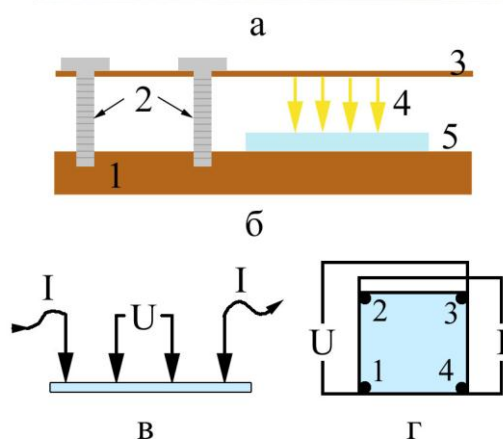
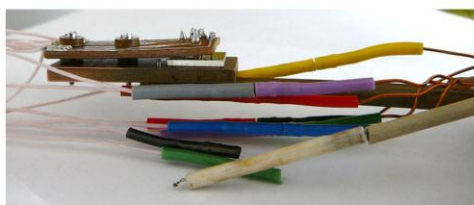


Рис. 2.11. Столик для вимірювання МО та ефекту Холла – зовнішній вигляд (а), схематичне зображення (б) та схема підключення (в, г) відповідно: 1 – мідна пластина, що забезпечує тепловідведення; 2 – притискні гвинти; 3 – гнучка текстолітова пластина; 4 – позолочені контакти; 5 – зразок

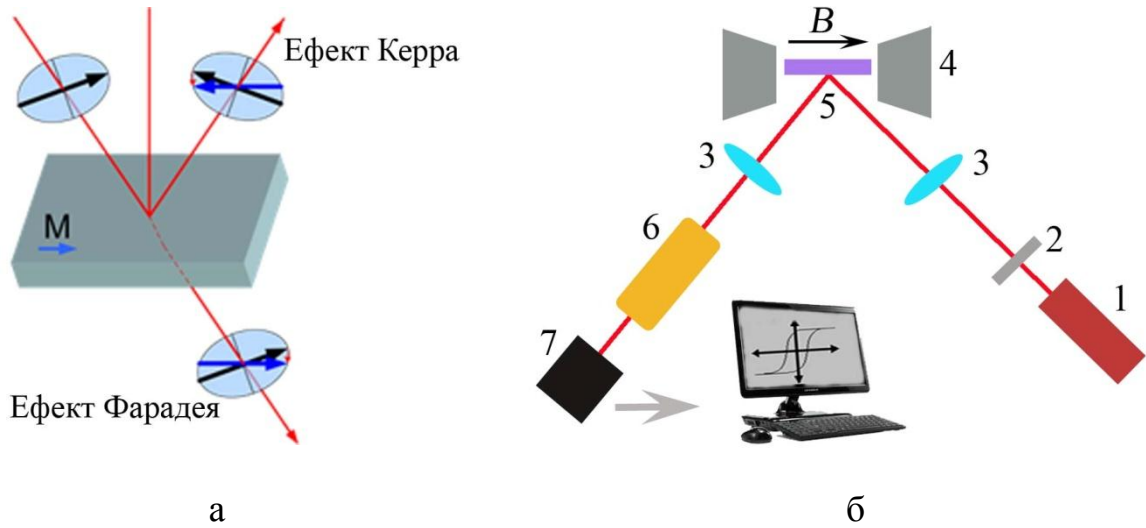


Рис. 2.12. Виникнення ефектів Керра і Фарадея (а) та схематичне зображення установки для вимірювання МОКЕ (б): 1 – лазер; 2 – поляризатор; 3 – фокусуючі лінзи; 4 – електромагніт; 5 – зразок; 6 – модулятор Фарадея; 7 – детектор, який передає сигнал до комп'ютера

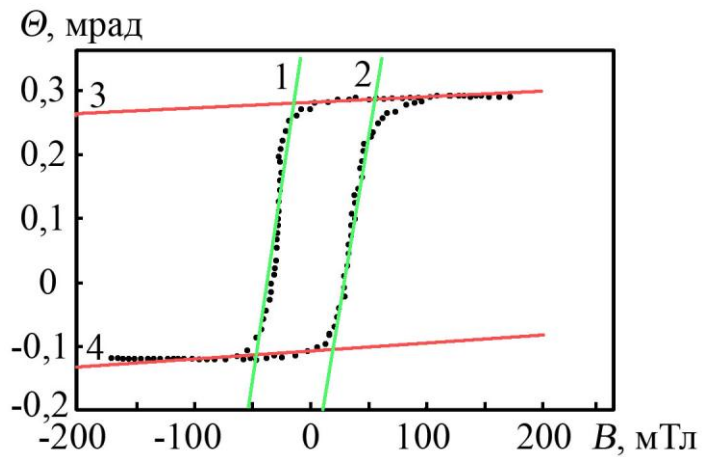


Рис. 2.13. Стандартна петля гістерезису

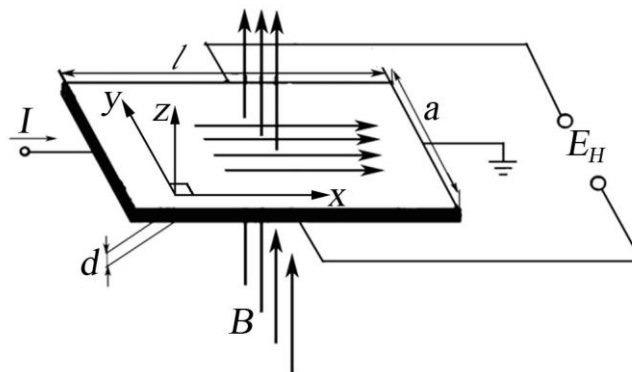


Рис. 2.14. Схематичне зображення виникнення ефекту Холла

проводилося в меридіональній (поздовжній) геометрії, тобто вектор намагніченості знаходився у площині зразка. Установка для вимірювання МОКЕ (рис. 2.12 б) представляє собою систему лінз, через які проходить монохроматичний пучок лазерного (He-Ne) випромінювання з довжиною хвилі 670 нм та діаметром 2 мм. Зразок розміщується між двома котушками індуктивності, через які пропускається струм до 5 А. Максимальна величина магнітного поля складає 150 мТл, яке в автоматизованому режимі фіксується датчиком Холла. Поляризоване випромінювання відбившись від поверхні зразка проходить через фокусуючу лінзу, після чого потрапляє в модулятор Фарадея, що підсилює сигнал, який передається на фотоприймач з високою чутливістю. Вихідний сигнал фіксується мультиметром Keithley 2000, після чого обробляється за допомогою комп'ютерного програмного забезпечення в автоматизованому режимі. Похибка вимірювання магнітного поля складала 0,06 %, кута Керра (Θ) – 0,31 %.

Визначення основних параметрів плівкових зразків проводилися на основі отриманої петлі гістерезису (рис. 2.13). При перетині прямих 1 і 2 із віссю магнітного поля при $\Theta = 0$ отримуємо величину коерцитивної сили. Лінії 3 і 4 визначають значення залишкової намагніченості, в точці де $B = 0$, а на перетині прямих 1 і 4, 2 і 3 знаходиться поле насичення зразку.

2.4.2 Визначення сталої Холла

Дослідження ГМЕ дозволяють отримати інформацію про кінетичні процеси в плівкових матеріалах і фізичні параметри металів такі як концентрація і рухливість носіїв заряду. Серед усіх ГМЕ значну роль відіграє ефект Холла, який полягає у виникненні різниці потенціалів на бічних гранях зразка при дії на нього зовнішнього магнітного поля при пропусканні постійного електричного струму (рис. 2.14) [119].

Вимірювання ефекту Холла проводилося при кімнатній температурі за чотириточковою схемою (див. рис. 2.11 а, г). При вимірюванні ЕРС Холла був врахований внесок додаткових (паразитних) ЕРС, які виникають в схемі внаслідок побічних термо- і гальваноманітних ефектів.

Для визначення величини напруги між контактами 1 і 3 (див. рис. 2.11 г) запишемо співвідношення:

$$U_{13} = U_H + U_N + U_E + U_{RL} + U_{IR},$$

де U_H і U_N – ЕРС Холла і Нернста;

U_E і U_{RL} – термоЕРС, що виникає за рахунок ефектів Етінсгаузена та Рігі-Ледюка;

U_{IR} – різниця потенціалів між контактами 1 і 3.

Знак кожного із доданків залежить від напрямку протікання струму та магнітного поля, для різних комбінацій напрямку струму та поля, різниця потенціалів буде визначатися за наступними співвідношеннями:

$$\begin{aligned} +B, +I: & \quad U_{13}^{++} = U_H + U_N + U_E + U_{RL} + U_{IR}, \\ +B, -I: & \quad U_{13}^{+-} = -U_H + U_N - U_E + U_{RL} - U_{IR}, \\ -B, +I: & \quad U_{13}^{-+} = -U_H - U_N - U_E - U_{RL} + U_{IR}, \\ -B, -I: & \quad U_{13}^{--} = U_H - U_N + U_E - U_{RL} - U_{IR}. \end{aligned} \quad (2.3)$$

Після математичних перетворень, дані співвідношення отримаємо вираз:

$$U_H + U_E = (U_{13}^{++} + U_{13}^{+-} + U_{13}^{-+} + U_{13}^{--}).$$

Оскільки $U_H \gg U_E$, доданком U_E можна знехтувати. Таким чином, із вищезазначених співвідношень (2.3) слідує, що для усунення впливу додаткових негативних факторів і несиметричності розміщення контактів при вимірюванні ефекту Холла необхідно провести чотири вимірювання для різних напрямків пропускання електричного струму і магнітного поля.

Загальний вигляд співвідношення для напруги Холла наведено нижче [120]:

$$U_H = \frac{R_H I}{d} B \cos \alpha + \frac{\mu_0 R_S I}{d} M \cos \theta + \frac{kI}{d} M^2 \sin^2 \theta \sin 2\phi,$$

де R_H, R_S – стала Холла класичної та аномальної складової;

α , θ – кут між прикладеним полем, намагніченістю і нормаллю зразка відповідно;

ϕ – кут між струмом і площинною складовою.

У даному співвідношенні, перший доданок відповідає класичному (звичайному) ефекту Холла, який виникає внаслідок дії сили Лоренца на електрони провідності. Другий – аномальний ефект Холла, пов'язаний із спин-залежним розсіюванням носіїв заряду; третій – планарний або анізотропний МО, намагніченість зразка знаходиться в його площині.

Нами була використана методика ван дер Пау [121], яка дозволяла вимірювати величини питомого опору та R_H для зразків довільної геометричної форми. Для можливості застосування даної методики необхідно щоб виконувалися наступні умови:

- контактні майданчики повинні бути розміщені по краях (периферії) зразка і мати якомога найменші геометричні розміри;
- тонкоплівковий зразок повинен мати однакову товщину по всій підкладці та бути суцільним на всій її поверхні.

При пропусканні через контакти 2, 4; 4, 2; 1, 3; 3, 1 (рис. 2.11 г) постійного електричного струму величиною в 1 мА, між контактами 1, 3; 3, 1; 2, 4; 4, 2 виникала різниця потенціалів U_H , яка використовувалася для визначення СХ:

$$R_H = \frac{U_H \cdot d}{I \cdot B} = \frac{d \cdot ((U_{42}^+ - U_{24}^+) + (U_{24}^- - U_{42}^-) + (U_{31}^+ - U_{13}^+) + (U_{13}^- - U_{31}^-))}{2 \cdot B \cdot I}, \quad (2.4)$$

де U_H – напруга Холла.

Для тонкоплівкових зразків величина напруга Холла обернено пропорційна товщині плівки, що обумовлює високі значення напруги і чутливості $S = (\Delta U_{\text{вих}}/U_0)/(\Delta B/B_0)$ при малих товщинах.

Згідно зазначеної методики питомий опір визначається за співвідношенням:

$$\rho = \frac{\pi \cdot f_A \cdot f_B}{2 \cdot \ln 2} \left(\frac{U_{43}^+ - U_{43}^- + U_{14}^+ - U_{14}^- + U_{21}^+ - U_{21}^- + U_{23}^+ - U_{23}^-}{I_{12}^+ - I_{12}^- + I_{23}^+ - I_{23}^- + I_{34}^+ - I_{34}^- + I_{41}^+ - I_{41}^-} \right),$$

де f_A, f_B – коефіцієнти, що пов'язані із геометричними розмірами.

Висновки до розділу 2

1. У відповідності із задачами досліджень були застосовані наступні методи отримання і дослідження одно- та багат шарових плівок і мультишарів на основі Pd і Fe: пошарова конденсація в технологічному і надвисокому вакуумі; метод кварцового резонатора для вимірювання товщини; метод просвічуючої електронної мікроскопії і електронографії для вивчення кристалічної структури і процесів фазоутворення; рентгеноструктурного аналізу і рефлектометрії; енергодисперсійний спектральний аналіз; метод високоточної резистометрії при дослідженні електрофізичних і гальваномагнітних властивостей.

2. Варіювання швидкості конденсації, температури відпалювання, товщини окремих шарів, кількості фрагментів і загальної концентрації атомів окремих компонент необхідно для отримання комплексу результатів щодо електрофізичних і магніторезистивних властивостей мультишарів на основі Pd і Fe.

3. Встановлення кореляції між фазовим станом і електрофізичними (питомий опір, термічний коефіцієнт опору, коефіцієнт тензочутливості) та гальваномагнітними (магнітоопір, ефект Холла) властивостями в двошарових плівках і мультишарах Pd/Fe може бути можливим за умови використання комплексних методів дослідження.

4. При дослідженні гальваномагнітних властивостей плівкових зразків з метою уникнення додаткових ЕРС, необхідно проводити додаткові вимірювання змінюючи напрям протікання струму між контактами. Використання методу ван дер Пау дозволяє досліджувати зразки довільної геометричної форми.

РОЗДІЛ 3

ПРОЦЕСИ ФАЗОУТВОРЕННЯ І ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДВОШАРОВИХ ПЛІВКОВИХ СИСТЕМ І МУЛЬТИШАРІВ НА ОСНОВІ Pd І Fe

3.1 Фазові переходи у плівках на основі Pd і Fe [122 – 126]

3.1.1 Вплив температури на процеси фазоутворення в двошарових плівках і мультишарах

У залежності від умов одержання та подальшої термообробки, в плівкових зразках на основі Pd і Fe можуть формуватися неупорядкована ГЦК-PdFe або упорядкована ГЦТ-PdFe фази.

Розглянемо результати дослідження процесів фазоутворення в плівкових зразках на основі Pd і Fe після термообробки в інтервалі температур $\Delta T = 300 - 900$ К. Внаслідок процесів конденсаційно-стимульованої дифузії в плівках, отриманих методом термічного випарування, відбувається утворення ГЦК-PdFe фази, яка поступово упорядковується в процесі термовідпалювання. Перехід до двошарових або багатошарових плівок Pd/Fe/П спричиняє зміну фазового складу, що пов'язано із зміною концентрації компонентів та температури відпалювання.

Розглянемо особливості кристалічної структури і фазового складу двошарових плівкових зразків із відносно товстими шарами Pd і Fe на прикладі системи Pd(10)/Fe(30)/П. На основі дифракційних картин (рис. 3.1) було встановлено, що в інтервалі температур від 300 до 600 К індивідуальність окремих шарів плівкового зразка не зберігається (табл. 3.1), і відбувається утворення неупорядкованого ГЦК-PdFe т.р. в якому відбуваються процеси упорядкування, подібні результати отримані авторами [17] для системи NiAl. Необхідно відмітити, що однозначні довідникові табличні дані стосовно параметру решітки ГЦК-PdFe фази відсутні, що пов'язано з його концентраційною залежністю, відомо тільки, що у залежності від ступеню упорядкування параметр решітки змінюється від 0,396 до 0,387 нм. Аналогічні результати електронографічних досліджень в даному інтервалі температур

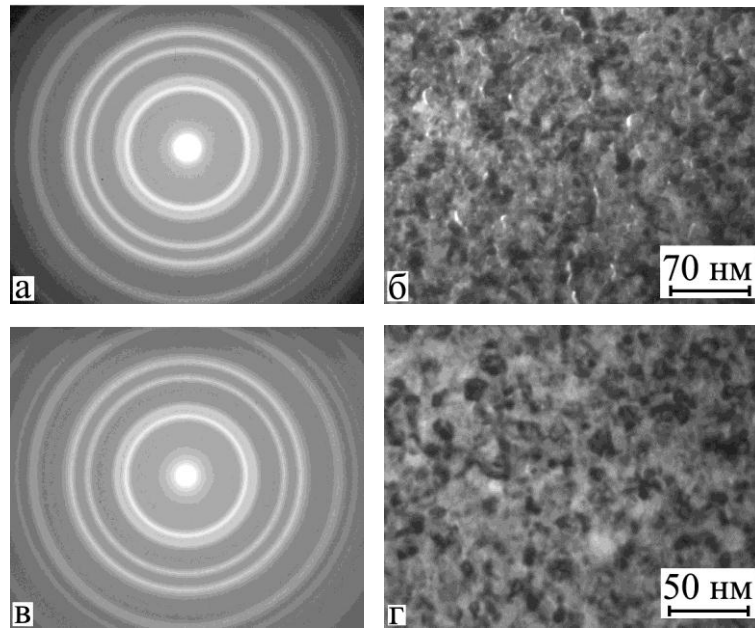


Рис. 3.1 Електронограми та кристалічна структура плівкової системи Pd(10)/Fe(30)/П при $T = 300$ (а, б) і 600 К (в, г)

Таблиця 3.1

Розшифрування електронограм від плівки Pd(10)/Fe(30)/П

$T = 300$ К						$T = 600$ К				
№ п.п	I , в. о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	I , в. о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм
1	С.	0,227	111	ГЦК-PdFe	0,393	С.	0,228	111	ГЦК-PdFe	0,394
2	сер.	0,197	200	-«-	0,394	сер.	0,197	200	-«-	0,394
3	сер.	0,139	220	-«-	0,393	сер.	0,139	220	-«-	0,393
4	сер.	0,118	311	-«-	0,391	сер.	0,119	311	-«-	0,395
5	сл.	0,113	222	-«-	0,391	сл.	0,114	222	-«-	0,395
6	д. сл.	0,098	400	-«-	0,392	д. сл.	0,099	400	-«-	0,396
7	сл.	0,090	331	-«-	0,392	сл.	0,090	331	-«-	0,392
8	сл.	0,088	420	-«-	0,393	сл.	0,088	420	-«-	0,393
9	д. сл.	0,080	422	-«-	0,392	д. сл.	0,080	422	-«-	0,392
\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,392 ± 0,001) нм						\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,394 ± 0,001) нм				
$a_0(\text{Pd})=0,389$ нм; $a_0(\text{Fe})=0,286$ нм										
С. – сильна; сер. – середня; сл. – слабка; д. сл. – дуже слабка										

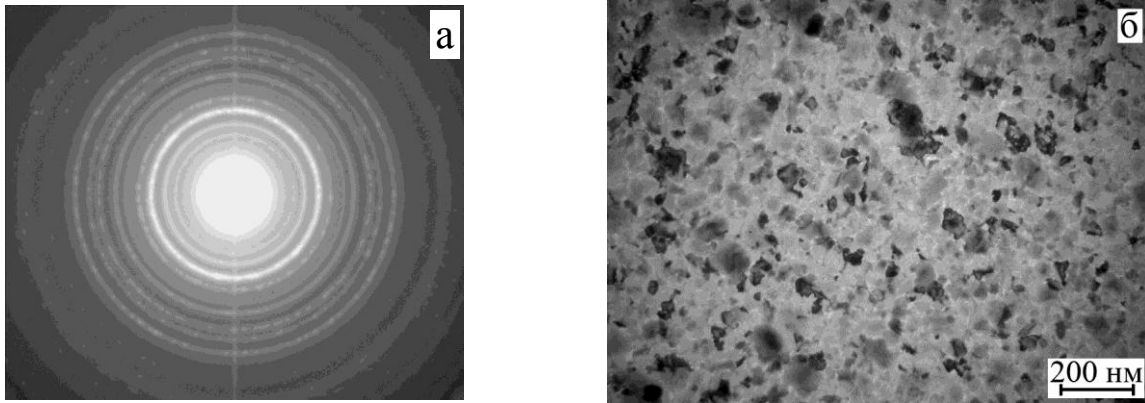


Рис. 3.2. Утворення $L1_0$ фази FePd при відпалюванні двошарової плівки Pd(13)/Fe(10)/П до 850 К

Таблиця 3.2

Розшифрування електронограм від Pd(13)/Fe(10)/П плівок

$T = 300 \text{ K}$						$T = 850 \text{ K}$					
№ п.п	I , в. о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	I , в. о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	c , нм
1	С.	0,224	111	ГЦК-PdFe	0,388	сер.	0,297	220	Fe_3O_4	0,840	
2	сер.	0,194	200	-«-	0,388	сер.	0,275	110	$L1_0$ -FePd	0,389	
3	сл.	0,137	220	-«-	0,387	С.	0,222	111	$L1_0$ -FePd	-	
4	сл.	0,117	311	-«-	0,388	сер.	0,212	400	Fe_3O_4	0,848	
5	сл.	0,112	222	-«-	0,388	сер.	0,193	200	$L1_0$ -FePd	0,386	
6	д. сл.	0,097	400	-«-	0,388	сл.	0,185	002	$L1_0$ -FePd		0,370
7	сл.	0,089	331	-«-	0,388	сер.	0,171	201	$L1_0$ -FePd	-	
8						сер.	0,163	511	Fe_3O_4	0,846	
9						сл.	0,152	112	$L1_0$ -FePd	-	
\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,388 ± 0,005) нм						\bar{a} (FePd) = (0,388 ± 0,003) нм; \bar{c} (FePd) = (0,370 ± 0,002) нм					
$a_0(\text{Pd})=0,389$ нм; $a_0(\text{Fe})=0,286$ нм; $a_0(L1_0\text{-FePd}) = 0,385$ нм; $c_0(L1_0\text{-FePd}) = 0,372$ нм											

отримані і у випадку плівкової системи Pd(13)/Fe(10)/П (рис. 3.2, табл. 3.2). При $T > 600$ К активізуються процеси упорядкування, які при $T = 850$ К проявляються на електронограмах у вигляді упорядкованої ГЦТ-PdFe фази. Упорядкування структури таких зразків є неповним, про що говорить мала інтенсивність ліній (001) і (002). Відмітимо, що у відпалених до 850 К двошарових плівках утворюється невелика кількість оксидів Fe_3O_4 і Fe_2O_3 , що узгоджується із даними робіт [127] та [128], автори яких рентгенівським методом спостерігали фазу Fe_2O_3 .

Дослідження кристалічного і фазового складу мультишарів Pd/Fe вказують на те, що при пошаровій конденсації, як і у випадку двошарових плівок, в них не зберігається індивідуальність шарів при $T = 300$ К. При цьому величина параметру кристалічної решітки неупорядкованої ГЦК-PdFe фази залежить від концентрації заліза в зразку: при концентраціях $c_{Fe} = 50 - 55$ ат.%, $\bar{a} = 0,388$ нм, а при підвищенні c_{Fe} до 69 – 84 ат.%, \bar{a} становить 0,393 нм.

В мультишарах $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/П$ і $[Pd(1,1)/Fe(1,1)]_5/П$ ($c_{Fe} = 50$ і 55 ат.% відповідно) в інтервалі температур 300 – 460 К, спостерігалось формування неупорядкованої ГЦК-PdFe фази, яка частково упорядковується унаслідок процесів, обумовлених конденсаційно-стимульованою дифузією (рис. 3.3, 3.4 а-в). Із підвищенням температури до $T = 780$ К (рис. 3.3 д і рис. 3.4 д) відбувається поступове упорядкування ГЦК-PdFe фази і перехід до ГЦТ-PdFe з параметрами решітки $\bar{c}_{FePd} = 0,368 - 0,369$ нм і $\bar{a}_{FePd} = 0,387 - 0,388$ нм (табл. 3.3, 3.4). На відміну від результатів роботи [31], поряд із упорядкованою фазою $L1_0$ лінії від α -Fe не проявляються.

Рентгенографічні дані підтверджують результати отримані методом електронографії (рис. 3.3 є, ж). При конденсації плівок на підкладку Si(111)/SiO_x отримано високотекстуровані плівки, відповідно рентгенограмах (рис. 3.3) спостерігаються тільки лінії (111), а стрілками показані кути дифракції, які відповідають іншим лініям, але не спостерігаються.

Згідно отриманих значень параметрів кристалічної решітки, наявність

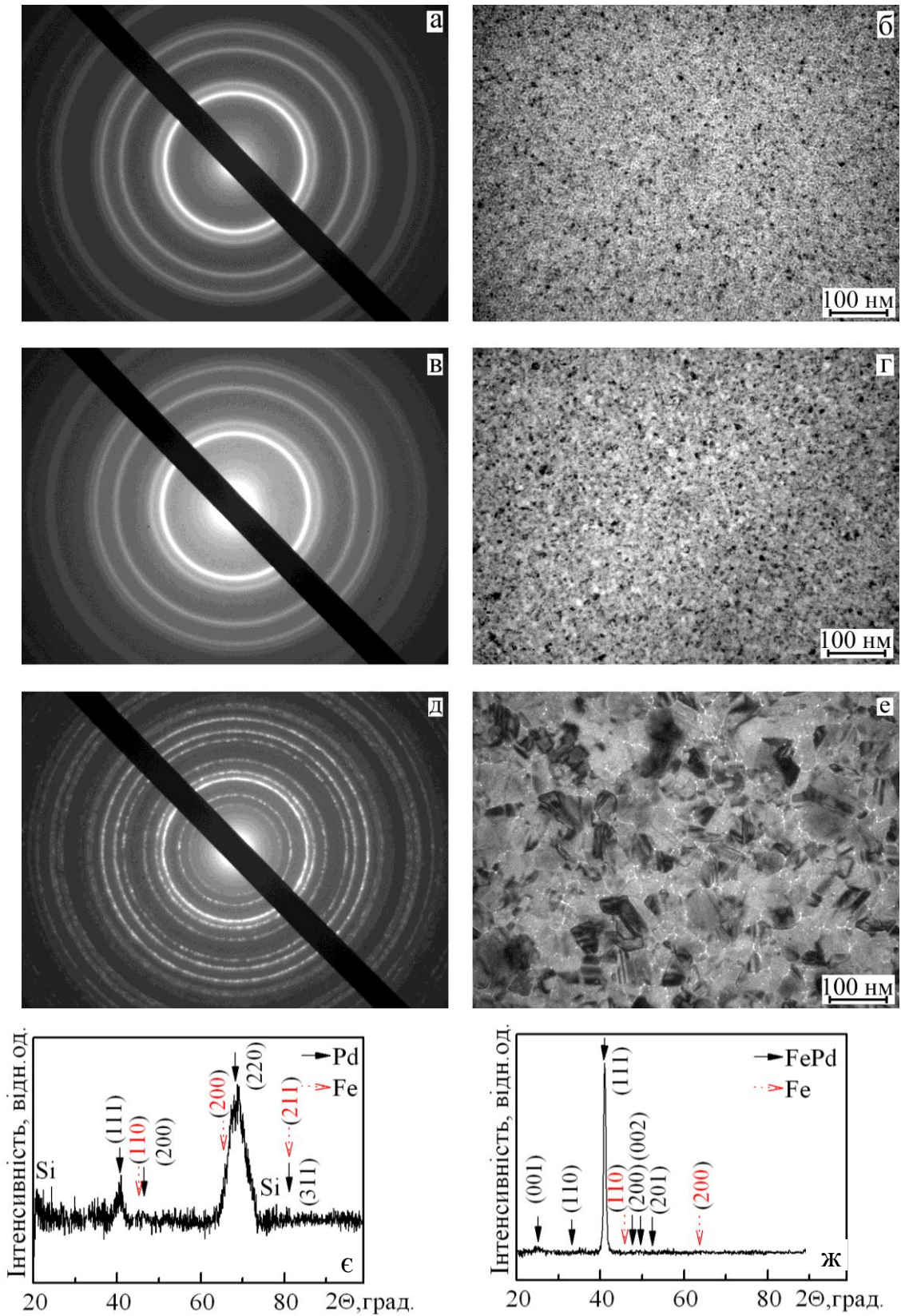


Рис. 3.3. Дифракційні картини, мікроструктура та рентенограми від мультишару $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{Pt}$, отриманого при $T = 300$ (а, б, є), 460 (в, г) і 780 К (д, е, ж)

Розшифрування електронограм від [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₅/П плівок

№ п/п	$T_B=300$ К					$T_B=460$ К					$T_B=780$ К					
	I , в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	I , в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	I , в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	c , нм
1	С.	0,224	111	ГЦК-PdFe	0,388	С.	0,226	111	ГЦК-PdFe	0,391	сер.	0,366	001	L1 ₀ -FePd		0,366
2	сер.	0,194	200	-«-	0,388	сер.	0,195	200	-«-	0,390	сер.	0,275	110	-«-	0,389	
3	сер.	0,137	220	-«-	0,387	сер.	0,138	220	-«-	0,390	С.	0,217	111	-«-	-	-
4	сер.	0,117	311	-«-	0,388	сер.	0,118	311	-«-	0,391	сер.	0,194	200	-«-	0,388	
5	сер.	0,112	222	-«-	0,388	сер.	0,113	222	-«-	0,391	д.сл.	0,184	002	-«-		0,368
6	д. сл.	0,097	400	-«-	0,388	д. сл.	0,098	400	-«-	0,392	сер.	0,171	201	-«-	-	
7	сл.	0,089	331	-«-	0,388	сл.	0,090	331	-«-	0,392	д.сл.	0,154	112	-«-	-	
8	сл.	0,087	420	-«-	0,389	сл.	0,088	420	-«-	0,393	сер.	0,137	220	-«-	0,387	
9	д.сл.	0,079	422	-«-	0,387	д.сл.	0,080	422	-«-	0,392	сер.	0,128	221	-«-	-	
10	д.сл.	0,075	511	-«-	0,390	д.сл.	0,075	511	-«-	0,390	д.сл.	0,123	003	-«-		0,369
11											сер.	0,117	311	-«-	-	-
\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,388 ± 0,005) нм					\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,391 ± 0,002) нм					\bar{a} (L1 ₀ -FePd) = 0,388 ± 0,003 нм; \bar{c} (L1 ₀ -FePd) = 0,368 ± 0,004 нм;						
$a_0(\text{Pd})=0,389$ нм; $a_0(\text{Fe})=0,286$ нм; $a_0(\text{L1}_0\text{-FePd}) = 0,385$ нм; $c_0(\text{L1}_0\text{-FePd}) = 0,372$ нм																

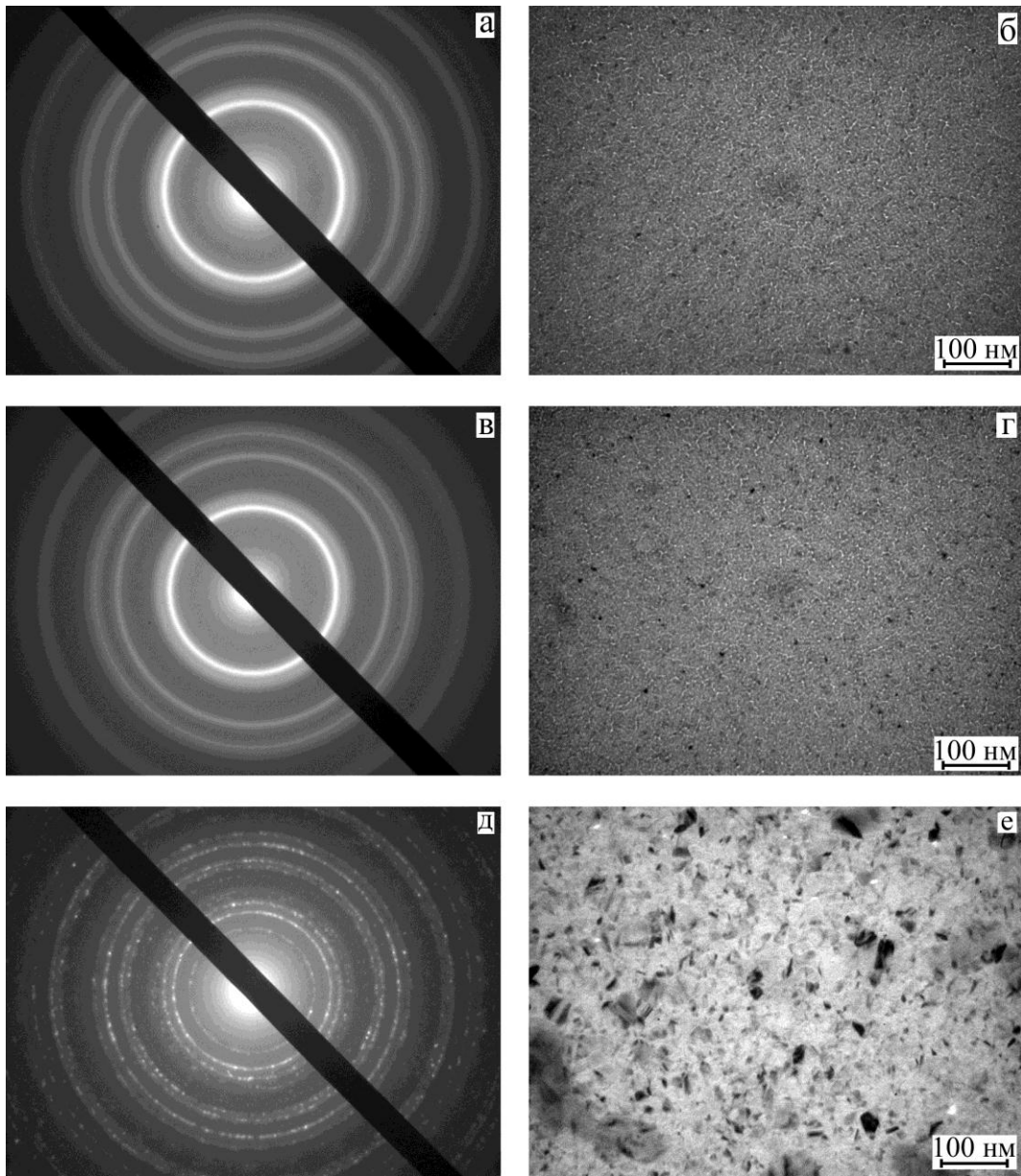


Рис. 3.4. Дифракційна картина та кристалічна структура $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$, отриманої при $T = 300$ (а, б), 460 (в, г) і 780 К (д, е)

Розшифрування електронограм від [Pd(1,1)/Fe(1,1)]₅/П плівок

№ П/П	$T_B=300$ К					$T_B=460$ К					$T_B=780$ К					
	$I, \text{в.о.}$	$d_{hkl}, \text{нм}$	hkl	фаза	$a, \text{нм}$	$I, \text{в.о.}$	$d_{hkl}, \text{нм}$	hkl	фаза	$a, \text{нм}$	$I, \text{в.о.}$	$d_{hkl}, \text{нм}$	hkl	фаза	$a, \text{нм}$	$c, \text{нм}$
1	С.	0,224	111	ГЦК-PdFe	0,388	С.	0,223	111	ГЦК-PdFe	0,386	сер.	0,365	001	L1 ₀ -FePd		0,365
2	сер.	0,194	200	-«-	0,388	сер.	0,194	200	-«-	0,388	сер.	0,275	110	-«-	0,389	
3	сер.	0,138	220	-«-	0,390	сер.	0,137	220	-«-	0,387	С.	0,219	111	-«-	-	
4	сер.	0,117	311	-«-	0,388	сер.	0,117	311	-«-	0,388	сл.	0,193	200	-«-	0,386	
5	сер.	0,112	222	-«-	0,388	сер.	0,112	222	-«-	0,388	сл.	0,185	002	-«-		0,370
6	д. сл.	0,097	400	-«-	0,388	д. сл.	0,097	400	-«-	0,3887	д.сл.	0,171	201	-«-	-	
7	сл.	0,089	331	-«-	0,388	сл.	0,089	331	-«-	0,388	д.сл.	0,151	112	-«-	-	
8	сл.	0,087	420	-«-	0,389	сл.	0,087	420	-«-	0,389	сл.	0,137	220	-«-	0,387	
9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	сл.	0,132	202	-«-	-	
10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	сл.	0,129	221	-«-	-	
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	д.сл.	0,124	003	-«-		0,372
12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	сл.	0,117	311	-«-	-	
13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	сл.	0,109	222	-«-	-	
\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,388 ± 0,005) нм					\bar{a} (ГЦК-PdFe) = (0,388 ± 0,005) нм					\bar{a} (L1 ₀ -FePd) = 0,387 ± 0,002 нм; \bar{c} (L1 ₀ -FePd) = 0,369 ± 0,003 нм						
$a_0(\text{Pd})=0,389$ нм; $a_0(\text{Fe}) = 0,286$ нм; $a_0(\text{L1}_0\text{-FePd}) = 0,385$ нм; $c_0(\text{L1}_0\text{-FePd}) = 0,372$ нм																

незначного розщеплення піка (200) та слабкі лінії (001) і (003) дають нам можливість стверджувати про трансформацію кристалічної решітки уздовж осі c та формування фазового перетворення із ГЦК- в ГЦТ-PdFe фази. Серія дифракційних картин і мікрознімків на рис. 3.3 – 3.6 ілюструє найбільш характерні особливості фазових переходів (розшифрування електронogram представлені в табл. 3.3 і 3.4).

Збільшення концентрації заліза приводить до формування неупорядкованої ГЦК-FePd фази, утворення якої розглянемо на прикладі мультишарів $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(2)]_5/\text{П}$ ($c_{\text{Fe}} = 69$ ат.%) та $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(5)]_5/\text{П}$ ($c_{\text{Fe}} = 84$ ат.%). Результати електронграфічних досліджень фазового складу наведені на рис. 3.5. Підвищення температури до $T = 780$ К, при вищезазначених значеннях концентрації в зразках, не приводить до змін фазового складу системи і утворення упорядкованої фази. Цей висновок витікає із результатів електронграфічних досліджень, наведених в табл. 3.5. В отриманих нами зразках після термообробки формується упорядкована фаза ГЦТ-PdFe, ступінь упорядкування якого підвищується із температурою відпалювання.

Унаслідок конденсаційно-стимульованої дифузії, яка сприяє протіканню твердофазної реакції, в плівках при пошаровій конденсації відбувається часткове упорядкування ГЦК-PdFe фази і зменшення температури фазового переходу $\text{ГЦК-PdFe} \rightarrow \text{ГЦТ-PdFe}$ у порівнянні з масивними зразками приблизно на 300 К (для мультишарів) та приблизно на 200 К (для двошарових зразків). Таке зменшення можна пояснити більш інтенсивними дифузійними процесами в мультишарах, в яких товщина окремих шарів має менше значення у порівнянні з двошаровими системами.

Значення параметра кристалічної решітки неупорядкованої фази залежить від концентрації атомів Fe в системі і має значення $\bar{a} = 0,388$ нм ($c_{\text{Fe}} = 45 - 50$ ат.%), яке близьке до параметра решітки плівки Pd ($\bar{a} = 0,389$ нм), що свідчить про формування ГЦК-PdFe фази на її основі. Аналогічні результати були отримані авторами [129]. При збільшенні концентрації атомів Fe до $c_{\text{Fe}} = 70 - 85$ ат.% має місце викривлення ГЦК-решітки, яке проявляється в

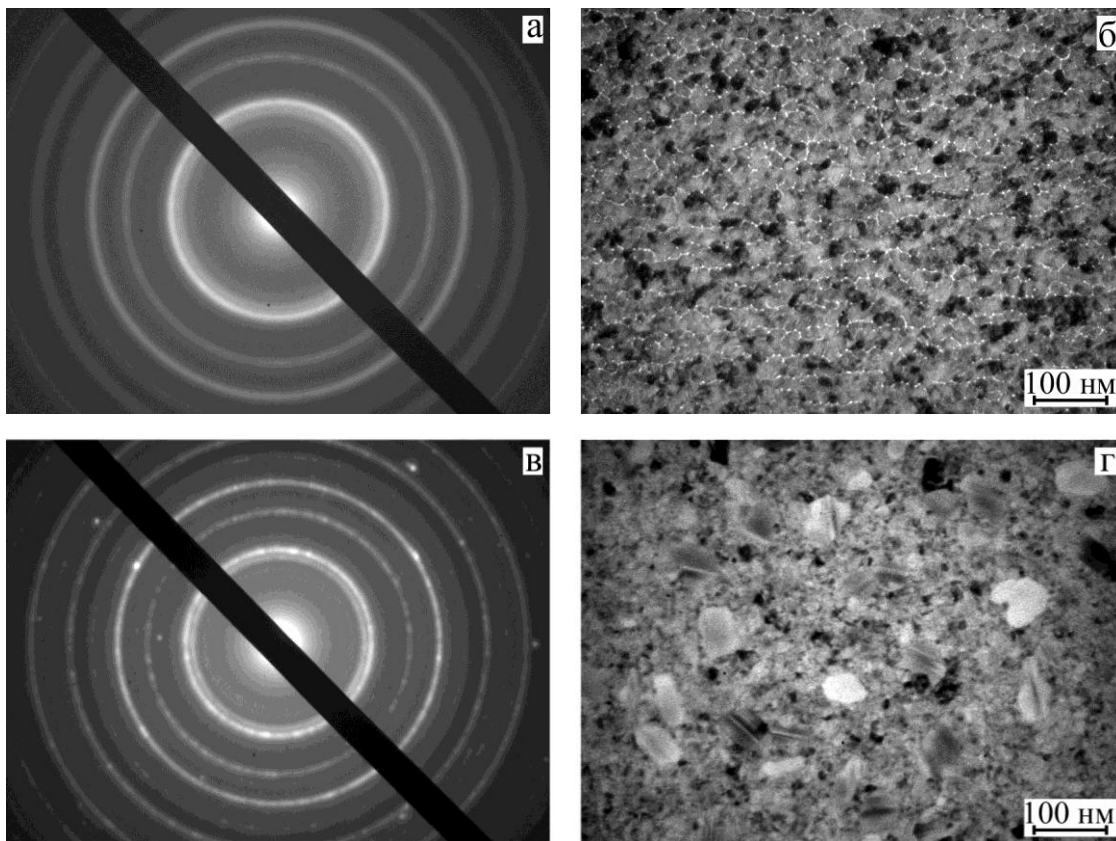


Рис. 3.5. Дифракційна картина та кристалічна структура $[Pd(1,1)/Fe(5)]_5/P$, отриманої при $T = 300$ (а, б) і 780 К (в, г)

Таблиця 3.5

Розшифрування електронограм від $[Pd(1,1)/Fe(5)]_5/P$ плівок

№ П/П	$T_B=300$ К					$T_B=780$ К				
	I , в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм	I , в.о.	d_{hkl} , нм	hkl	фаза	a , нм
1	сер.	0,223	111	ГЦК-FePd	0,386	сл.	0,215	111	ГЦК-FePd	0,372
2	С.	0,199	200	-«-	0,398	С.	0,194	200	-«-	0,388
3	сер.	0,139	220	-«-	0,393	сл.	0,137	220	-«-	0,387
4	сер.	0,118	311	-«-	0,391	сер.	0,115	311	-«-	0,381
5	сл.	0,112	222	-«-	0,388	сл.	0,111	222	-«-	0,385
6	сл.	0,100	400	-«-	0,400	сл.	0,097	400	-«-	0,388
7	сл.	0,091	331	-«-	0,397	сл.	0,088	331	-«-	0,384
\bar{a} (ГЦК-FePd) = 0,393 нм					\bar{a} (ГЦК-FePd) = 0,384 нм					
$a_0(Pd)=0,389$ нм; $a_0(Fe) = 0,286$ нм; $a_0(L1_0-FePd) = 0,385$ нм; $c_0(L1_0-FePd) = 0,372$ нм										

тому, що лінія (111) зміщується в бік більших кутів, (200) – в бік менших кутів, а лінія (220) розщеплюється на три лінії. Кількісною характеристикою цього викривлення може бути порівняння між собою, наприклад, величини $a_{111} = 0,386$ нм і $a_{200} = 0,398$ нм для викривленої ГЦК-решітки та $a_{111} = 0,388$ нм і $a_{200} = 0,388$ нм для ГЦК-PdFe.

Узагальнення результатів рентгенографічних і електронографічних досліджень представлені у вигляді штрих-діаграми (рис. 3.6).

Автори роботи [16] пов'язують залежність тетрагонального викривлення ($c/a - 1$) зі ступенем дальнього порядку, що характеризує упорядкування зразка, в плівках сплаву $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$. Згідно даних [16], максимальне упорядкування $S = 1$ спостерігається при $(c/a - 1) \cong 0,050$. У нашому випадку (табл. 3.6) тетрагональне викривлення становить $(c/a - 1) = 0,047 - 0,048$, що відповідає $S = 0,85 - 0,9$ при еквівалентних атомних концентраціях. За результатами проведених розрахунків за співвідношенням (1.1), відносно відхилення від ідеального ступеню упорядкування знаходиться в межах 15 – 16 %.

Відмітимо, що отримані нами результати в цілому узгоджуються із даними робіт [130, 131], де зазначено, що при концентраціях $c_{\text{Pd}} = 43 - 60$ ат.% і температурі ~ 780 К відбувається упорядкування системи із формуванням твердого розчину із ГЦТ фазою.

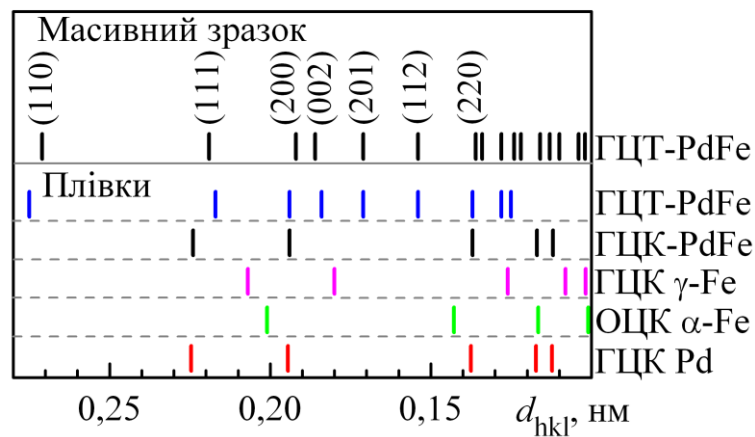


Рис. 3.6. Узагальнена штрих-діаграма дифракційних досліджень

Розрахункові параметри, які характеризують ступінь упорядкування в плівковій системі Pd/Fe

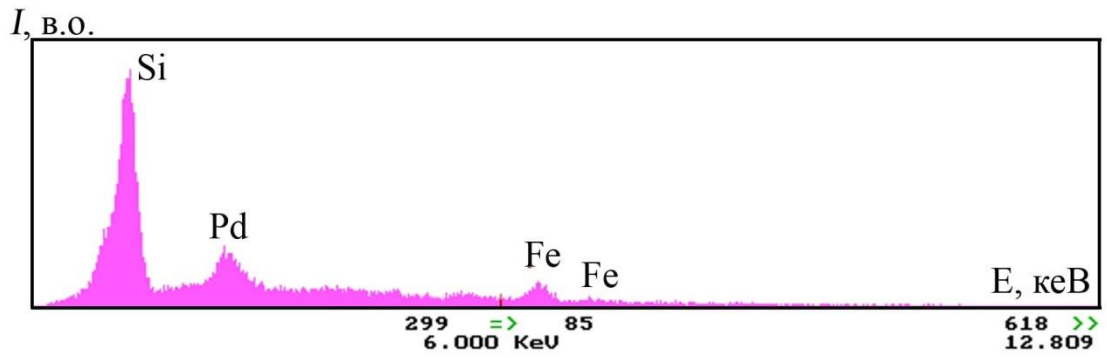
Зразок	a , нм	c , нм	c_{Pd} , ат.%	$(c/a - 1)$	$S \pm \Delta S$
Pd(13)/Fe(10)/П	0,388	0,377	50	0,047	1,17±0,2
[Pd(1,1)/Fe(0,9)] ₅ /П	0,388	0,369		0,048	
[Pd(1,1)/Fe(1,1)] ₅ /П	0,387	0,369	55	0,047	1,19±0,2

3.1.2 Визначення концентрації атомів і дослідження дифузійних процесів

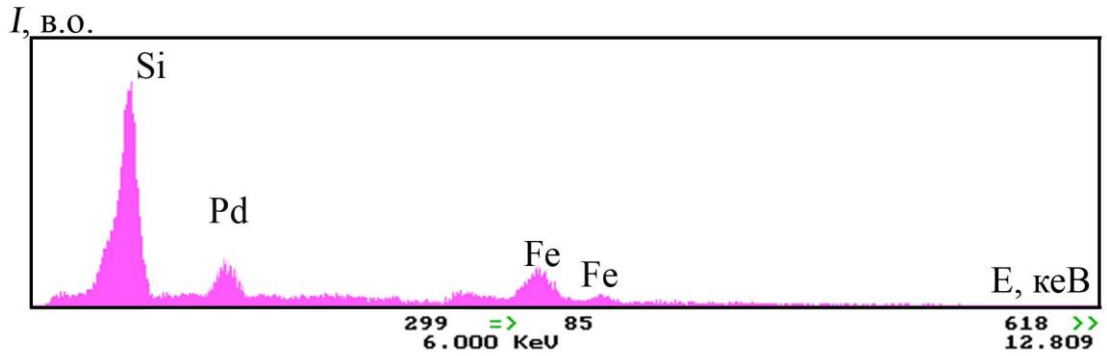
Оскільки значення концентрації окремих компонент в мультишарах суттєво впливають на інтенсивність процесів фазоутворення та ступінь упорядкування системи, тому для визначення ефективної концентрації був застосований метод енергодисперсійного аналізу. Енергодисперсійні спектри для мультишарів на основі Pd і Fe представлені на рис. 3.7.

Порівняння експериментальних і розрахованих за співвідношенням (2.1) результатів концентрацій окремих компонент Pd і Fe в плівкових системах, представлені в табл. 3.7. Розбіжність теоретичної моделі для плівкового сплаву і енергодисперсійного методу становить 6%, що вказує на задовільну відповідність отриманих результатів, і можливість використання розрахунків на основі формули (2.1) як методу визначення концентрації при відомій товщині окремих шарів.

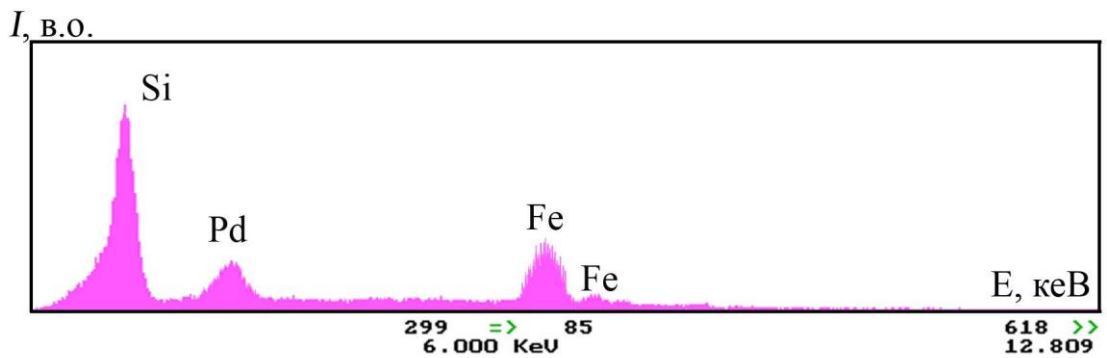
З метою отримання інформації про перебіг дифузійних процесів на межі поділу шарів Pd і Fe, були проведені експериментальні дослідження багатофазових систем методом ВІМС. Дифузійні профілі двошарових зразків Pd(30)/Fe(50)/П представлені на рис. 3.8. Згідно проведених досліджень, перемішування атомів відбувається вже під час осадження верхнього шару за рахунок конденсаційно-стимульованої дифузії, наслідком якої є часткове упорядкування неупорядкованої ГЦК-PdFe фази. Використовуючи дифузійні профілі та співвідношення (2.2) були визначені ефективні коефіцієнти дифузії, які мають величину $D_{Pd \rightarrow Fe} = 2,7 \cdot 10^{-18} \text{ м}^2/\text{с}$ і $D_{Fe \rightarrow Pd} = 1,1 \cdot 10^{-18} \text{ м}^2/\text{с}$. Їх відносно



а



б



в

Рис. 3.7. Энергодисперсійні спектри для плівкових систем: а – $[\text{Pd}(1,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\Pi$ ($c_{\text{Fe}} = 35\%$); б – $[\text{Pd}(0,9)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\Pi$ ($c_{\text{Fe}} = 55\%$); в – $[\text{Pd}(0,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\Pi$ ($c_{\text{Fe}} = 65\%$)

Таблиця 3.7

Порівняння ефективної концентрації атомів Pd і Fe

Зразок	Метод енергодисперсійного аналізу		Співвідношення (2.1)	
	$c_{Fe}, \%$	$c_{Pd}, \%$	$c_{Fe}, \%$	$c_{Pd}, \%$
[Pd(1,4)/Fe(0,6)] ₁₀ /Π	31	69	35	65
[Pd(3)/Fe(1,9)] ₁₀ /Π	40	60	44	56
[Pd(0,9)/Fe(0,6)] ₁₀ /Π	44	56	45	55
[Pd(1,1)/Fe(1,1)] ₁₀ /Π	54	46	55	45
[Pd(0,4)/Fe(0,6)] ₁₀ /Π	69	31	65	35
[Pd(1,1)/Fe(2)] ₁₀ /Π	68	32	69	31
[Pd(1,1)/Fe(5)] ₅ /Π	84	16	85	15

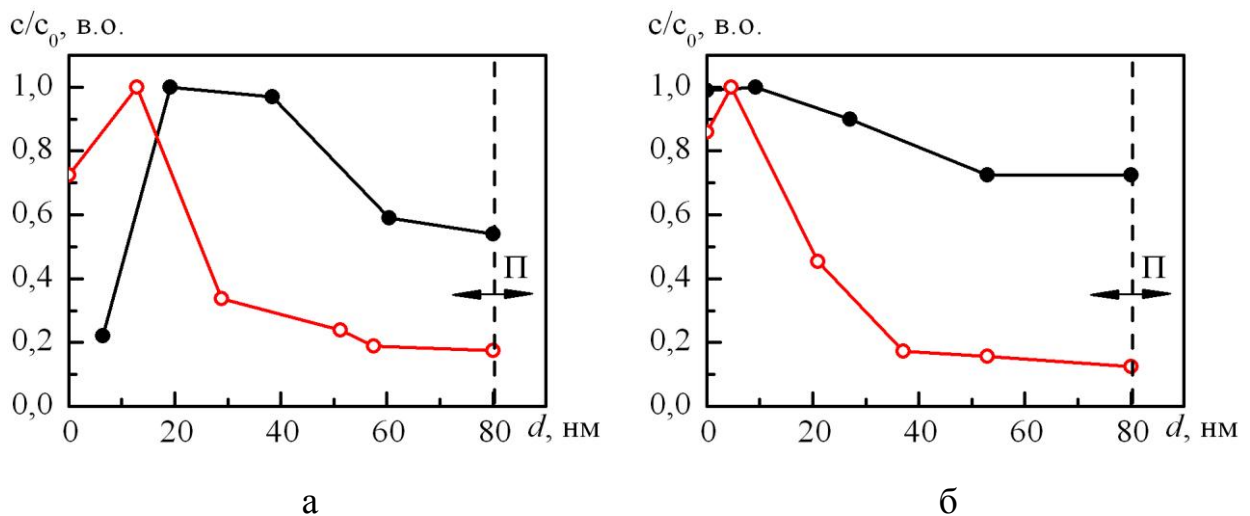


Рис. 3.8. Дифузійні профілі для плівкової системи Pd(30)/Fe(50)/Π у невідпаленому (а) та відпаленому при $T = 780$ К (б) станах. ● – Fe та ○ – Pd

велике значення пояснюється зерномежовим механізмом взаємної дифузії атомів і високою дисперсністю плівок Pd і Fe. Необхідно звернути увагу, що отримані величини носять досить-таки наближений характер, оскільки дифузійний профіль для атомів Fe (див. рис.3.8) має нестандартний характер (збільшується концентрація атомів Fe по мірі їх дифузії в верхній шар Pd), що не дозволяє установити положення площини Матано. Такий характер дифузійного профілю для атомів Fe можна пояснити лише великою концентрацією вакансій в плівці Fe, яка збільшується по мірі наближення до підкладки.

Аналогічні результати відмічаються в роботах [102, 132]. Загалом, ці результати узгоджуються із даними діаграми стану системи Fe-Pd [15], згідно якої відбувається утворення т.р.(γ -Fe, Pd), ГЦК-PdFe фази та L_{10} L_{12} структур. Така поведінка обумовлена хімічними властивостями Pd, який практично з усіма металами, внаслідок взаємодії утворює сплави. При малих концентраціях паладію (3,5 – 3,7 ат.%) існують також області (α -Fe) та (γ -Fe), які спостерігаються при високих температурах (1070, 1670 K), дослідження в цих інтервалах нами не проводилися.

Однією із причин взаємної дифузії в тонких шарах плівкових зразків може бути їх загальна товщина, величина якої впливає на розміри кристалічних зерен. Інтенсивність протікання дифузійних процесів залежить від ступеню дисперсності кристалітів у плівках. За даними електроннографічних досліджень, у плівках Pd спостерігається дрібнодисперсна структура, а результати ВІМС показують їх дифузійну активність під час осадження зразка. В системі плівка/плівка значення ефективного коефіцієнту дифузії переважає над системою плівка/масивний матеріал, тому що в першій спостерігається більша густина меж зерен та дефектність структури [7]. Експериментально такі висновки були підтвержені авторами робіт [133 – 134], коли в системі Ag/Cu [133] відмічалася залежність розчинності від 6 до 17ат.% Cu в Ag при зміні загальної товщини зразків у межах 7 – 27 нм.

Нами проводилися дослідження двошарових плівкових зразків з товщиною шарів 10 – 50 нм та мультишарів із 0,6 – 1,1 нм. Метод ВІМС дозволяє отримати

інформацію про дифузійні процеси в двошарових плівкових системах, але його використання не може бути застосоване до мультишарів. Це пов'язано із тим, що при використанні методу ВІМС первинні іони активують дифузійні процеси, які приводять до збільшення коефіцієнтів дифузії. Тому використовуючи рефлектометричний метод дослідження можна отримати додаткову інформацію про межі інтерфейсів тонкоплівкових багатошарових систем, і додатковою перевагою цього методу є збереження цілісності зразка.

Оскільки товщина шарів мультишарових зразків дуже мала порядку $d \sim 1$ нм, то виникла необхідність проведення рефлектометричних досліджень із метою дослідження меж інтерфесів (шорсткості) та уточнення товщини кожного шару плівкової системи. Як приклад, на (рис. 3.9) представлені рефлектометричні залежності мультишарів $[\text{Pd}(0,6)/\text{Fe}(0,9)]_{10}/\text{П}$ і $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$ для яких встановлено, що шорсткість має величину $\sigma = 0,10$ і $0,11$ нм, відповідно. Середнє значення шорсткості для всіх зразків склало не більше 15 % від товщини окремих шарів системи. Найбільший внесок в ці значення вносять перший шар плівкової системи, що осаджується на підкладку та останній, який стає нерівним через дифузію атомів залишкової атмосфери у верхні атомні шари зразка.

Найбільш гладкі інтерфейси отримуються у випадку, коли одна із компонент має необмежену розчинність в другій, і обмежену другої в першій, як наслідок, на межі поділу двох шарів формується додатковий перехідний шар.

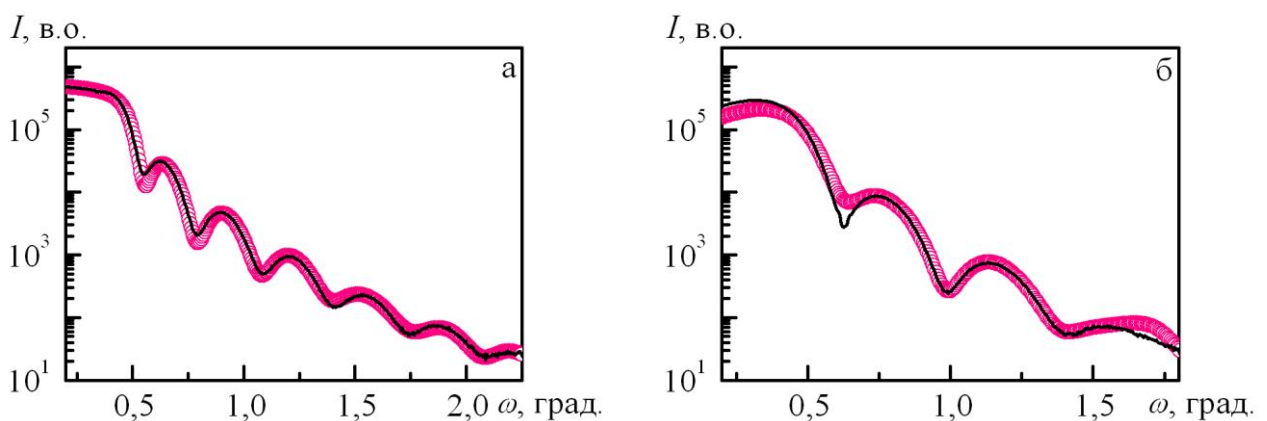


Рис. 3.9. Рефлектометрична крива від мультишарів $[\text{Pd}(0,6)/\text{Fe}(0,9)]_{10}/\text{П}$ (а) та $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$ (б)

Не дивлячись на те, що подібні результати отримували і інші автори [34], необхідно констатувати факт, що повного розуміння у цьому питанні не досягнуто, оскільки ми маємо справу із явним протиріччям: дифузійні процеси обумовлюють розмиття інтерфейсів, а рентгенівські дані, типу наведених на рис. 3.9, говорять про наявність інтерфейсів.

Додатково, була визначена товщина окремого шару в мультишарових системах, яка дозволила перевірити точність методу кварцового резонатора (прямий метод), і порівняти його із рефлектометричним методом (непрямий метод). Згідно отриманих результатів встановлено, що у другому випадку похибка становить $\pm(0,10 - 0,15)$ нм, що збігається із величиною отриманою при прямому методі вимірювання товщини. Вищевказані похибки пов'язані зі значним часом конденсації мультишарів (до 5 хв.) і нестабільністю розжарювання випарника.

3.1.3 Можливість утворення аномальних фаз

Питання про виникнення аномальних фаз, їх хімічний склад і механізм стабілізації в тонких плівках перехідних металів тривалий час обговорюється в літературі [135, 136]. До числа цих фаз відносять ймовірні поліморфні модифікації металів, які не спостерігаються в масивних зразках; метастабільну аморфну фазу, що утворюється через низьку дифузійну рухливість на підкладці атомів конденсованої речовини; високотемпературні модифікації в масивних зразках, які стабілізуються в тонких плівках при відносно низьких температурах; домішкові фази, що утворюються в результаті взаємодії атомарного пучка з атомами залишкової атмосфери. Правильна інтерпретація хімічного складу аномальних фаз ускладнюється через недостатню кількість експериментальних результатів, а також у зв'язку із близькістю параметрів решітки та ймовірних поліморфних модифікацій.

Мультишарові зразки, що нами досліджувалися, склалися із тонких шарів Fe з товщиною $d = 0,6 - 5,0$ нм. Згідно робіт [81, 137], автори при даних товщинах спостерігали зменшення намагніченості в плівкових зразках, що

пояснювали фазовим переходом α -Fe в немагнітну γ -Fe фазу. А згідно робіт О.І. Бублика і Б.Я Пінеса внаслідок зміни умов фазової рівноваги в тонких плівках та частинках малих розмірів можуть відбуватися зміщення температури фазового переходу або виникнення таких поліморфних фаз, які в масивних зразках взагалі не існують [61]. Розглянемо термодинамічну теорію фазового розмірного ефекту на прикладі плівок Fe.

Якщо в масивному кристалі одна з двох фаз має меншу вільну енергію (наприклад, $F_{01} < F_{02}$), то в тонкій плівці, при визначенні поверхневої енергії σ , ця нерівність може виявитися оберненою:

$$F_{01} + \left(\frac{\sigma \cdot A}{V}\right)_1 + \left(\frac{\sum_{i,k} \sigma_{i,k} \cdot A_{i,k}}{V}\right)_1 > F_{02} + \left(\frac{\sigma \cdot A}{V}\right)_2 + \left(\frac{\sum_{i,k} \sigma_{i,k} \cdot A_{i,k}}{V}\right)_2, \quad (3.1)$$

де σ , $\sigma \cdot A$ і σ_{ik} - питома, повна поверхнева і зерномежова питома поверхнева енергія відповідно;

A і A_{ik} - площа поверхні плівки або малої частинки та площа контакту i -го і k -го зерен відповідно;

V – об'єм плівки або частинки.

Припускаючи, що якщо для полікристалічної плівки одиничної товщини при фазовому перетворенні нерівноважна (2) \rightarrow стійка (1) фаза зберігається площа меж зерен, то можемо отримати вираз для критичної товщини, нижче якої буде стабілізуватися фаза 2, а вище - фаза 1:

$$d^* = \frac{2 \cdot (\sigma_1 - \sigma_2)}{F_{02} - F_{01}} + \frac{\sum_{i,k} A_{ik} \cdot (\sigma_{ik}^{(1)} - \sigma_{ik}^{(2)})}{F_{02} - F_{01}}, \quad (3.2)$$

де перший доданок відповідає критичній товщині для монокристалічної плівки, а другий через малу різницю $(\sigma_{ik}^{(1)} - \sigma_{ik}^{(2)})$ вносить незначний вклад до d^* для монокристалічної плівки. У зв'язку з цим оцінка та розрахунок d^* будуть

здійснюватися для монокристалічної плівки за співвідношенням (3.1), що перетворено до такого виду:

$$d^* = \frac{d_2(1 + \varepsilon)(1 - z_{n2}/z_{02}) - d_1(1 - z_{n1}/z_{01})}{\varepsilon(1 - T/T_0)}, \quad (3.3)$$

де z_n, z_0 - поверхневе та об'ємне координаційні числа;

d_i - міжплощинна відстань між шарами, що паралельні поверхні плівки;

T_0 - температура переходу $1 \rightarrow 2$ в масивних зразках;

$\varepsilon = (U_1 - U_2)/U_1 = \lambda_{1 \rightarrow 2}/Q_v$, де $\lambda_{1 \rightarrow 2}$ - теплота фазового переходу; Q_v - теплота випарування.

Використовуючи співвідношення (3.3), отримано, що критична товщина переходу при $T = 300$ К та $\varepsilon = 6,1 \cdot 10^{-3}$ Дж становить від'ємне значення ($d = -0,82$ нм), яка не має фізичного змісту. На основі вищезазначеного, можемо зробити висновок, що при даних умовах отримання тонкоплівкових зразків фазового переходу $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ не відбувається.

При дослідженні тонкоплівкових зразків важливо контролювати фазовий стан з метою отримання напередзаданих властивостей та запобігання формуванню аномальних фаз, які суттєво впливають на електрофізичні та гальваномагнітні властивості тонкоплівкових систем [126].

До особливих властивостей плівок Pd відносять можливість поглинання при певних технологічних умовах атомарного водню у великій кількості, що в 350 – 900 разів перевищує власний об'єм металу. Проникнення водню в його кристалічну решітку обумовлює появу дефектної структури (вакансії), внаслідок чого формується твердий розчин в залежності від відношення концентрацій $n_H/n_{Pd} = 0,02$ або 0,6 із α - або β - фазою, параметри решітки яких дорівнюють $a_\alpha = 0,3890 - 0,3894$ нм та $a_\beta = 0,4025$ нм, відповідно. Вищезазначені фази мають ГЦК решітку, а сам водень розміщується в її октаедричних (рідше тетраедричних) пустотах [138].

Враховуючи геттерні властивості Pd, нами були проведені дослідження

формування фази PdH_x , з метою запобігання утворення гідридів в досліджуваних зразках.

Було встановлено, що при швидкостях конденсації Pd $\omega_{\text{Pd}} < 1$ нм/с або при високих температурах (від 900 до 1100 К) в умовах технологічного вакууму ($10^{-3} - 10^{-4}$ Па) відбувається утворення PdH_x .

Пояснимо фізичні і хімічні основи цього процесу. Оскільки на один атом металу (в даному випадку Pd) може приходиться по два атоми водню, то в процесі конденсації формується дефектна кристалічна структура, а в зразку виникають мікронапруження, які приводять до розтріскування плівки (рис. 3.10). Присутність атомів водню в паладію приводить до зменшення густини електронних станів за рахунок проникнення електронів водню в d -зону металу та заповнення ними діркових станів. При таких умовах зменшується енергія міжатомної взаємодії і рухливість водню в Pd зростає, що дозволяє йому рівномірно розподілятися по всій кристалічній решітці. Підвищення температури відпалювання до 900 К приводить до формування в системі фази PdH_x із ГЦК решіткою типу CaF_2 та параметром $a = 0,405$ нм. При температурі 1100 К відбувається фазовий перехід $\text{PdH}_x \rightarrow \text{Pd}_3\text{VH}_4$ (де V – вакансія) типу ГЦК $\rightarrow \text{L1}_2$ (AuCu_3) [139].

Для оцінки чистоти отриманих плівкових зразків був проведений розрахунок параметра конденсації α за співвідношенням [140]:

$$\alpha = \frac{P}{\omega \sqrt{T_i}},$$

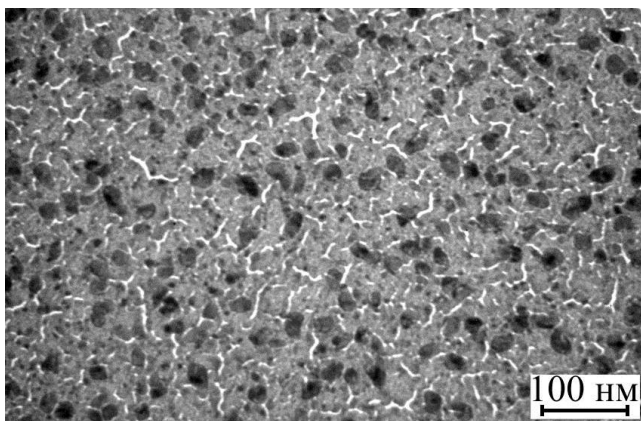


Рис. 3.10. Процес розтріскування фази PdH_x при відпалюванні тонкої плівки Pd(15)/C до 900 К, C – вуглецева підкладка. Темні кристали – оксид Pd

де P – ступінь вакууму;

ω – швидкість осадження матеріалу;

T_n – температура підкладки.

Згідно даних роботи [140] чисті зразки Sc конденсуються при значеннях $\alpha < 2 \cdot 10^{-5}$ Па·с·нм·К^{-1/2}. Розрахункове занчення параметра конденсації для чистих плівок Pd, дорівнює $\alpha = 1,2 \cdot 10^{-5}$ Па·с·нм·К^{-1/2}, що підтверджується результатами електронографічних досліджень, наведених в табл. 2.1.

3.2 Електрофізичні властивості одношарових плівок Pd і Fe [141 – 143]

Фазовий склад та електрофізичні властивості одношарових плівок Fe, на відміну, від плівок Pd вивчені досить детально [113, 144]. Для можливого прогнозування властивостей двошарових плівкових систем і мультишарів в роботі були проведені експериментальні дослідження електрофізичних властивостей (питомий опір, ТКО і КТ) одношарових плівок Pd.

Температурна залежність питомого опору і ТКО для одношарових плівок Pd і α -Fe, яка отримувалася за схемою «нагрівання↔охолодження», має типовий характер для металевих плівкових зразків [64], в яких відбуваються процеси заліковування дефектів кристалічної будови типу «вакансія – інорідний атом» або «дефект пакування» (рис. 3.11).

Обробка таких залежностей за методикою Венда (див. наприклад [145]) дозволяє розрахувати функцію розподілу дефектів, величина і положення максимумів на якій залежить від концентрації і енергії активації заліковування дефектів (E). Теорія заліковування дефектів Венда, елементи якої представлені в [145], оперує такими поняттями як функція розподілу дефектів $F_0(E)$, енергія активації заліковування дефектів $E = ukT$ та число ступенів вільності u системи дефектів:

$$F_0 = -\left(\frac{1}{kU}\right)\left(\frac{\partial \rho}{\partial T} - \left(\frac{\partial \rho}{\partial T}\right)_1\right),$$

де k – стала Больцмана;

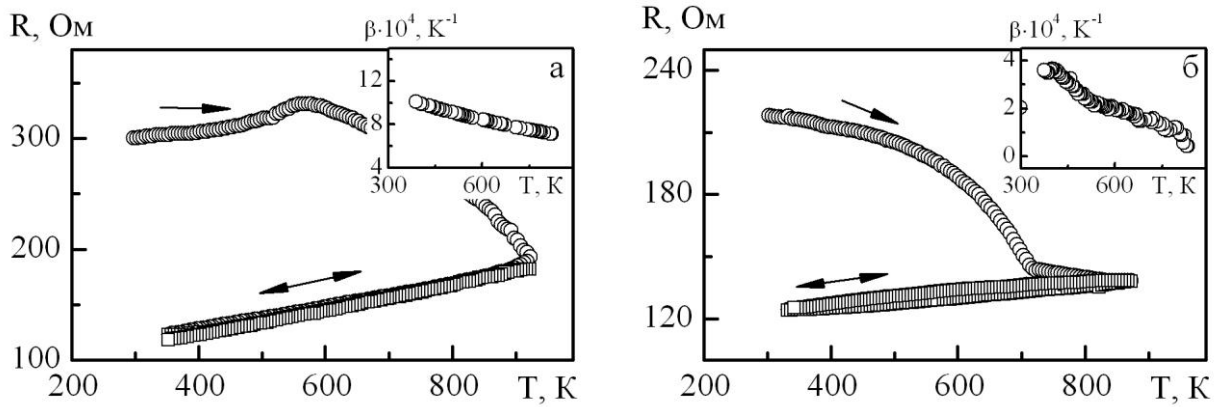


Рис. 3.11. Температурна залежність опору для одношарових плівок Fe(15)/П (а) і Pd (15)/П (б)

$\frac{\partial \rho}{\partial T}$ і $\left(\frac{\partial \rho}{\partial T}\right)_1$ – чутливість до температури при першому нагріванні та першому чидругому охолодженні;

$U = u(u+2)/(u+1)$ – функція числа ступенів вільності.

Величина u знаходиться із логарифмічного рівняння

$$u + \lg(u) = \lg(4n\pi\omega_{\max}/2\pi),$$

де n – число атомів у дефекті;

t – час нагрівання до заданої температури;

$\omega_{\max} = k \cdot \theta_D / \hbar$ – дебаєвська частота.

Було отримано, що плівки Pd мають більшу дефектність у порівнянні з плівками α -Fe як з точки зору концентрації дефектів, так і спектру енергії активації заліковування дефектів. Температурні залежності питомого опору, ТКО і графіки функцій розподілу дефектів в плівках Pd наведені на рис. 3.12. Із якого видно, що в плівках Pd можна вказати чотири енергії активації, які відповідають величині E для різних типів дефектів, тоді як в плівках α -Fe можна вказати тільки на дві такі енергії (поблизу 0,46 і 0,66 eV). Узагальнення результатів розрахунку енергії активації заліковування дефектів представлені у табл. 3.8. Необхідно відмітити, що із ростом товщини дещо збільшується концентрація дефектів, оскільки величина $F_0(E)$ пропорційна концентрації

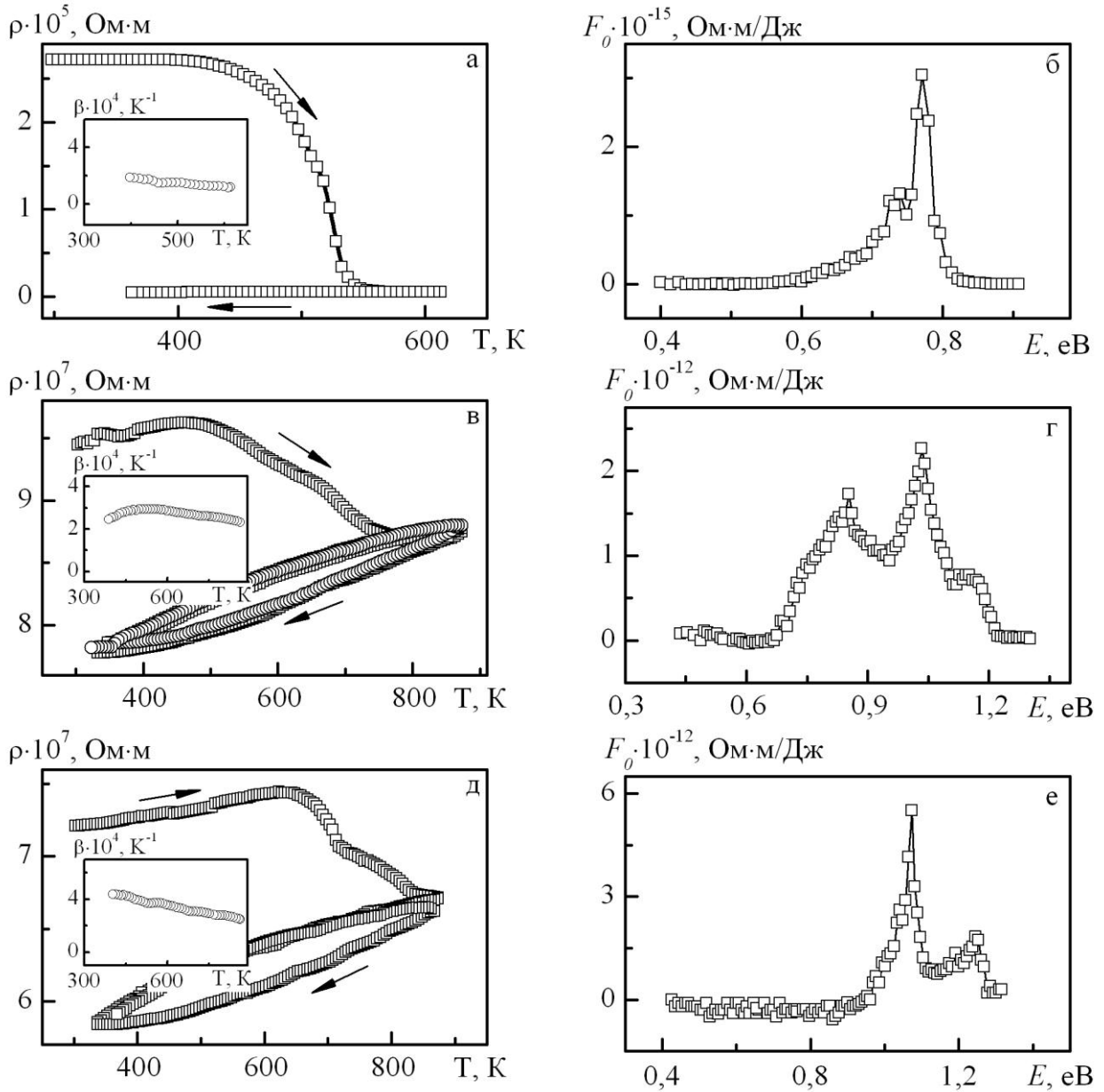


Рис. 3.12. Температурні залежності питомого опору, ТКО і функції розподілу дефектів для плівок Pd(3)/П (а, б); Pd(20)/П (в, г) та Pd(35)/П (д, е)

Величина енергії активації заліковування дефектів кристалічної будови

Плівка (нм)	E_1 , eВ	E_2 , eВ	E_3 , eВ	E_4 , eВ
Pd(3)	0,77	-	-	-
Pd(7)	0,82	1,00 – 1,10	1,18	1,30
Pd(15)	0,82	1,05	-	-
Pd(20)	0,85	1,10	1,18	1,45
Pd(35)	-	1,10	1,25	-
Pd(50)	-	1,00	1,20	-
Fe(10)	0,46	0,66	-	-

(рис. 3.12). Крім цього, також змінюється кількість груп дефектів: у плівці Pd(7)/П має місце чотири значення енергії активації, у Pd(20)/П – три, а у плівці Pd(50)/П – два, що можна пояснити процесами автозаліковування дефектів у процесі конденсації металу та його рекристалізації.

Питомий опір і ТКО для одношарових плівок Fe і Pd після термостабілізації збільшується при зростанні температури, у той час як при першому відпалюванні в зразках відбуваються процеси заліковування дефектів кристалічної будови типу «вакансія - інорідний атом» або «дефект пакування».

На рис. 3.12 наведені розмірні залежності питомого опору (а) і ТКО (б) для одношарових плівок Pd. Подібні дослідження були проведені також авторами робіт [146,147] на прикладі тонкопліткових матеріалів, отриманих методом термічного розпилення на субатомні (сурфактантні) шари Al та Ge [146], при дії на зразок електричного поля ($E = 0 - 3 \cdot 10^{-4}$ В/м) [148, 149].

У роботі [146] показано, що при $d < 7 - 8$ нм аналіз особливостей розмірного ефекту в електропровідності краще за все проводити на основі квантової моделі, згідно якої залишковий питомий опір $\rho_3 \sim d^{-\alpha}$ ($\alpha = 2,4 - 2,5$). При відносно великих товщинах ($d \geq (0,1 - 0,2) \cdot \lambda_0$) аналіз можна проводити в рамках моделі Фукса-Зондгеймера, а у перехідній області товщин – моделі Намби.

Аналіз отриманих експериментальних результатів стосовно розмірних ефектів у плівках Pd, показує, що їх питомий опір визначається технологічними умовами отримання і термообробки. Асимптотичне значення кривої становить

при $\rho_{\infty} = 2,51 \cdot 10^{-7}$ Ом·м, що дещо більше величини для масивних зразків $\rho_0 = 1,30 \cdot 10^{-7}$ Ом·м.

Після проведення розрахунків на основі експериментальних результатів, представлених на рис.3.13, в рамках моделі Фукса-Зондгеймера, було отримане значення величини СДВП у дифузному наближенні для плівок Pd, яке становить $\lambda_0 \cong 20$ нм. Порівнюючи наші результати із роботами [146, 147], можна говорити про однаковий характер залежностей, хоча величина ρ у трьох серіях експериментів помітно відрізняється через різні методи конденсації плівкових зразків.

У випадку плівок α -Fe отримані аналогічні результати, обробка яких дозволяє розрахувати величину $\lambda_0 \cong 5$ нм. Отримані дані задовільно описують розмірну залежність (від товщини плівки), але температурна залежність відповідає лише наближеному класичному співвідношенню $\beta \sim T^{-1}$, що пояснюється відхиленням від лінійності залежності $\rho(T)$ в інтервалі температур 300 – 400 К.

Зі збільшенням товщини плівки також спостерігається зміна розмірів кристалітів. Свіжосконденсовані плівкові зразки Pd мають дрібнодисперсну структуру, величина кристалітів якої зростає зі збільшенням товщини зразка. На основі рентгенографічних і мікроскопічних результатів була отримана інформація про середній розмір кристалітів плівкових зразків. Із гістограми для одношарових плівкових зразків паладію видно, що найбільша концентрація кристалітів із середнім розміром від 2 до 4 нм спостерігаються в Pd(12)/П та від 3 до 7 нм в – Pd(55)/П (рис. 3.14 а-б). Із ростом температури підкладки ($T_n = 570$ К) середній розмір кристалітів збільшується на 3 нм, що обумовлено рекристалізаційними процесами, зростанням інтенсивності поверхневої та об'ємної дифузії атомів. При таких умовах зростає довжина дифузійного пробігу атомів, а формування плівки відбувається в площині зразка. Узагальнююча залежність величини середнього розміру кристалітів від товщини представлена на рис. 3.14 в.

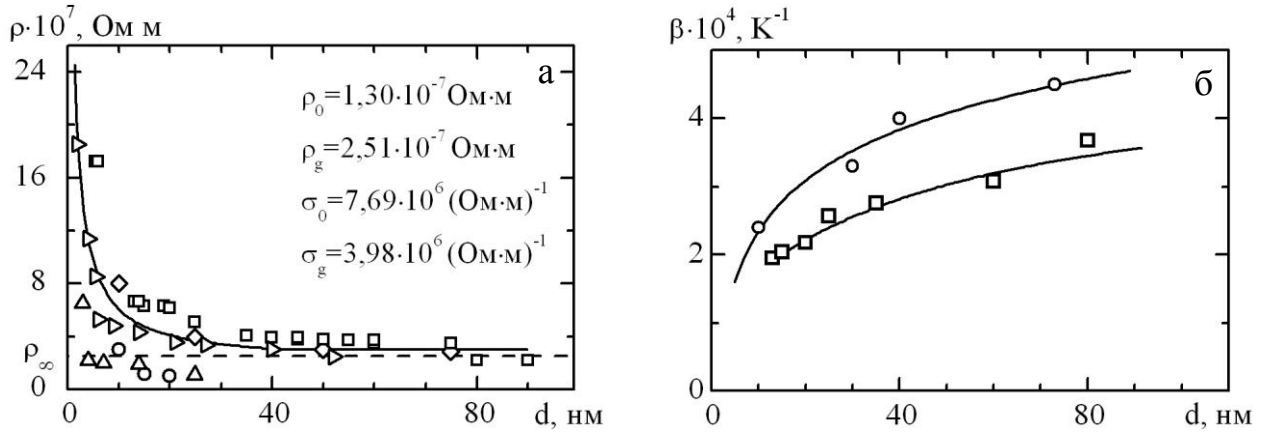


Рис. 3.13. Розмірна залежність питомого опору для плівок Pd (а): \square – наші дані, \circ – [146]; \triangle – [147]; \diamond – [149]; \triangleright – [150] і ТКО (б) для Pd (\square) та Fe (\circ)

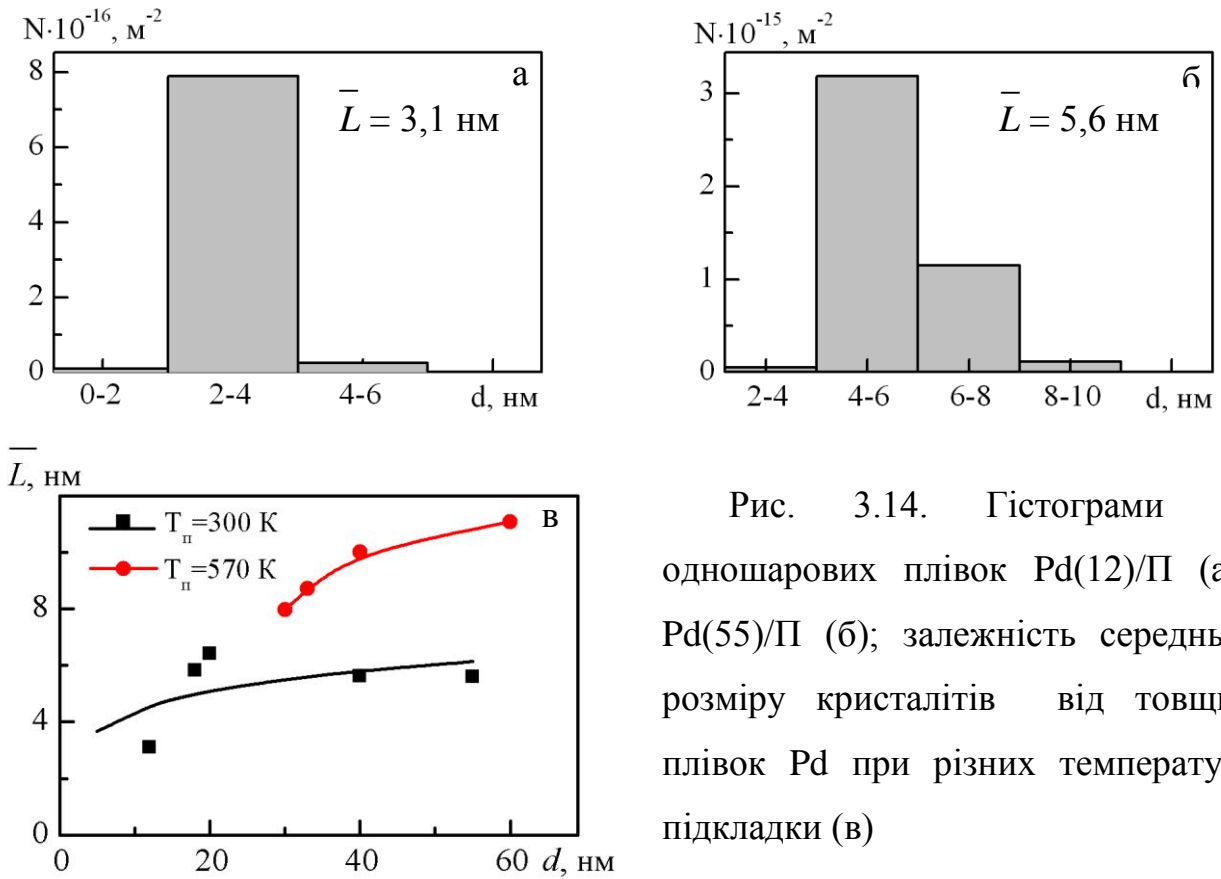


Рис. 3.14. Гістограми для одношарових плівок Pd(12)/П (а) і Pd(55)/П (б); залежність середнього розміру кристалітів від товщини плівок Pd при різних температурах підкладки (в)

3.3 Терморезистивні властивості багат шарових плівок і мультишарів на основі Pd і Fe [124, 125, 142]

Дослідження терморезистивних властивостей плівкових матеріалів обумовлені використанням сенсорів в різних галузях промисловості, де необхідний контроль, наприклад, величини магнітного поля при високих температурах.

Але із експериментальних даних відомо, що при підвищенні температури на 370 К відбувається зміна електричного опору на $\Delta R \approx 5\%$. Для розширення температурного діапазону плівкових матеріалів можна збільшити загальну товщину чутливого елемента або проміжного шару (у випадку мультишарів), використовувати термостабільні матеріали та сплави на їх основі. Наприклад, в ГМО-датчику розширення температурної стабільності із 420 до 520 К відбувається при зміні товщини немагнітного шару Cu із 0,92 до 3,40 нм [151, 152].

На даний момент нам невідомі роботи, які присвячені дослідженню електрофізичних властивостей плівкових систем на основі Pd і Fe, окрім робіт [45, 153 – 155], де наводяться результати для масивних матеріалів.

Результати експериментальних досліджень температурної залежності питомого опору і ТКО двошарових плівок (рис. 3.15) і мультишарів (рис. 3.16) Pd/Fe, вказують на те, що електрофізичні властивості ГЦК-FePd суттєво залежать від співвідношення товщини шарів Pd і Fe (на рис. 3.15 представлені залежності $\rho(T)$ і $\beta(T)$ для двох крайніх випадків: $\frac{d(Pd)}{d(Fe)} = 0,12$ та 6). При цьому,

як вже зазначалося вище у підрозділі 3.2, плівки Pd мають значно більшу концентрацію дефектів кристалічної будови у порівнянні із плівками α -Fe. Це обумовлює досить велике значення питомого опору ρ , як наслідок цього, – відносно малу величину ТКО, що досить переконливо ілюструють залежності на рис. 3.15.

При відносно малій товщині плівки $d_{Pd} = 5$ нм температурна залежність $\rho(T)$ має металевий характер навіть при першому термостабілізаційному циклі, в той час, як у випадку великої товщини плівки $d_{Pd} = 30$ нм металевий характер

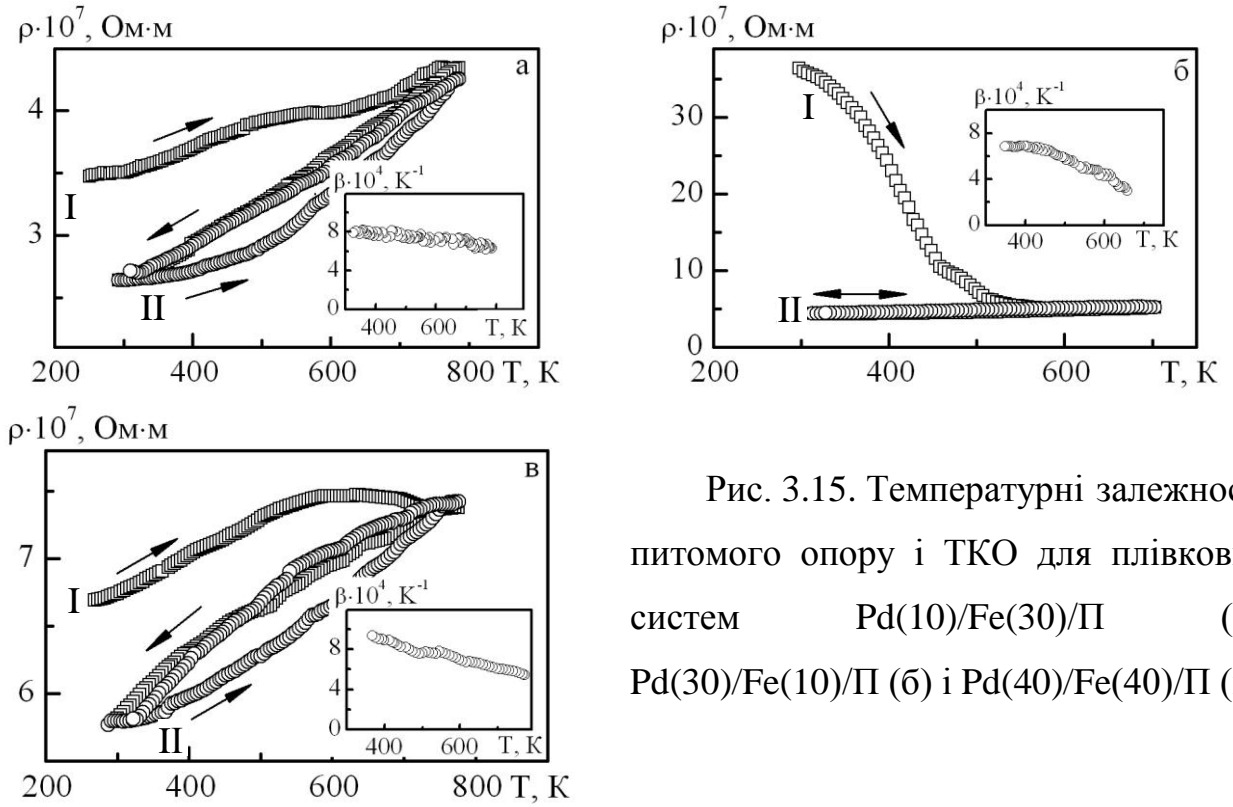


Рис. 3.15. Температурні залежності питомого опору і ТКО для плівкових систем Pd(10)/Fe(30)/Pi (а), Pd(30)/Fe(10)/Pi (б) і Pd(40)/Fe(40)/Pi (в)

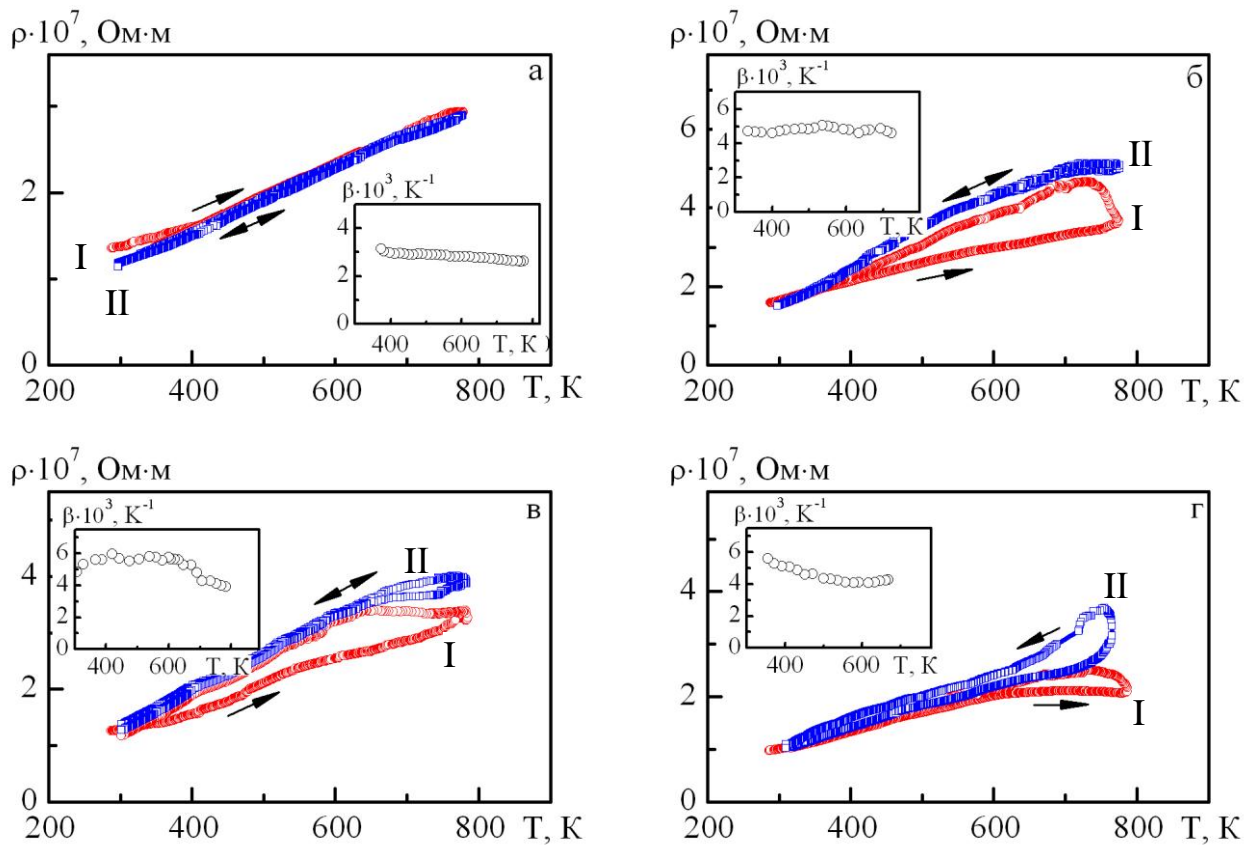


Рис. 3.16. Температурні залежності питомого опору і ТКО (на вставках) для [Pd(1,1)/Fe(5)]₅/Pi (а), [Pd(0,6)/Fe(0,6)]₁₀/Pi (б), [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₁₀/Pi (в), [Pd(0,4)/Fe(0,6)]₅/Pi (г); I і II – цикли відпалювання

провідності проявляється лише при першому охолодженні. Слід також підкреслити, що термовідпалені плівкові системи Pd/Fe/П мають практично однакову чутливість до зміни температури $S = \Delta R / \Delta T$ і тому величина ТКО повністю визначається величиною початкового питомого опору, тобто $\rho(300\text{K})$ після I – II термостабілізаційного циклу. У тому випадку, коли відношення товщини шарів Pd і Fe близьке до одиниці – фазовий склад плівкової системи відповідає ГЦК-PdFe (при кімнатних температурах) та ГЦТ-PdFe (згідно розшифровки електронограм отриманих при відносно високих температурах), хоча електрофізичні властивості суттєво не відрізняються від аналогічних для ГЦК-PdFe (рис. 3.15, в). Таку поведінку можна пояснити впливом конденсаційно-стимульованої дифузії, внаслідок якої утворюється ГЦК-PdFe фаза, що частково упорядковується в процесі конденсації.

Враховуючи умову перемішування компонент у плівкових зразках, нами були проведені розрахунки ТКО, використовуючи модель для двокомпонентного плівкового сплаву (1.2). Отримані результати представлені в табл. 3.9. Задовільне узгодження експериментальних і розрахункових даних для ТКО свідчить про формування твердого розчину в двошарових у вихідному стані зразках.

При переході до мультишарів відбувається зменшення концентрації дефектів у результаті їх автозаліковування у нижніх шарах при конденсації кожного наступного шару, що і відображається на температурній залежності $\rho(T)$ вже при I-му термостабілізаційному циклі (рис. 3.16).

Унаслідок впливу високих температур та малої товщини окремих шарів, що входять до складу фрагментів мультишару, в плівкових системах, в яких відбулось утворення ГЦК-PdFe фази, відбувається деяке упорядкування. Тому, на залежностях (рис.3.16 а-г) в інтервалі температур 600 – 730 К на першому циклі нагрівання можемо спостерігати зміну кута нахилу залежності, що згідно [27] відповідає температурі упорядкування і переходу ГЦК → ГЦТ-PdFe фази.

Необхідно відмітити, що хоча в зразках і відбуваються фазові

Порівняння експериментальних та розрахункових значень ТКО

Зразок	$c_{\text{Fe}}, \text{ ат. \%}$	$\beta_{\text{екс}} \cdot 10^4, \text{ K}^{-1}$	$\beta_{\text{роз}} \cdot 10^4, \text{ K}^{-1}$ співвідн. (1.2)	$[(\beta_{\text{роз}} - \beta_{\text{екс}}) / \beta_{\text{роз}}], \%$
Pd(5)/Fe(40)/П	90,8	5,20	4,76	9
Pd(30)/Fe(5)/П	17,1	4,15	3,54	17
Pd(30)Fe(10)/П	29,2	5,40	4,19	28
Pd(40)/Fe(40)/П	55,3	3,45	2,65	30

перетворення, але значення питомого опору при кімнатних температурах майже не змінюється. Велику роль відіграє товщина окремого шару. Характер залежності $\rho(T)$ визначається відношенням товщини окремих шарів фрагменту: при зміні $d_{\text{Pd}}/d_{\text{Fe}}$ від 0,22 до 1,22 зміна кута нахилу на першому термостабілізаційному циклі відбувається в інтервалі температур 580 – 700 К.

Так в системі [Pd(1,1)/Fe(5)]₅/П при $\frac{d(\text{Pd})}{d(\text{Fe})} = 0,22$ залежність $\rho(T)$ має лінійний

характер до $T=700$ К, але при $\frac{d(\text{Pd})}{d(\text{Fe})} = 0,66$ для Pd(0,4)/(Fe(0,6))₁₀/П лінійність

цієї залежності зберігається до $T=600$ К.

Надлишок Fe приводить до порушення стехіометричного складу компонент, внаслідок чого умови для формування упорядкованої фази ГЦТ-FePd відсутні, тому в плівковій системі Pd(0,4)/(Fe(0,6))₁₀/П починаючи з $T = 400$ К відбувається фазове перетворення із формуванням неупорядкованої ГЦК-PdFe фази. Про концентраційну залежність електрофізичних властивостей можна судити із залежності для ТКО мультишарів [Pd/Fe]_n (рис. 3.17).

Згідно діаграми стану [15], початкова температура упорядкування системи складає 870 К, але при термовідпалюванні мультишарових плівкових зразків до таких температур, було зафіксовано високе значення опору, яке не знижувалося при охолодженні плівки, що відбулося унаслідок руйнування її структурної цілісності. Дослідження морфології поверхні плівкових систем методом АСМ після відпалювання до $T > 900$ К свідчать про їх острівцевоподібний характер

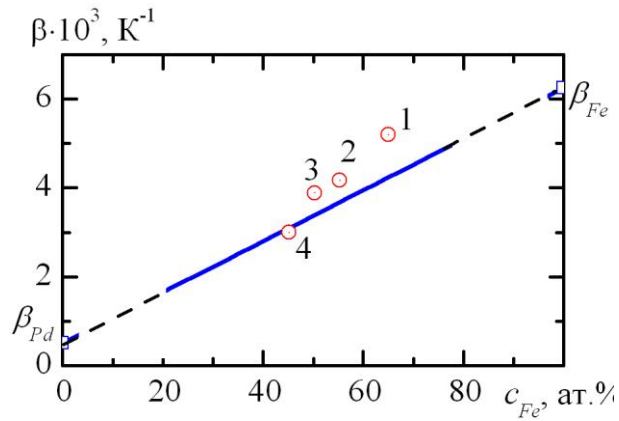


Рис. 3.17. Експериментальна залежність ТКО для мультишарів $[\text{Fe}/\text{Pd}]_n$ від ефективної концентрації атомів Fe у плівкових системах: 1 – $[\text{Pd}(0,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$; 2 – $[\text{Pd}(0,6)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$; 3 – $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_{10}/\text{П}$; 4 – $[\text{Pd}(0,9)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$. Величини β_{Pd} і β_{Fe} відповідають плівкам товщиною 1 і 6 нм

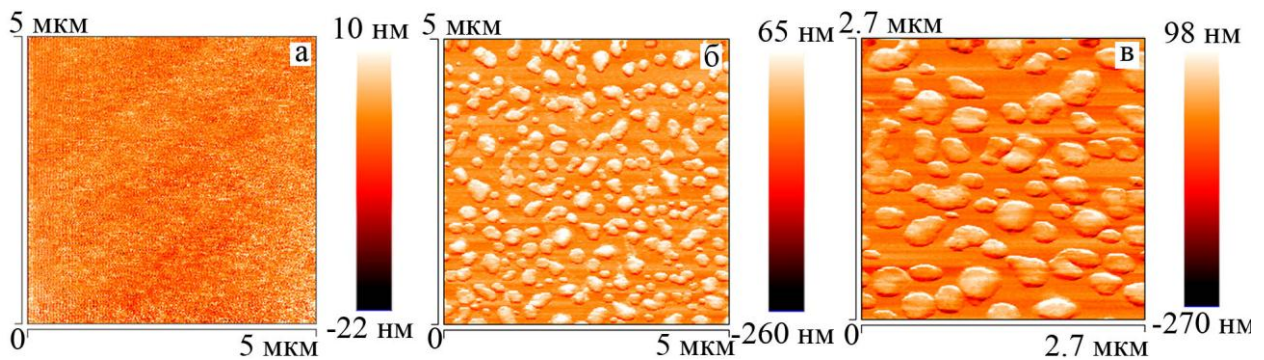


Рис. 3.18. Морфологія поверхні острівцеподібної плівки $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ до (а) і після термообробки до 900 К (б, в)

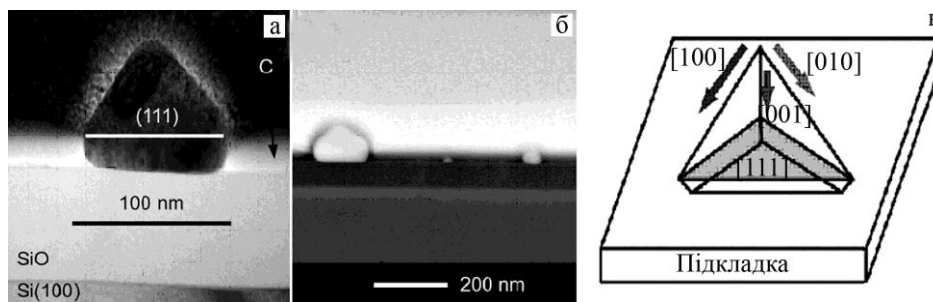


Рис. 3.19. Острівець, утворений у результаті руйнування плівкового зразка $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ та досліджений методом растрової електронної мікроскопії: а – поперечний переріз острівця; б – острівець на поверхні; в – схематична будова острівця [34]

унаслідок руйнування структурної суцільності плівки (рис. 3.18). Середній розмір острівців складав 400 нм. Подібні результати отримані авторами [34], які в системі $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ зафіксували утворення острівців з тетраедричною формою (рис. 3.19) та їх середнім розміром 200 нм. Згідно рентгенографічних досліджень дані утворення представляли собою гомогенний сплав із ГЦК-PdFe фазою.

Отже, відпалювання багат шарової плівкової системи PdFe із тонкими шарами товщиною 0,4 – 1,1 нм при температурах вищих за 850 К приводить до руйнування структурної цілісності плівки і вона стає острівцевоподібною.

Змінюючи умови термообробки, за аналогією із плівковою системою FePt [156, 157], можна отримати нанорозмірну структуру із упорядкованою ГЦТ-FePt фазою. Особливість цієї процедури полягає у проведенні термовідпалювання в два етапи: перший – це швидкий нагрів до 750 – 900 К за короткий інтервал часу (90 с) та охолодження зразку в атмосфері інертного газу азоту зі швидкістю 100 К/хв. Внаслідок виникнення великих напружень у плівковій системі, її структура представляє собою наноострівці із розмірами від 4 до 200 нм [157]. За таких умов формуються активні центри $L1_0$ структури, які, при подальшому (другий етап) повільному нагріванні та охолодженні (3 К/хв) у високовакуумній камері, збільшують свої геометричні розміри. Рис. 3.19 підтверджує, що отримані плівки текстуровані в результаті осадження металу на монокристал Si(111), а оскільки оксидний шар підкладки дуже тонкий, то на рентгенограмах (рис. 3.3 і 3.5) спостерігаються тільки лінії (111) ГЦК-PdFe.

3.4 Тензорезистивні властивості [158, 159]

Нанокристалічні плівкові матеріали на основі металів можуть застосовуватися як термічностійкі елементи пристроїв і систем для контролю напруженодеформованого стану механічних конструкцій, вимірювання тиску, температури, ваги та інших неелектричних величин. У більшості випадків як чутливий елемент тензорезистора використовується металева плівка, але основним

недоліком таких датчиків є невисокі вихідні сигнали через низьке значення коефіцієнта тензочутливості металів. Одним зі шляхів вирішення проблеми підвищення термостійкості тензодатчиків і збільшення їх тензочутливості є перехід до багат шарових плівкових систем і мультишарів – матеріалів, в яких з'являється додатковий механізм розсіювання електронів – межа поділу між окремими шарами.

Явище тензоефекту полягає у відносній зміні опору тонкоплівкового зразка при деформації. На величину тензоефекту впливають такі фактори як зміна геометричних розмірів чутливого елемента, СДВП та ін. У випадку багат шарових плівкових систем значну роль відіграють коефіцієнти дзеркальності і проходження електронами інтерфейсів. У роботі проведені експериментальні дослідження тензоефекту в одношарових плівках Pd і Fe (як компонент мультишару) і двошарових плівкових системах на їх основі. Деформація зразків здійснювалася протягом п'яти деформаційних циклів за схемою «навантаження ↔ зняття навантаження».

Спочатку розглянемо тензорезистивні властивості одношарових зразків Pd та Fe. Приклади деформаційних залежностей для одношарових плівок Pd і Fe представлені на рис. 3.20. Для всіх тензорезистивних залежностей характерним є те, що перший деформаційний цикл відрізняється від решти. Така поведінка обумовлена різними релаксаційними процесами, перерозподілом дефектів кристалічної решітки (дислокації, інорідні атоми) та частковим поворотом кристалітів під час поздовжньої деформації. Починаючи із третього деформаційного циклу тензорезистивна залежність для одношарових плівок Pd і Fe стабілізується, і повторюється із наступними циклами «навантаження ↔ зняття навантаження».

Узагальнені експериментальні результати тензорезистивних властивостей одношарових плівок Pd і Fe представлені на рис. 3.21. З яких видно, що при збільшенні товщини проявляються розмірні ефекти і КТ поступово зменшується. Асимптотичні значення КТ для одношарових плівок Pd та Fe при $d \rightarrow \infty$ становлять $\gamma_{\infty} = 1,51$ та $\gamma_{\infty} = 2,66$ відповідно. У порівнянні з плівками Fe,

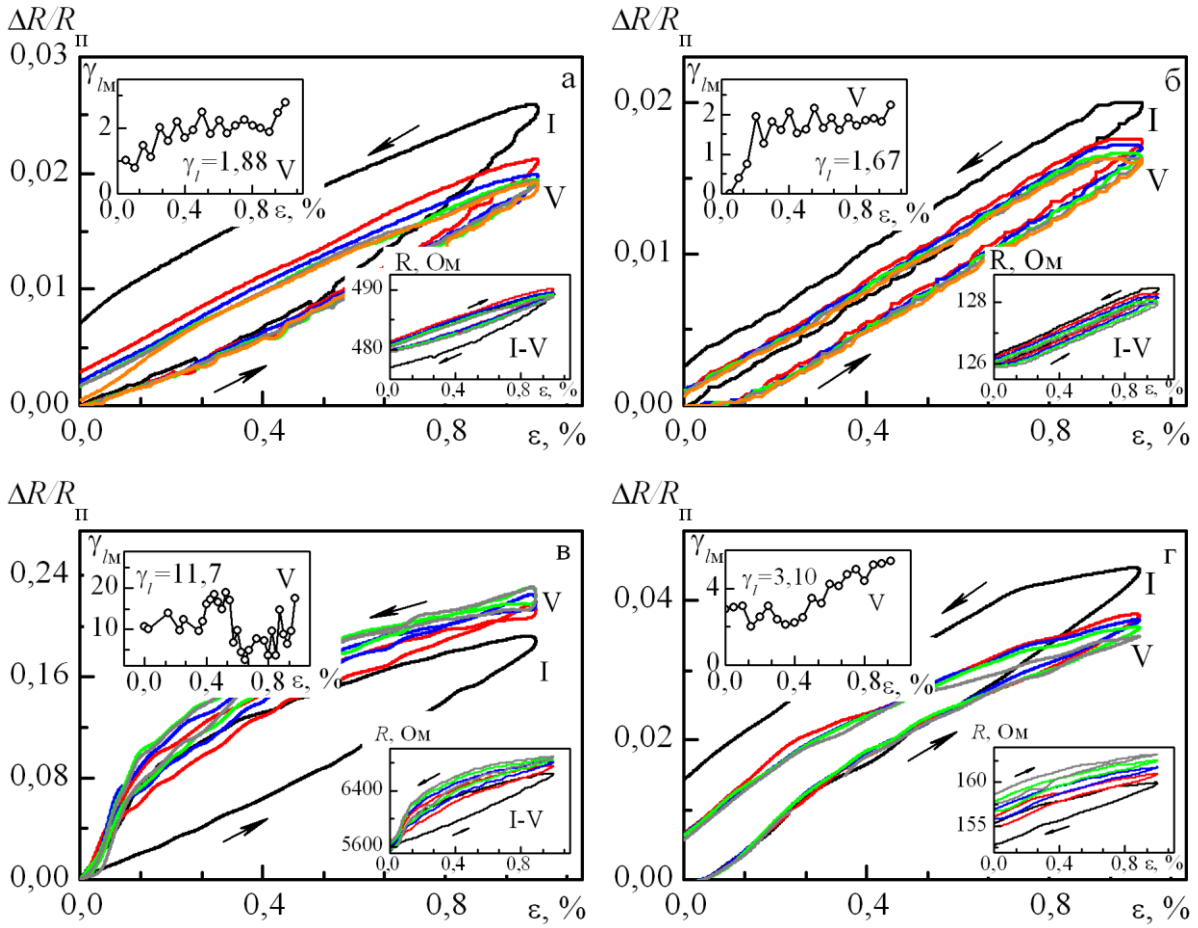


Рис. 3.20. Деформаційні залежності одношарових плівок Pd(30)/Π (а), Pd(40)/Π (б), Fe(6)/Π (в) і Fe(50)/Π (г)

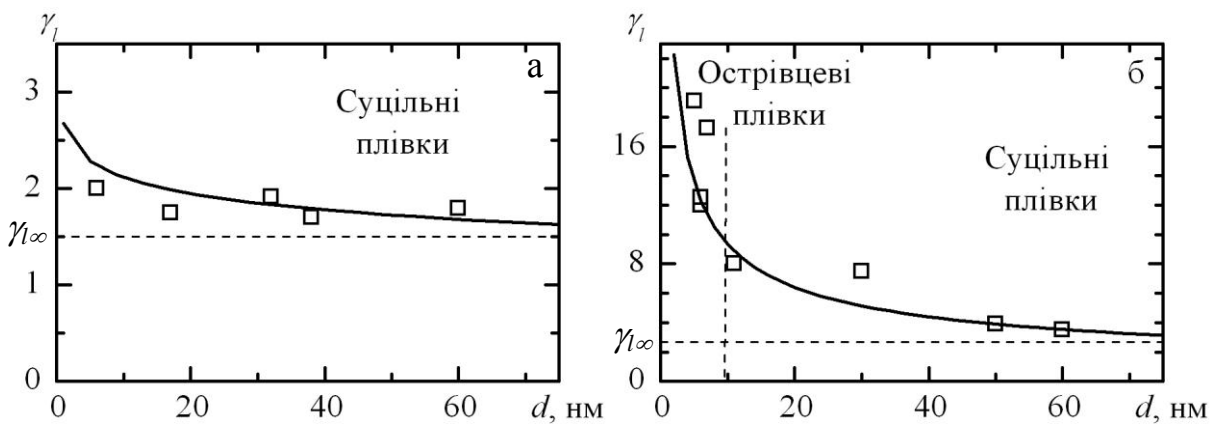


Рис. 3.21. Розмірна залежність КТ одношарових плівок Pd (а) та Fe (б). Плівки Pd електричносуцільні у всьому інтервалі товщин, плівки Fe – від 10 nm

КТ Pd із збільшенням товщини зменшується дуже слабо від 2,55 до 1,51 в інтервалі товщин від 5 до 100 нм (рис. 3.21 а). Відмінність значення КТ для плівкових зразків Fe, полягає в тому що, вони стають електрично-суцільними починаючи від 10 нм, саме завдяки острівцевоподібній структурі та можливим процесам тунелювання в плівках реалізуються високі значення КТ.

Оскільки питомий опір одношарової плівки обумовлений об'ємним розсіюванням електронів на фононах і дефектах (ρ_0), на зовнішніх поверхнях плівки (ρ_d) і на межах зерен (ρ_{gb}), то, вважаючи внесок цих механізмів адитивним, можна записати

$$\rho = \rho_0 + \rho_d + \rho_{gb} = \rho_d + \rho_g, \quad (3.4)$$

де $\rho_0 + \rho_{gb} = \rho_g = \lim_{d \rightarrow \infty} \rho$

Чутливість плівки до деформації $S^\rho = \frac{d\rho}{d\varepsilon_l}$, що визначається через $\gamma_l^\rho = \frac{S^\rho}{\rho}$ за

аналогією до (3.4) має вигляд:

$$S^\rho \cong S_o^\rho + S_{gb}^\rho + S_d^\rho = S_g^\rho + S_d^\rho.$$

Співвідношення S_d^ρ та S_{gb}^ρ будуть мати наступний вигляд:

$$S_d^\rho = \frac{\partial \rho_d}{\partial \varepsilon_l} = \gamma_l^\rho \cdot \rho - \gamma_g^\rho \cdot \rho_g \quad \text{та} \quad S_{gb}^\rho = \frac{\partial \rho_{gb}}{\partial \varepsilon_l} = \gamma_g^\rho \cdot \rho_g - \gamma_{ol}^\rho \cdot \rho_o,$$

де $\gamma_g^\rho = \lim_{d \rightarrow \infty} \gamma_l^\rho$, значення ρ_0 і γ_{ol}^ρ можна взяти для масивних полікристалів.

Вклад у величину γ_g^ρ і S^ρ поверхневого розсіювання електронів для одношарових плівок, що деформувалися в межах пружної деформації, є визначальним лише при малих товщинах, що узгоджується з уявленнями про розмірний ефект.

Чутливість плівок до деформації в області пружної і пластичної деформації

Плівка	d , нм	$\varepsilon_{пер}$, %	$S_{i\delta}^{\rho} \cdot 10^7$, Ом·м/%	$S_{i\varepsilon}^{\rho} \cdot 10^7$, Ом·м /%	$S_{i\varepsilon}^{\rho} / S_{i\delta}^{\rho}$
Fe	35	0,10	1,7	12,6	7,4
	60	0,30	2,5	6,9	2,8
	100	0,40	3,9	7,0	1,8
Pd	18	0,52	10,2	16,4	1,6
	30	0,30	4,1	5,0	1,2
	100	0,25	3,7	3,9	1,1
Pd(5)/Fe(5)/П	-	0,28	3,6	7,6	2,1
Pd(15)/Fe(5)/П	-	0,30	3,4	6,8	2,0
Pd(10)/Fe(20)/П	-	0,48	2,8	5,0	1,8
Pd(30)/Fe(15)/П	-	0,57	3,0	4,2	1,4

При переході до пластичної деформації спостерігається збільшення чутливості до деформації ($S_{i\varepsilon}^{\rho}$) у порівнянні із пружною деформацією ($S_{i\delta}^{\rho}$). В табл. 3.10 наведені параметри чутливостей для одно- і двошарових плівок Fe, Pd і Pd/Fe/П. Величини $S_{i\delta}^{\rho}$ і $S_{i\varepsilon}^{\rho}$ були розраховані, в точках, симетричних відносно точки переходу від пружно-пластичної деформації. Із отриманих результатів видно, що чутливість до деформації при пластичній деформації в кілька разів більша у порівнянні з чутливістю при пружній деформації. У плівках Pd і Fe всі три тензорезистивні величини мають розмірний залежність, але протилежного характеру для $\varepsilon_{пер}$ і $S_{i\varepsilon}^{\rho}$ у плівках Fe.

При пружній і пластичній деформації одно- і багатошарових плівок основний вклад в чутливість до деформації дають процеси розсіювання електронів на межі і в об'ємі зерен, в той час як поверхневе розсіювання вносить помітний внесок при малих товщинах зразків. Аналіз впливу різних механізмів розсіювання електронів (зерномежового, поверхневого або об'ємного) на тензорезистивні властивості можна проводити після визначення параметрів електроперенесення. Для цього вираз для КТ запишемо у вигляді:

$$\gamma_l \cong \eta_l + 2(1 + \mu), \quad (3.5)$$

де $\eta_l = -\frac{1}{\lambda_0} \cdot \frac{d\lambda_0}{d\varepsilon_l}$ – деформаційний коефіцієнт СДВП;

μ – коефіцієнт Пуассона.

ТТП запропонували лінеаризоване співвідношення для КТ, яке дозволяє розрахувати параметри електроперенесення (η_l , λ_0 , p), якщо перебудувати експериментальні результати КТ і товщини в спрямляючих координатах $\gamma_l \cdot d$ від d [61]:

$$\gamma_l d \cong (\eta_{\lambda_{gl}} + 1) f(\alpha) d - \lambda_0 (1 - p) \left[(\eta_{\lambda_g} + 1) f(\alpha) H(\alpha) - (1 - \mu) U(\alpha) \right] \quad (3.6)$$

де $f(\alpha)$ – функція зерномежового розсіювання;

$\alpha = \lambda_0 \cdot L^{-1} \cdot R(1 - R)^{-1}$ – параметр розсіювання;

L – середній розмір кристалітів.

Тоді за тангенсом кута нахилу можна визначити деформаційний коефіцієнт СДВП ($\text{tg}(\alpha) = (\eta_l + 1) \cdot f(\alpha)$). На основі залежності $\gamma \cdot d(d)$ проведено розрахунок величини η_{λ_g} , яка для Pd становить 2,54, а для Fe – 12,62, а значення СДВП дорівнює 20 нм для Pd і 5 нм для Fe.

Слід вказати на те, що значення КТ для одношарових плівок Pd і Fe мають невисоке (від 2 до 12 одиниць), але при переході до дво- і багатшарових плівкових систем значення КТ збільшується, завдяки додатковим механізмам розсіювання електронів.

Із деформаційних залежностей для двошарових зразків Pd/Fe при значеннях деформації 0,3 – 0,4% спостерігається зміна кута нахилу та різке збільшення відносної зміни опору на всіх деформаційних циклах (рис. 3.22). Таку поведінку можна пов'язати із досягненням межі пружної деформації і переходом її до пластичної. Величина деформації, при якій здійснюється перехід від пружної до пластичної деформації залежить від товщини зразків і монотонно зменшується при збільшенні товщини. Так наприклад у

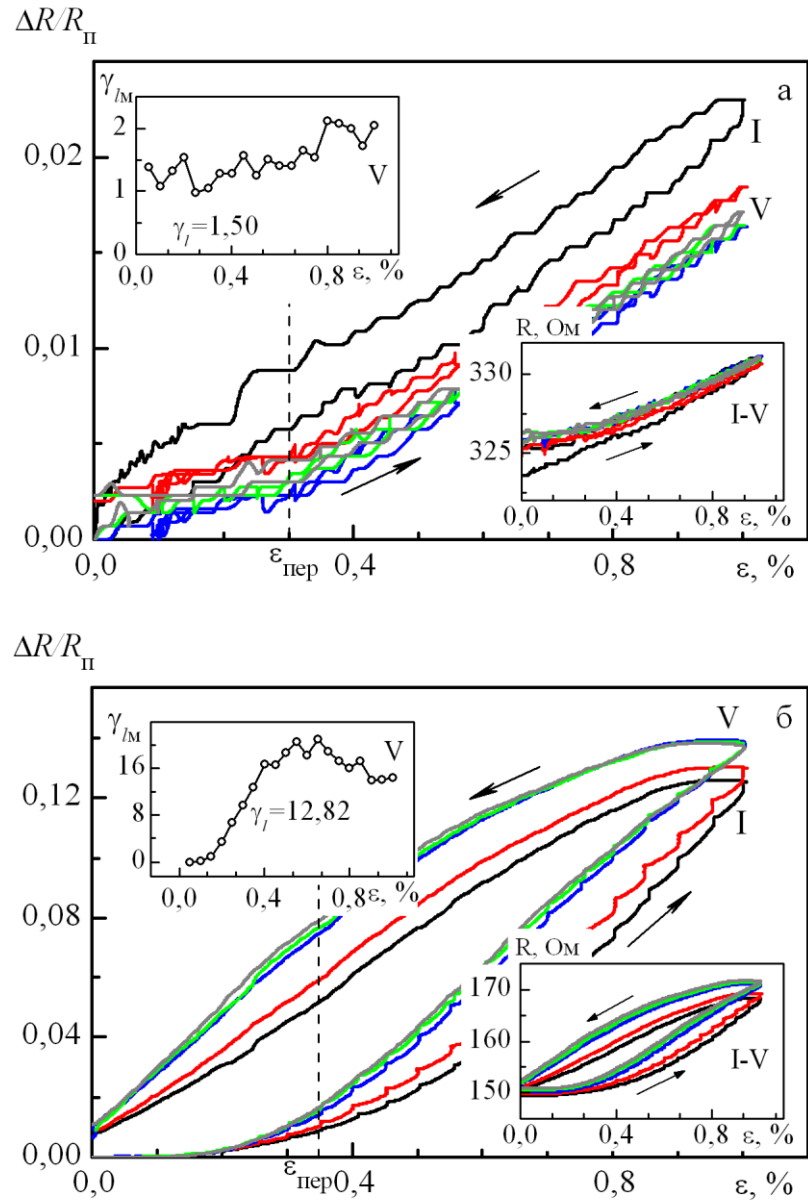


Рис. 3.22. Деформаційна залежність для плівок $\text{Pd}(15)/\text{Fe}(5)/\text{Pi}$ (а) та $[\text{Pd}(5)/\text{Fe}(5)]_3/\text{Pi}$

зразку $[\text{Pd}(5)/\text{Fe}(5)]_3/\text{П}$ межа переходу становить $\varepsilon_{\text{пер}} = 0,35 \%$, а в $\text{Pd}(15)/\text{Fe}(5)/\text{П}$ – $\varepsilon_{\text{пер}} = 0,30 \%$. При переході до багатошарових зразків величина КТ збільшується, наприклад в системі $\text{Pd}(5)/\text{Fe}(5)/\text{П}$ КТ дорівнює 5,5, а в $[\text{Pd}(5)/\text{Fe}(5)]_3/\text{П}$ зростає до 13,9 одиниць, що свідчить про можливе формування т.р., у якому може стабілізуватися гранульований стан, утворюватись магнітні інтерфейси чи інтерметалеві включення.

Виходячи із вищезазначеного, можна зробити висновок про можливість застосування плівкових систем Pd/Fe як чутливих елементів тензодатчиків в деформаційному інтервалі до 0,35 %. Перехід від пружної до квазіпружної або пластичної деформації також приводить до збільшення величини КТ. У другому випадку таке збільшення дуже суттєве, що пов'язане з механізмами пластичної деформації і зерномежовим просковзуванням кристалітів.

Також експериментально встановлено, що на величину КТ суттєво впливає товщина шару Pd (рис. 3.23). Одержано, що при зростанні товщини шару Pd (а відповідно і концентрації атомів Pd) від 5 до 32 нм КТ плівкової системи $\text{Pd}(x)/\text{Fe}(10)/\text{П}$ зменшується від 9 до 6 одиниць.

Фізичні процеси, що обумовлюють зміну КТ, пов'язані зі зміною розмірів параметру кристалічної решітки (збільшення або зменшення внаслідок деформації), амплітуди коливань атомів навколо їх звичних положень, що приводить до зміни СДВП, зміною концентрації дефектів в об'ємі плівки, зерномежових параметрів, появою локалізованих енергетичних рівнів, поворотом кристалітів та їх можливим видовженням (стисненням) [61].

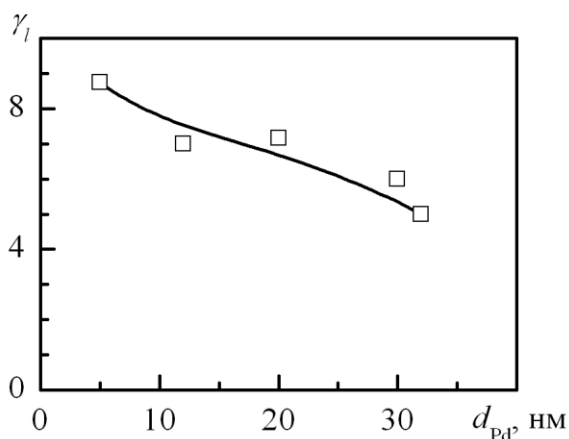


Рис. 3.23. Залежність КТ від товщини шару Pd для плівкової системи $\text{Pd}(x)/\text{Fe}(10)/\text{П}$ (б)

Висновки до розділу 3

1. Проведені дослідження фазоутворення в дво- і багат шарових плівках на основі Pd і Fe показали, що вже при осадженні внаслідок конденсаційно-стимульованої дифузії формується неупорядкована ГЦК-PdFe фаза; установлені температури утворення упорядкованої ГЦТ-PdFe фази: $T_{yn} \cong 850$ К (двошарові плівкові системи із загальною товщиною 10 – 80 нм) і $T_{yn} \cong 780$ К (мультишари із загальною товщиною 10 – 50 нм); встановлено, що відпалювання багат шарової плівкової системи із тонкими шарами (0,4 – 1,1 нм) при температурах вищих за 850 К приводить до руйнування структурної суцільності плівки і вона стає острівцевоподібною.

2. На основі експериментальних залежностей $\rho(T)$ здійснено розрахунок спектрів дефектів кристалічної решітки плівок Pd та α -Fe і визначені енергії активації заліковування дефектів, які мають значення $E = 0,77 - 1,05; 0,46 - 0,66$ еВ, відповідно.

3. Отримано температурні залежності питомого опору і ТКО для одношарових плівок Pd і α -Fe та багат шарових на їх основі, фазовий склад яких відповідає неупорядкованій ГЦК-PdFe фазі та упорядкованій ГЦТ-PdFe фазі. Вперше встановлено, що у плівкових зразках Pd/Fe із вищезазначеним фазовим складом чутливість опору до температури приблизно однакова, а відміна у величині ТКО пов'язана із процесами упорядкування фази ГЦК-PdFe.

4. На основі розмірних залежностей питомого опору від товщини для одношарових плівок Pd і Fe розраховані у дифузному наближенні величини СДВП $\lambda_0 \cong 20$ нм (Pd) і 5 нм (Fe).

5. На основі тензорезистивних досліджень встановлено, що перехід від пружної до квазіпружної деформації в зразках Pd/Fe знаходиться в межах 0,3 – 0,4%, і зсувається в сторону більших деформацій в багат шарових зразках.

РОЗДІЛ 4

ГАЛЬВАНОМАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ МУЛЬТИШАРІВ НА ОСНОВІ Pd і Fe

Велика увага дослідників в галузі матеріалознавства приділяється дослідженню фізики гальваноманітних явищ (магнітна анізотропія, кінетичні та магнітооптичні властивості, процеси перемагнічування) та електрофізичних властивостей у низькорозмірних магнітонеоднорідних плівкових матеріалах, сформованих у вигляді багатошарових плівок і мультишарів, що обумовлено перспективою їх практичного застосування як чутливих елементів приладів спінтроніки, сенсорної техніки та магнітооптики. На сьогодні багатошарові плівкові матеріали, мультишари та гранульовані плівкові сплави на основі феромагнітних і немагнітних металів знайшли широке використання при створенні елементної бази сучасних галузей функціональної електроніки [160 – 163]. При цьому також необхідно відмітити, що стабільність робочих характеристик плівкових елементів у значній мірі залежить від фізичних процесів (зовнішній та внутрішній розмірні ефекти, фазоутворення, дифузія та ін.), які протікають в них. Плівкові системи на основі Pd і Fe з різною товщиною парамагнітних і феромагнітних шарів – це цікаві об'єкти для вивчення магніторезистивних та магніто-оптичних властивостей, створення носіїв інформації з високою густиною магнітного запису та оптоелектронних систем. У порівнянні із масивними матеріалами на магнітні властивості багатошарових плівок впливає цілий ряд факторів: об'ємні та поверхневі неоднорідності; межа поділу окремих шарів (інтерфейс), процеси фазоутворення в об'ємі зразка; перемішування компонент внаслідок взаємної розчинності в твердому стані або конденсаційно-стимульованої дифузії в процесі осадження мультишарів; шорсткість підкладки та межі інтерфейсу; товщина немагнітного шару і структурно-фазовий стан системи в цілому.

Нижче представлені результати експериментальних досліджень гальваноманітних властивостей плівкових систем на основі Pd і Fe.

4.1 Магнітоопір двошарових плівок і мультишарів [164 – 166]

У зразках, сформованих на основі двошарових фрагментів Pd/Fe, які мали різну товщину у багатошарових плівкових системах загального типу та однакову товщину в мультишарах – періодичних плівкових системах, можуть реалізовуватись явища МО, АМО і ГМО. При цьому необхідно вказати, що у зв'язку з високою дифузійною рухливістю атомів, спричиненою конденсаційно-стимульованою дифузією і наперед заданими нами малими товщинами окремих шарів, у зразках в процесі конденсації формується твердий розчин і відбувається розмиття структурних інтерфейсів, що впливає на гальваномагнітні властивості плівкових систем.

Оскільки плівкові матеріали – це двовимірні об'єкти з малим відношенням малим відношенням товщини плівки d до її лінійних розмірів, то для намагнічування плівки в її площині необхідно прикласти магнітне поле, значення напруженості якого значно менше, ніж для випадку, коли плівка намагнічується по нормалі до її площині. Таким чином, специфіка геометричної форми плівок призводить до утворення анізотропії форми. При цьому всі напрямки в площині плівок еквівалентні. Така особливість плівок відіграє велику роль при їх використанні як середовища для поздовжнього магнітного запису (робочого шару) в запам'ятовуючих пристроях. Поряд з анізотропією форми, в плівкових матеріалах виникають також інші види анізотропії, що обумовлено рядом причин. Якщо в процесі конденсації плівки прикласти до неї магнітне поле, то в ній виникне одноосьова магнітна анізотропія. У площині плівки стає енергетично вигідною не будь-яка орієнтація векторів намагніченості, а тільки така, при якій намагніченість плівки направлена поздовж одного переважного напрямку. Вісь, що збігається з цим напрямком, називається віссю легкого намагнічування (ВЛН). На анізотропію впливають різні фактори: кристалічна структура плівки, виникнення напружень, переважна орієнтація пар атомів певного сорту в багатокомпонентній системі та ін.

Анізотропія є найважливішою властивістю феромагнітних матеріалів,

оскільки вона суттєво впливає на процеси перемагнічування, коерцитивну силу та інші фізичні характеристики плівок. У системах при деяких умовах (наявність орієнтованих пружних напружень, стовпчаста структура та ін.) може сформуватися ВЛН, спрямована перпендикулярно до її площини (перпендикулярна анізотропія). Плівки з перпендикулярної анізотропією можуть використовуватися в запам'ятовуючих пристроях з вертикальним способом запису, коли локальні ділянки плівки перемагнічуються не в її площині, а в напрямку, перпендикулярному до поверхні носія. Послідовність таких локальних ділянок малого розміру представляє записану цифрову інформацію. Орієнтація намагніченості по нормалі до площини плівки забезпечує малі розміри перемагнічених ділянок та інформаційну ємність магнітних носіїв. Таким чином, в матеріалах, сформованих у вигляді багатошарових плівок і мультишарів, можуть виникнути різні види анізотропії, які істотно впливають на процеси перемагнічування тонкоплівкових зразків.

Якщо під впливом зовнішнього магнітного поля електричний опір плівкової системи зменшується і виконується нерівність $\frac{R_B - R_0}{R_0} < 0$, а польова залежність має ізотропний характер, то ми говоримо, що в таких системах спостерігаються ознаки ГМО. Якщо вищевказані умови не виконуються, величина опору зразка зростає і $\frac{R_B - R_0}{R_0} > 0$, то в такому випадку в системі проявляються магніторезистивні властивості.

Нами були проведені дослідження магніторезистивних властивостей в трьох основних геометріях вимірювання, які на всіх залежностях мають наступні позначення: паралельна (\circ), перпендикулярна (Δ) і поперечна (\square).

Розглянемо результати дослідження магніторезистивних властивостей плівкових систем на основі Pd і Fe. На рис. 4.1 наведені польові залежності МО двошарових плівкових зразків Pd(10)/Fe(x)/П зі змінною товщиною нижнього ферромагнітного шару $d_{Fe} = 10 - 30$ нм.

На залежності спостерігається прояв анізотропії (див. рис. 4.1). Така

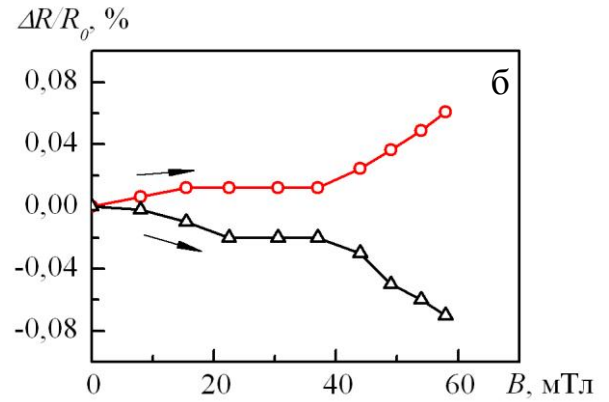
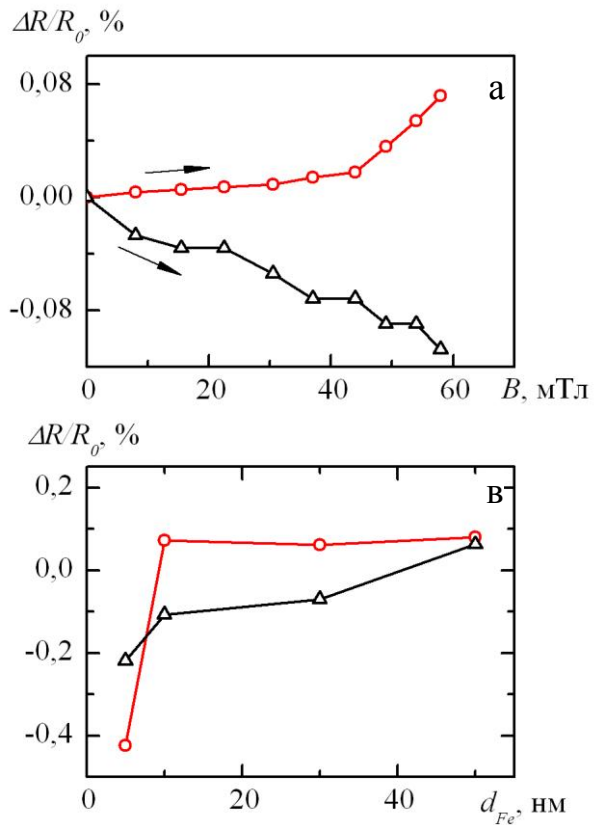
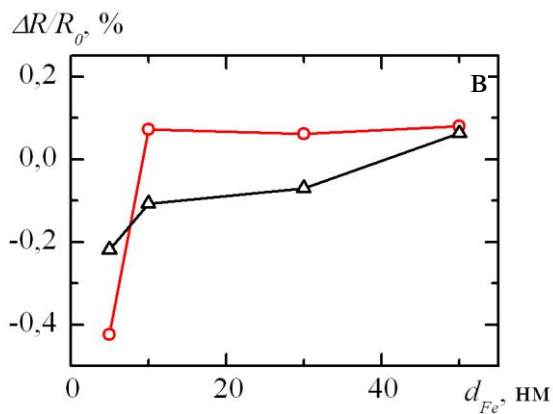


Рис. 4.1. Залежність МО для плівкової системи Pd(10)/Fe(x)/П; $x = 10$ нм (а) і 30 нм (б), та узагальнений графік $\Delta R/R_0(B)$ від товщини плівки Fe (в). Початковий опір $R_0 = 71$ (а); 55 Ом (б). Геометрія вимірювання: паралельна (\circ) та перпендикулярна (\triangle)



поведінка пов'язана із анізотропією шарів Fe, яка проявляється тільки при певних концентраціях атомів Fe, що підтверджується даними роботи [167]. Розмірна (від товщини феромагнітного шару) залежність, на якій спостерігається зменшення по модулю величини МО із зростанням товщини шару Fe в двошаровій плівці, представлена на рис. 4.1. Відсутність осциляцій свідчить про те, що в зразках не проявляються процеси антиферомагнітного упорядкування, подібно до систем Fe/Cr та Fe/Cu, та не відбувається перехід від неслівських доменних стінок до блохівських.

Авторами роботи [8] запропонована конфігурація спін-клапану на основі Co та Au із закріпленим нижнім шаром Au. Аналогічно з цим, нами була сформована спін-клапанна система, яка представляла собою багатошаровий зразок Pd(3)/Fe(3)/Pd(6)/Fe(20)/П з товщиною нижнього шару на 15 % більшою за товщину верхнього, за рахунок чого відбувалося «закріплення» магнітного моменту «магнітожосткого» шару. Верхній шар Pd(3) був нанесений з метою захисту феромагнітного шару від окиснення. Польові залежності МО для вищевказаної системи, на яких при $T = 300\text{K}$ спостерігаються ознаки ГМО, представлені на рис. 4.2. Збільшення величини МО і значення коерцитивної сили після відпалювання зразка до 850 K (див. рис. 4.2 б) пов'язано із процесами фазоутворення і поступовим формуванням у зразку упорядкованої ГЦТ-PdFe фази.

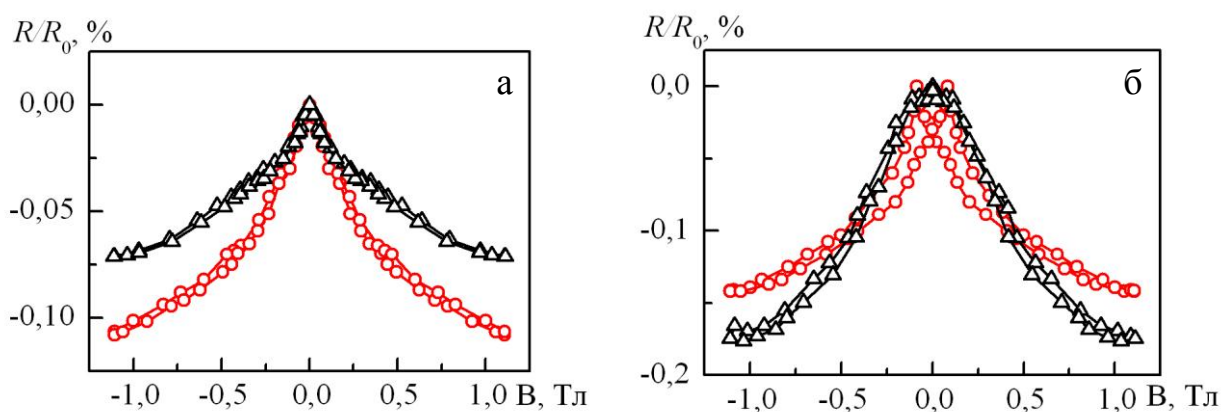


Рис. 4.2. Залежності МО від індукції магнітного поля для багатошарової плівки Pd(3)/Fe(3)/Pd(6)/Fe(20)/П при $T = 300$ (а) і 850 К (б)

На основі співвідношення

$$H_C = \alpha \langle K_a \rangle / M,$$

де $\langle K_a \rangle = K_{\perp} \cdot (L/R_f)$ – середня константа анізотропії;

K_{\perp} – компонента магнітної анізотропії, перпендикулярна до поверхні плівки;

M – намагніченість;

R_f – радіус феромагнітної кореляції;

α – емпіричний коефіцієнт пропорційності,

та експериментальних даних, взятих із робіт [81, 85], проведено розрахунок величини коерцитивної сили H_C для плівки $[\text{Pd}(d_1)/\text{Fe}(d_2)]_2/\text{П}$. Отримано, що при $d_{\text{Pd}} \cong 1$ нм або 3 нм (R_f відповідно дорівнює 0,8 і 2,2 мкм, відповідно) величина H_C зменшується від 1,2 до 0,8 мТл, що якісно узгоджується із результатами для плівок FeNi [137] та Ni [168].

4.2 Температурна, концентраційна і розмірна залежності магнітоопору [169 – 171]

При переході від одношарових до багатошарових плівок і мультишарів виникають додаткові механізми розсіювання електронів на межі поділу окремих шарів у випадку збереження їх індивідуальності або на т.з. магнітних інтерфейсах [104 – 106] у випадку, коли в процесі конденсації мультишару може стабілізуватися

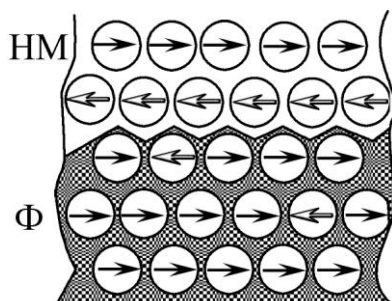


Рис. 4.3. Схематичне зображення магнітного інтерфейсу в плівкових зразках; НМ – немагнітний і Ф – феромагнітний матеріали [104]

гранульований стан, інтерметалеві включення або по всьому об'єму зразка відбувається формування гомогенного твердого розчину.

У цьому випадку електрони розсіюються не на фактичних межах поділу шарів, а на магнітних моментах атомів феромагнітного і немагнітного матеріалів (рис.4.3). При цьому може реалізуватися

спін-залежне розсіювання електронів, система буде мати антиферомагнітне упорядкування, що може призвести до виникнення ефекту ГМО.

Типові залежності МО від величини індукції магнітного поля для зразків, сформованих у вигляді мультишарів $[Pd(1,1)/Fe(0,9 \text{ нм})]_n/П$ ($n = 3; 5; 10$) представлені на рис. 4.4. Збільшення кількості фрагментів мультишару приводить до збільшення внеску розсіювання електронів на магнітних інтерфейсах, що приводить до зростання МО від 0,05 до 0,25 %. Хоча в даних системах формується неупорядкована ГЦК-PdFe фаза по всій товщині багат шарового зразка, утворення магнітних інтерфейсів обумовлює, з точки зору розсіювання електронів, поведінку фрагмента як квазібіластини. При терпендикулярній геометрії вимірювання у випадку $n = 3$ і 5 величина МО дорівнює приблизно 0,06 %, а при $n = 10$ - зростає до 0,12%. Відмітимо, що для трьох орієнтацій вимірювання при $B = 1$ Тл польові залежності виходять на насичення.

Найбільші значення МО (від 0,08 до 0,26%) для свіжосконденсованих мультишарів спостерігаються при паралельній геометрії вимірювання, що пояснюється зміною траєкторії руху електронів під дією сили Лоренца, коли останні, рухаючись по гелікоїді, можуть розсіюватись не тільки на межах зерен в об'ємі зразка, але і між шарами феромагнітного і парамагнітного металів. У системі $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_n/П$ спостерігається зменшення електричного опору під впливом зовнішнього магнітного поля, що свідчить про ознаки ГМО. Після термічного відпалювання мультишарів до 780 К величина МО зростає від 0,2 до 0,4 % (рис. 4.5) і на залежностях можна спостерігати піки, які виникають в процесі перемагнічування і відповідають полю коерцитивності. Такі особливості можна пояснити тим фактом, що при термообробці зразків збільшується середній розмір кристалітів, активізуються дифузійні процеси і відбуваються процеси формування упорядкованої ГЦТ-PdFe фази, атоми Pd дифундують в шари Fe і внаслідок спін-орбітальної взаємодії збільшуються феромагнітні властивості системи, що і обумовлює деяке збільшення величини МО після термооброби.

Узагальнена розмірна (від кількості фрагментів) залежність МО для мультишару $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_n/П$ представлена на рис. 4.6. Встановлено, що

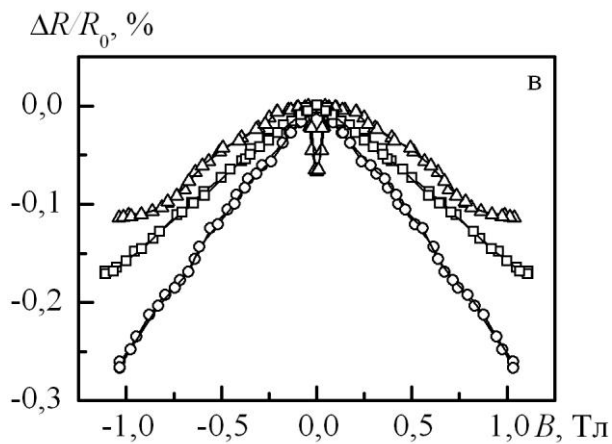
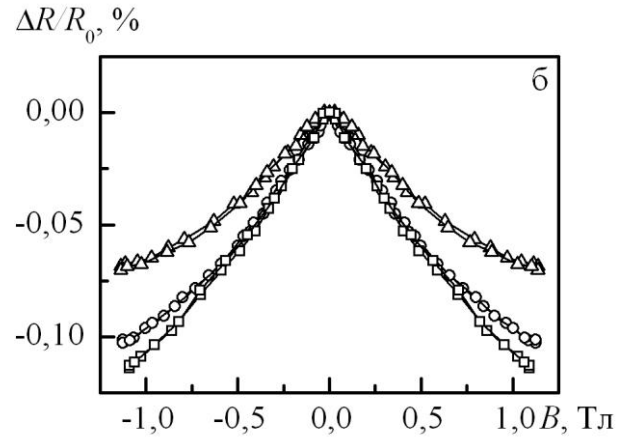
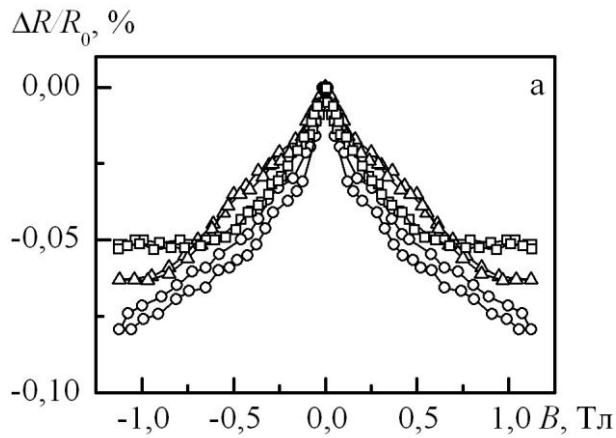


Рис. 4.4. Залежність МО для
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₃/Π (а);
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₅/Π (б);
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₁₀/Π (в) при $T=300$ К.
 Геометрія вимірювання:
 перпендикулярна (Δ), паралельна (\circ)
 і поперечна (\square). Загальна концентрація
 атомів Fe – 50 ат.%

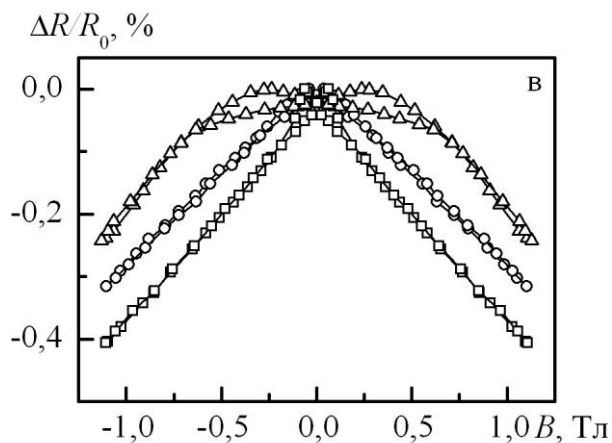
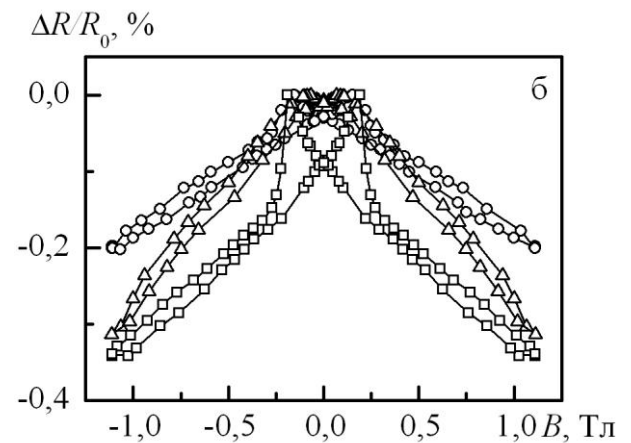
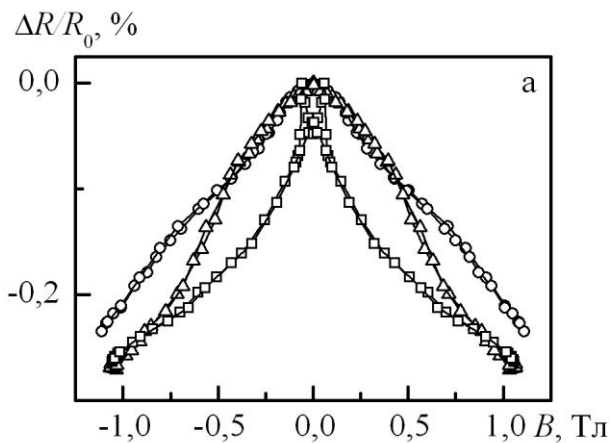


Рис. 4.5. Залежність МО для
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₃/Π (а);
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₅/Π (б);
 [Pd(1,1)/Fe(0,9)]₁₀/Π (в)
 після термічного відпалювання до
 $T = 780$ К.

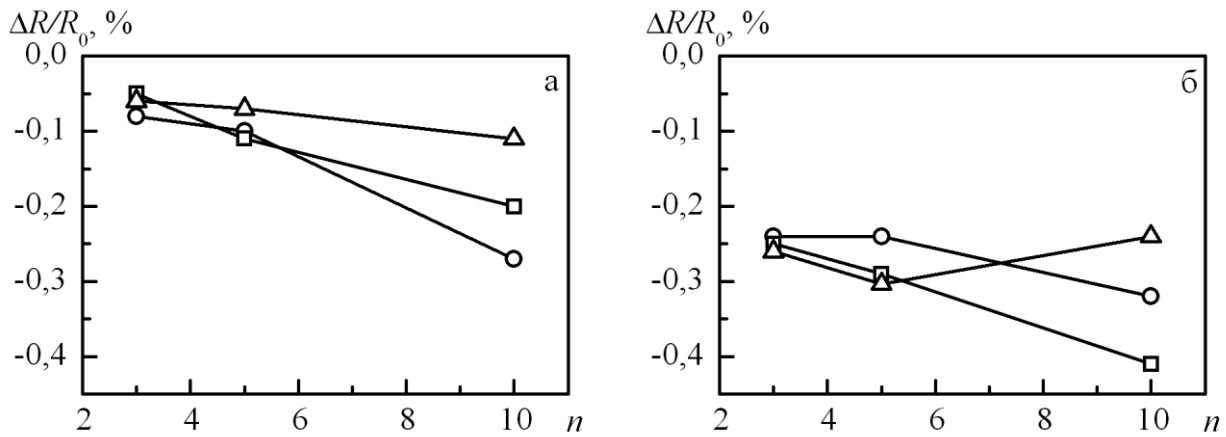


Рис. 4.6. Залежність МО від кількості фрагментів n для системи $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_n/\text{П}$ при $T = 300$ (а) і 780K (б)

для свіжосконденсованих зразків величина МО із збільшенням кількості фрагментів n зростає в 3 – 5 разів. Подібна залежність спостерігається і у відпалених системах для паралельної і поперечної складових, у той час як при перпендикулярній геометрії вимірювання величина МО осцилює в інтервалі $-(0,24 - 0,30)$ %. Після термообробки МО у зразках з $n = 3$ і 5 збільшується в 1,2 рази, при $n = 10$ - в 1,3 – 1,7 рази і має значення від $-0,32$ до $-0,40$ %.

Згідно даних робіт [172 – 175] максимальна обмінна взаємодія між магнітними шарами плівкових систем (як наслідок і величина МО) досягається при певному співвідношенні товщини (концентрації атомів окремих компонент) магнітних і немагнітних прошарків. Ефект посилюється при збільшенні кількості фрагментів багат шарової плівкової системи, зниженні температури і зміні геометрії вимірювання опору - від паралельної до перпендикулярної.

Залежність величини МО від товщини шару Pd у випадку мультишарів $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ з постійною товщиною феромагнітного шару $d_{\text{Fe}} = 0,6$ нм представлена на рис. 4.7. Збільшення концентрації атомів Pd від 35 до 65 ат.% при $x = 0,4 - 1,4$ нм для свіжосконденсованих зразків не приводить до суттєвих змін величини МО ($0,30 - 0,35\%$), що можна пояснити слабкою намагніченістю атомів Pd у присутності атомів Fe.

В результаті термообробки мультишару $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ до $T = 780$ К, величина МО збільшується, перпендикулярна складова виходить на насичення

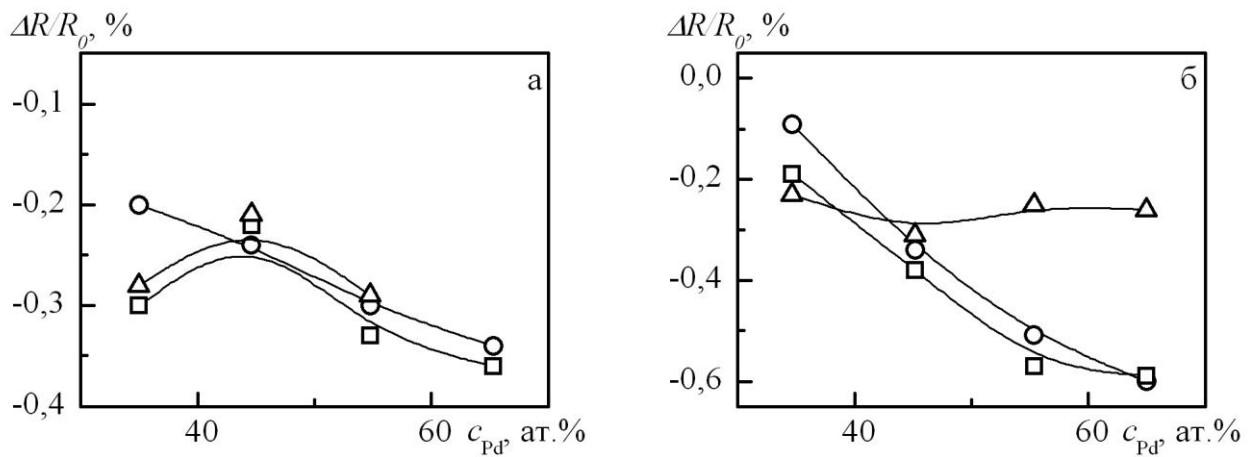


Рис. 4.7. Концентраційна залежність МО для системи $[Pd(x)/Fe(0,6)]_{10}/Pi$ при $T = 300$ (а) і 780 К (б)

при 0,22 %, а значення в паралельній і поперечній геометрії при $c_{Pd} = 35 - 65$ ат.% зростає до 0,60 %.

Згідно результатів роботи [176], в ультратонких плівках Fe (товщиною порядку 2 моношарів) при відпалюванні до $T \approx 450$ К на (111) Pd завдяки морфологічним змінам і більш інтенсивним процесам взаємної дифузії атомів спостерігається ПМА. В плівках Fe товщиною від 3 до 6 моношарів ПМА виникає при $T \approx 600$ К.

В мультишарах на основі Pd і Fe при $T = 300$ К збільшення величини МО при концентраціях $c_{Pd} = 30 - 50$ ат.% можна пояснити особливостями властивостей парамагнітного Pd, який внаслідок спінової взаємодії, в присутності атомів Fe починає проявляти феромагнітні властивості. При концентраціях $c_{Pd} < 30$ ат.% феромагнетизм Pd вже не може впливати на феромагнітні властивості системи, внаслідок чого МО мультишару зменшується (рис. 4.8 а). Концентраційна залежність МО, отримана в паралельній геометрії, розташована вище, ніж залежність МО в перпендикулярній – така поведінка магніторезистивних властивостей характерна для більшості однорідних металевих зразків, в даному випадку мультишару, по всьому об'єму якого відбувається утворення твердого розчину.

У випадку отримання плівок Pd/Fe методом хімічного осадження при $d_{Fe} = 0,1 - 0,5$ нм (загальна товщина системи варіюється від 100 до 200 нм), намагніченість плівок знижувалася від 135 до 95 кА/м [31]. Така магнітна поведінка плівкової системи була обумовлена утворенням т. р. біля інтерфейсу

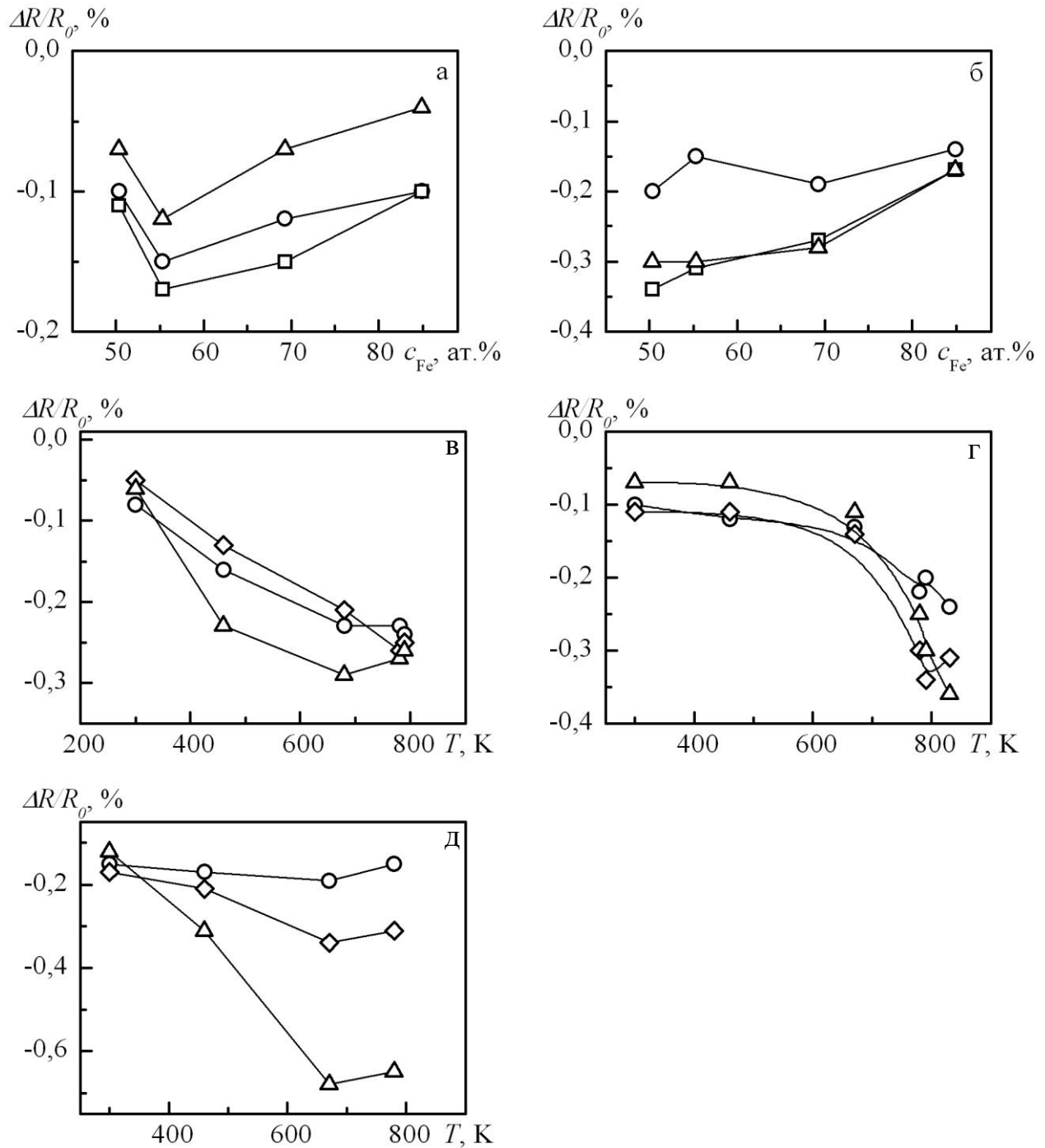


Рис. 4.8. Концентраційна залежність МО для $[Pd(1,1)/Fe(x)]_5/Pi$ при $T=300$ (а) і 780 К (б), де $x = 0,9; 1,1; 2; 5$ нм та температурні залежності МО для мультитарів $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_3/Pi$ (в); $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/Pi$ (г); $[Pd(1,1)/Fe(1,1)]_5/Pi$ (д)

та розмірними ефектами, внаслідок яких до 20% заліза кристалізувалося із утворенням немагнітного Fe із ГЦК решіткою.

У дослідженій нами плівковій системі $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(x)]_5/\text{П}$ мінімальна товщина $d_{\text{Fe}} = 0,9$ нм, але із рис. 4.8 а видно, що величина МО зменшується, що за аналогією з [31], може бути пов'язано із рекристалізацією шару Fe. Мінімум на магніторезистивній залежності можна пояснити стехіометричним складом упорядкованої ГЦТ-PdFe фази. Збільшення концентрації Fe впливає також і на стабільність магнітного інтерфейсу [104]. Під впливом високих температур при концентраціях $c_{\text{Pd}} = 48 - 60$ ат.% в системі PdFe відбувається фазове перетворення із формуванням $L1_0$ структури, в якій повинна проявлятися ПМА. Саме з цих причин для відпалених зразків $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(x)]_5/\text{П}$ на рис. 4.8 б величини для перпендикулярної (Δ) та поперечної (\square) геометрій вимірювання МО мають більші значення, ніж при паралельній (\circ).

Процеси кристалізації та перебудови структури, формування неупорядкованої ГЦК-PdFe фази, яка при підвищенні температури до певних значень поступово упорядковується приводять до сильної температурної залежності магніторезистивних властивостей. Це підтверджується даними рис. 4.8 в-д, на якому наведені температурні залежності величини МО для мультишарів $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{П}$, $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ і $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$. Для всіх трьох випадків на рис. 4.8 в-д можна виділити особливу температурну точку $T = 670$ К, яка згідно [31, 36], відповідає температурі упорядкування. Експериментальні результати, отримані нами, говорять про те, що максимальне значення МО спостерігається при $T = 780 - 810$ К.

Значення МО для систем $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{П}$ і $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ практично не відрізняються ($\sim 0,05\%$), а температурна залежність має однаковий характер, що проявляється у збільшенні абсолютної величини МО при зростанні температури від 300 до 800 К і певної особливості на залежності при $T = 670$ К. Різниця між значеннями МО у паралельній, перпендикулярній та поперечній геометрії вимірювання майже не спостерігається, хоча при збільшенні товщини шару Fe на $\Delta d = 0,2$ нм всі три залежності чітко розмежовуються. Згідно [167], в чистих

плівках Fe спостерігається АМО, ознаки якого присутні в упорядкованій решітці $L1_0$. Із рис. 4.8 в-д видно, що максимальне значення $MO = 0,65 - 0,68 \%$ відповідає перпендикулярній геометрії, а мінімальне $MO = 0,15 - 0,19 \%$ - паралельній.

З метою зниження температури формування упорядкованої фази $L1_0$ та зменшення коерцитивної сили плівкові системи можуть бути сформовані із додаванням невеликої (не більше 10%) кількості домішкових атомів Cu, Ag або Au [177 – 180]. У нашому випадку був вибраний парамагнітний метал – Cu, атоми якого при розчиненні в кристалічній решітці заміщують один із атомів Pd або Fe в елементарній комірці, що приводить до зниження температури упорядкування і величини магнітного поля насичення.

Експериментально було отримано, що формування в мультишарі додаткового (товщина не більше 10% від загальної) шару Cu суттєво впливає на величину MO. Так, наприклад, в мультишарах $[Cu(0,2)/Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/\Pi$ (рис. 4.9) для свіжосконденсованих зразків величина MO при наявності в системі домішкових атомів Cu збільшується на 0,18 – 0,30%. У випадку термостабілізованих систем величина MO збільшується на 0,14 – 0,25% , при цьому в паралельній і поперечній геометрії характер польових залежностей MO і його величина приблизно однакові. Одержані результати підтверджуються авторами роботи [181], в якій досліджено вплив додаткового шару Cu на умови формування упорядкованої фази ГЦТ-FePt. Авторами показано, що атоми Cu

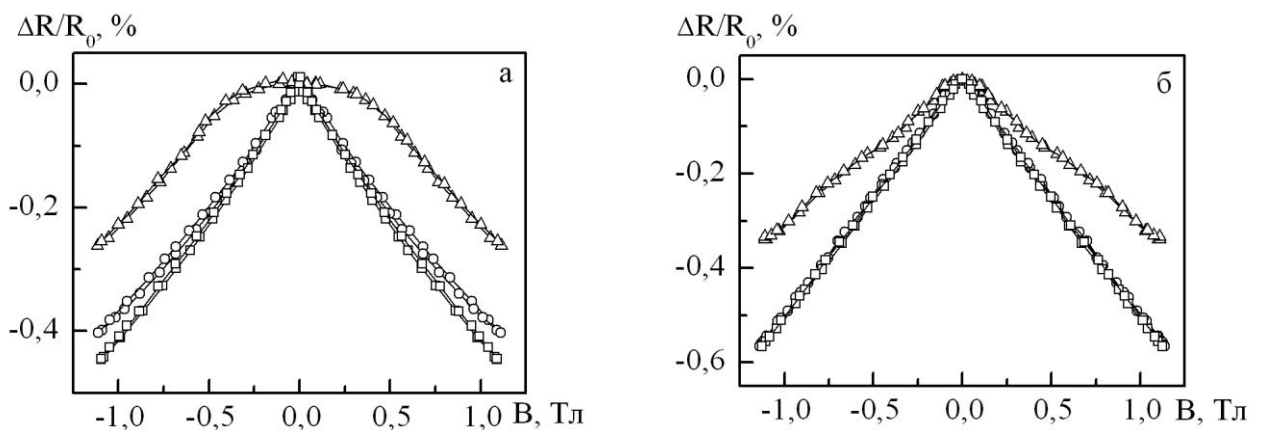


Рис. 4.9. Залежність MO для $[Cu(0,2)/Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/\Pi$ при $T = 300 \text{ K}$ (а) та після термовідпалювання до 780 K (б)

сприяють утворенню текстури (001), що витікає із відношення інтенсивностей дифракційних піків $I_{(001)}/I_{(111)}$, а при збільшенні концентрації c_{Cu} від 1 до 13 %, ступінь упорядкування системи збільшується в 20 разів у порівнянні із зразками без домішки, і зменшується величина коерцитивної сили.

Узагальнені результати температурної залежності величини МО для мультишарів $[Pd/Fe]_n$ представлені в табл. 4.1. Із цих даних видно, що відпалювання зразків приводить до збільшення величини МО, що пов'язано, перш за все, із поступовим формуванням із неупорядкованого т.р. упорядкованої ГЦТ-PdFe фази. Так, при досягненні температури $T = 460$ К активізуються процеси фазоутворення, що спричиняє різке збільшення величини МО для плівкових зразків, яке поступово продовжується до температур $T = 670 - 780$ К, але в даному температурному діапазоні МО збільшується не суттєво.

Узагальнюючи результати дослідження магніторезистивних властивостей багатошарових плівкових систем на основі Pd і Fe, необхідно виділити такі вузлові моменти. По-перше, необхідно мати на увазі, що одношарові плівки Pd в усіх випадках знаходяться у парамагнітному стані (наведений магнітний момент виникає тільки при наявності феромагнітного шару Fe), а плівки Fe при

Таблиця 4.1

Залежність величини магнітоопору від температури відпалювання

Зразок	$\Delta R/R_0, \%$											
	$T = 300$ К			$T = 460$ К			$T = 670$ К			$T = 780$ К		
	○	□	△	○	□	△	○	□	△	○	□	△
$[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_3/\Pi$	-0,08	-0,05	-0,06	-0,16	-0,13	-0,23	-0,23	-0,21	-0,29	-0,23	-0,26	-0,27
$[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/\Pi$	-0,10	-0,11	-0,07	-0,12	-0,14	-0,11	-0,13	-0,30	-0,25	-0,22	-0,34	-0,30
$[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_{10}/\Pi$	-0,27	-0,20	-0,11	-	-	-	-	-	-	-0,32	-0,41	-0,24
$[Pd(1,1)/Fe(2)]_5/\Pi$	-0,12	-0,15	-0,07	-0,14	-0,31	-0,33	-0,16	-0,21	-0,23	-0,19	-0,27	-0,28
$[Pd(1,1)/Fe(1,1)]_5/\Pi$	-0,15	-0,17	-0,12	-0,17	-0,21	-0,31	-0,19	-0,34	-0,68	-0,15	-0,31	-0,65
$[Cu(0,2)/Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/\Pi$	-0,3	-0,27	-0,21	-0,31	-0,31	-0,20	-0,35	-0,37	-0,21	-0,57	-0,57	-0,34

○ - паралельна, □ - поперечна та △ - перпендикулярна геометрії вимірювання величини МО

малих товщинах можуть знаходитися в суперпарамагнітному стані (причиною цього можуть бути як фазовий розмірний ефект), так і розмірний ефект в магнітних властивостях). По-друге, процеси фазоутворення приводять до виникнення в конденсатах Pd наведеного магнітного моменту, який при певних товщинах може бути направлений в протилежну до магнітних моментів атомів Fe у нижніх шарах сторону [182].

У плівкових системах Pd/Fe/П може виникнути магнітний анізотропний ефект (пов'язаний із віссю легкого намагнічування) і ПМА як компонента площинної анізотропії (пов'язана із віссю важкого намагнічування). Оскільки характер магнітної анізотропії важко контролювати, то ми не можемо виділити внесок площинної і перпендикулярної анізотропії в загальну величину МО.

Крім того, оскільки в системах на основі Pd і Fe відбуваються процеси фазоутворення, то отримані нами результати слід порівняти з аналогічними результатами для систем феромагнетик/благородний метал. У даному випадку ми маємо на увазі результати робіт [137, 183 – 184] для плівкових систем на основі Co і Ag [182], Co і Au [183] та Co і Cu [137]. За результатами робіт [183] і [184] характер МО і порядок його величини такий же як у нашому випадку, а в системі на основі Co і Au [184] характер залежності аналогічний, але МО має набагато більше значення: 2,8 % (при концентрації 9 ат.% Co) і 13,5 % (при 23 ат.% Co), що можна пов'язати із утворенням в таких системах гранульованого стану.

Необхідно звернути увагу і на той факт, що при відпалюванні вказаних плівок величина МО, як правило, збільшується. Якісно цей результат можна пояснити, виходячи із напівемпіричного правила Колера, згідно якого величина МО є функцією відношення V/ρ , де ρ – питомий опір зразка. У процесі відпалювання зразка питомий опір плівок зменшується, оскільки відбувається заліковування дефектів і рекристалізація, в результаті цього величина МО збільшується. Однією з причин, може бути також формування упорядкованої ГЦТ-PdFe фази, що являє собою чергування атомних шарів Pd і Fe, на яких під дією магнітного поля розсіюються електрони.

З метою розширення комплексу даних стосовно фізичних властивостей

плівкових систем на основі Pd і Fe нами були проведені магніто-оптичні вимірювання. Вивчення магніто-оптичних властивостей плівок методом МОКЕ дають можливість отримання інформації про магнітні властивості феромагнітних матеріалів, тонких плівок і наноструктур. В приладових структурах, внаслідок спінової поляризації електронів провідності на локалізованих магнітних моментах феромагнітної складової петля гістерезису може мати ступінчатий вигляд, що дозволяє визначити чутливість системи до поля перемикавання і робочий діапазон приладової структури.

Дослідження методом МОКЕ вказують на те, що магніто-оптичні властивості суттєво залежать від двох типів упорядкування – атомного і магнітного. Зокрема, коерцитивність та її анізотропія змінюється при переході від структурно-розупорядкованої ГЦК-фази до упорядкованої ГЦТ-фази.

На рис. 4.10 (а, б) приведені залежності МОКЕ для мультишару $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$ при $T = 300$ і 780 К. У свіжосконденсованому зразку переключення (зміна напрямку магнітних моментів) відбувається у вузькому діапазоні полів $\sim 0,15$ мТл, що можна пояснити утворення в системі т.р. та реалізацією механізму утворення магнітних інтерфейсів. Після відпалювання помітно (від 8,3 до 75,8 мТл) збільшується значення коерцитивної сили B_C та відбувається зменшення кута Керра Θ від $0,90^\circ$ до $0,71^\circ$.

Встановлено, що при стехіометричному співвідношенні концентрації атомів магнітної і немагнітної компонент в мультишарах $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ спостерігається анізотропія і, відповідно, залежність коерцитивної сили (B_C) від кута Керра (Θ). У мультишарі $[\text{Pd}(0,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ спостерігалось найбільше значення B_C і Θ , що пов'язано із властивостями парамагнітного Pd (рис. 4.10 в). Осциляційна залежність $\Theta(d_{\text{Pd}})$, як в системі Cu/Co/Cu [185], яка свідчила про реалізацію антиферомагнітного упорядкування, не спостерігалась.

Серія магніто-оптичних залежностей для мультишарів $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$, що були відпалені до $T = 780$ К, представлена на рис. 4.11, із якого видно суттєву зміну форми петель гістерезису при зміні концентрації атомів Pd і Fe.

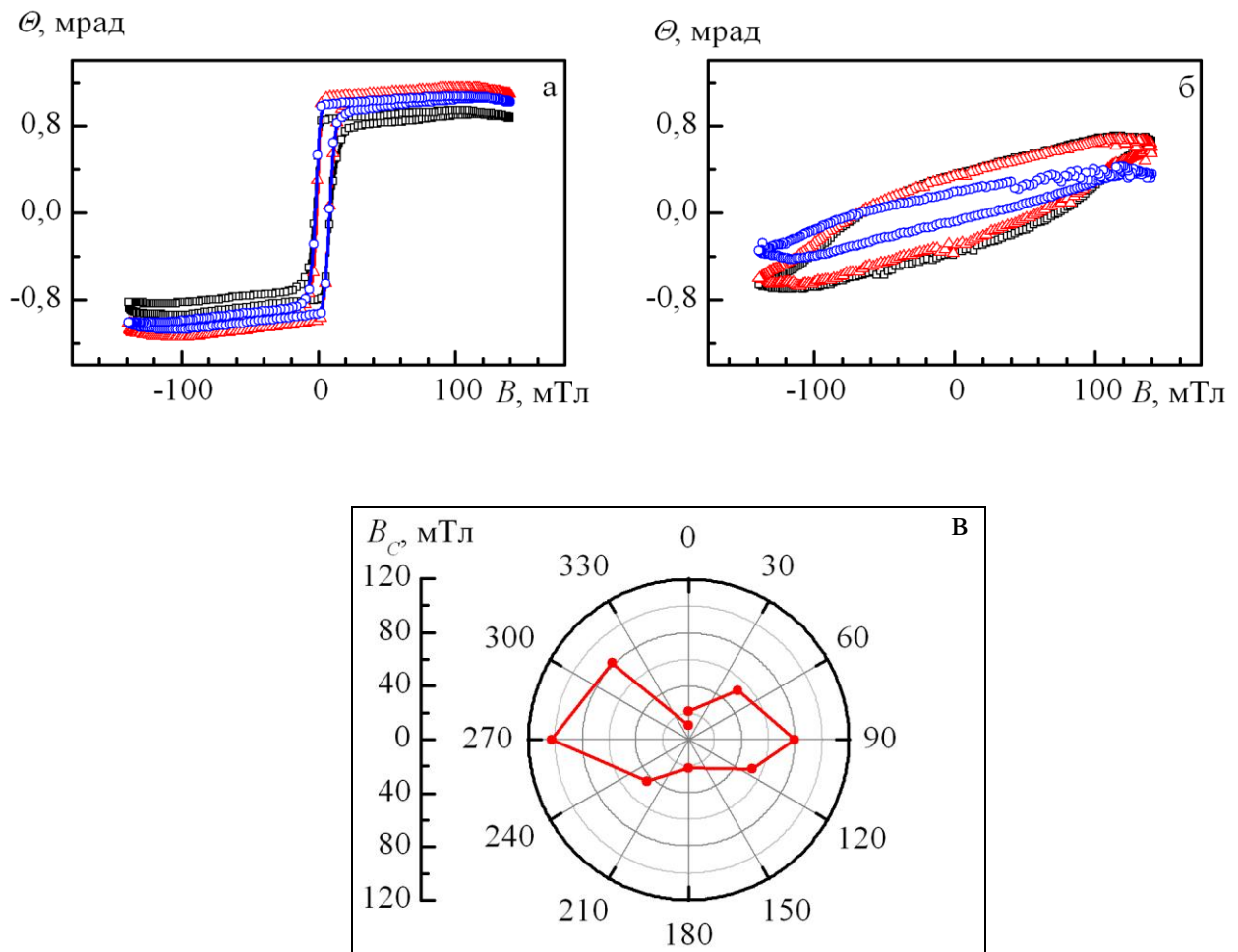


Рис. 4.10. Залежності МОКЕ для $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(1,1)]_5/\text{П}$ $T = 300$ (а) і 780 К (б); залежність коерцитивної сили від кута вимірювання для системи $[\text{Pd}(0,9)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ при $T = 780$ К (в). $\square - 0^\circ$; $\triangle - 45^\circ$; $\circ - 90^\circ$

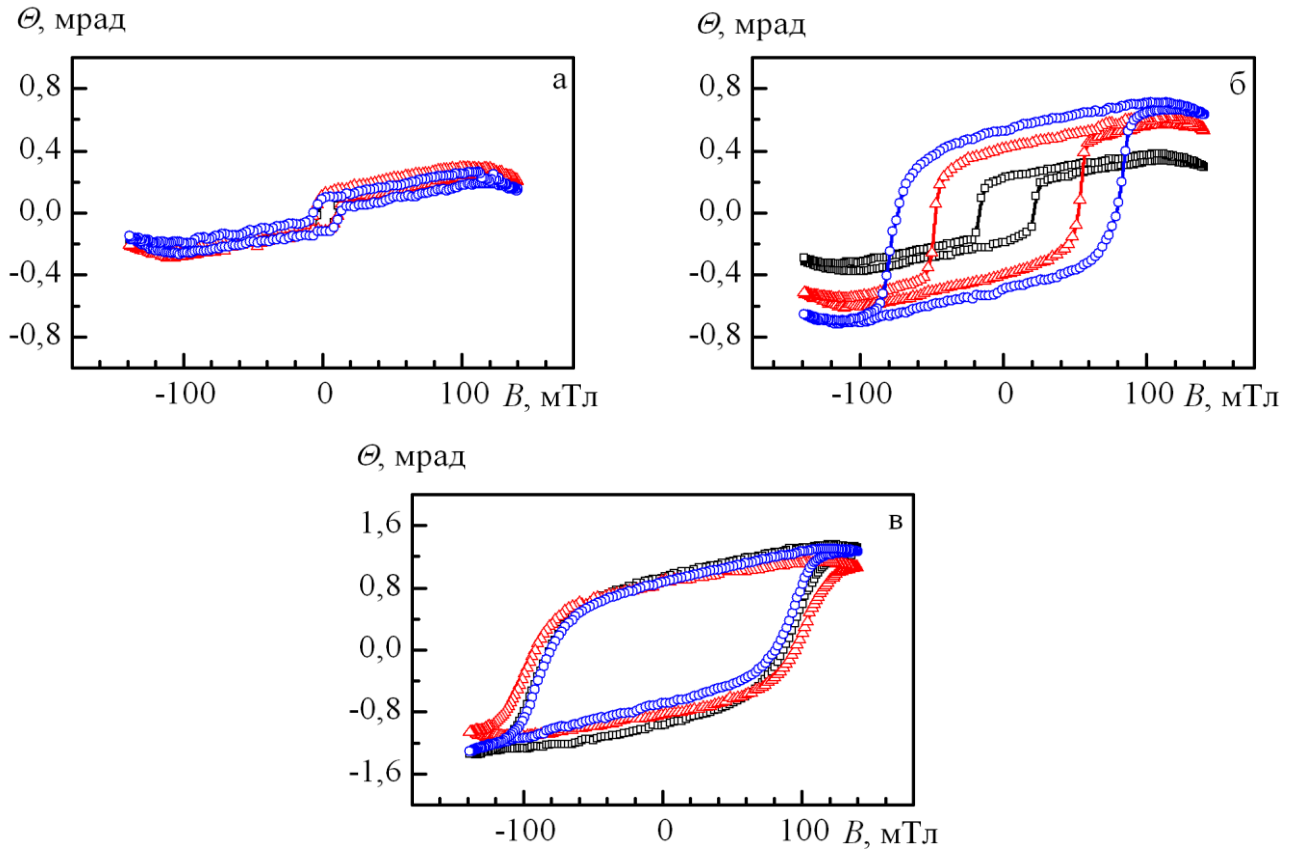


Рис. 4.11. Залежності кута Керра від індукції магнітного поля для мультишарів $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\Pi$ при $T = 780 \text{ K}$, де $x = 1,1$ (а); $0,9$ (б); $0,4$ нм (в); $\square - 0^\circ$; $\triangle - 45^\circ$; $\circ - 90^\circ$

4.3 Апробація теоретичної моделі Тельє і Тоссе для магнітоопору [186 – 188]

Для розуміння фізичних процесів у явищі МО дуже важливо проаналізувати фундаментальну проблему в магнітних властивостях – динаміку електронів у зовнішніх магнітних полях. Дане питання постійно знаходиться у полі зору дослідників. Узагальнені дані робіт [189 – 191] можна представити у вигляді рис. 4.12. У них аналізується питання про можливі траєкторії електронів при поздовжньому, поперечному чи перпендикулярному напрямі \mathbf{B} відносно напрямку протікання електричного струму. Відмітимо, що перші дві геометрії з точки зору динаміки руху електронів не мають принципової різниці (поздовжня орієнтація – це граничний випадок поперечної при куті $(\mathbf{J}, \mathbf{B}) = 0$), тому на рис. 4.12 вони об'єднуються спільною назвою «паралельна орієнтація». При слабких магнітних полях електрони провідності розсіюються на неоднорідностях матеріалу та дефектах кристалічної структури, тоді як при сильних полях на них впливає сила Лоренца, а магніторезистивні властивості залежать від топології поверхні Фермі.

Представлені схеми до деякої міри пояснюють фізичну сторону динаміки електронів провідності. Але, на наш погляд, дуже важливо для правильної інтерпретації розуміти і кінетику руху електронів у магнітному полі.

Мова іде про те, що під дією поля відбувається зміна величини λ_0 і коефіцієнтів p , R , r і Q . Кількісно цю залежність можна характеризувати такими

параметрами: магнітним коефіцієнтом СДВП $\eta_{\lambda_0 B} = -\frac{1}{\lambda_0} \frac{\Delta \lambda_0}{\Delta B}$ та відповідними коефіцієнтами $\eta_{pB} = -\frac{1}{p} \frac{\Delta p}{\Delta B}$, $\eta_{R(r)B} = -\frac{1}{R(r)} \frac{\Delta R(r)}{\Delta B}$ і $\eta_{QB} = -\frac{1}{Q} \frac{\Delta Q}{\Delta B}$. Однак з

методичної точки зору визначати ці коефіцієнти надто складно, тому обговорювати їх роль в явищі МО можна лише на якісному рівні.

Класична теорія поздовжнього і поперечного МО виявилася недостатньо ефективною, оскільки в її основу була покладена модель Фукса-Зондгеймера, розроблена для монокристалічних пластин, яка враховувала лише поверхневе

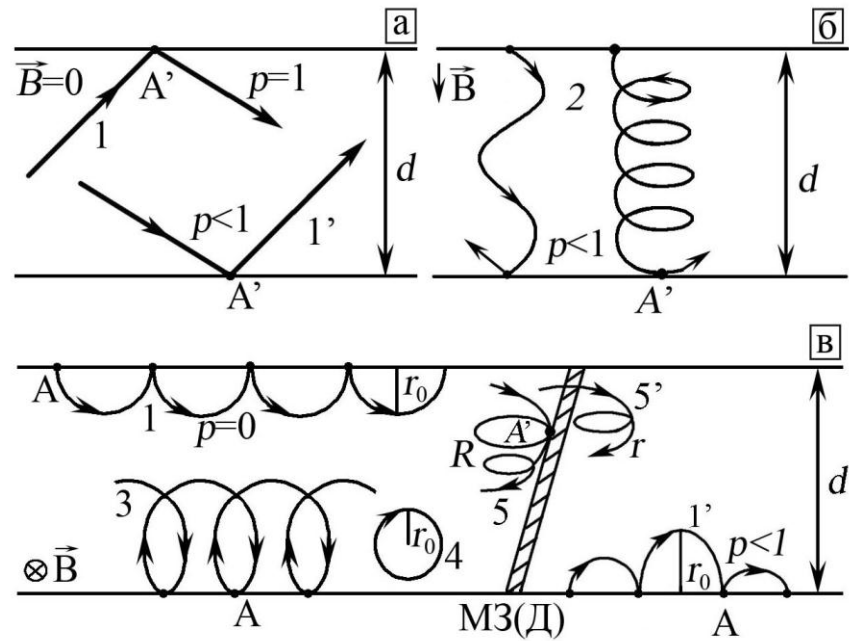


Рис. 4.12. Траєкторії руху електронів у тонкій плівці із товщиною d при відсутності (а), перпендикулярній (б) і паралельній (в) орієнтаціях зовнішнього магнітного поля: при дзеркальному (1, 3) та дифузному (1') відбитті електронів від поверхні плівки; 2 – гелікоїдальна траєкторія електронів; 4 – замкнута траєкторія електрона; 5 – дифузне або дзеркальне відбиття електрона від межі зерна (МЗ) або межі домену (МД); 5' – когерентне або некогерентне проходження МЗ(Д) електроном; А, А' – точки відсікання траєкторії або відбиття електрона від поверхні плівки або МЗ(Д)

розсіювання електронів. Сучасна напівкласична модель Тельє і Тоссе [68] враховує не тільки поверхневе (дифузне чи дзеркальне) відбиття електронів провідності, але і зерномежове. Авторами [68] аналізуються питання про поперечний і поздовжній МО із урахуванням відповідних механізмів розсіювання. Особливістю моделі Тельє і Тоссе є те, що із неї як граничні випадки витікають моделі Фукса-Зондгеймера і Као [70].

Розглянемо методику розрахування МО із врахуванням поверхневого розсіювання електронів. Згідно літературного огляду із рівняння Больцмана (1.3) отримуємо загальне співвідношення для відносної питомої провідності (1.9) матеріалу, на який діє зовнішнє магнітне поле. Повна величина густини струму (j) визначається проєкціями j_x і j_y :

$$\begin{aligned} j_x &= \sigma_0(E_x A - \xi E_y B), \\ j_y &= \sigma_0(E_y A + \xi E_x B), \end{aligned} \quad (4.1)$$

де $\sigma_0 = ne^2 \lambda_0 / m v$ – питома провідність масивних зразків, яка не залежить від індукції магнітного поля.

A і B – пов'язані із параметрами μ і ξ такими співвідношеннями:

$$\begin{aligned} A &= \frac{3}{2} \left\{ -\frac{1}{2} \mu + \mu^2 + \frac{\mu}{2} (1 - \mu^2 + \xi^2 \cdot \mu)^2 \ln \left[\frac{(1 - \mu^{-1})^2 + \xi^2}{1 + \xi^2} \right] - 2 \xi \mu^3 \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{\xi}{\mu \xi^2 + 1 + \mu^{-1}} \right) \right\}, \\ B &= \frac{3}{2} \left\{ -\mu^2 + \mu^3 \ln \left[\frac{(1 + \mu^{-1})^2 + \xi^2}{1 + \xi^2} \right] + \frac{\mu}{\xi} (1 - \mu^2 + \xi^2 \mu^2) \cdot \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{\xi}{\mu \xi^2 + 1 + \mu^{-1}} \right) \right\}, \end{aligned}$$

У наближенні моделі ефективної СДВП співвідношення (1.6) можна записати так:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong \frac{A^2 + \xi^2 B^2}{A}, \quad (4.2)$$

яке у випадку слабких полів і $\xi \geq 1$ спрощується до вигляду:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong A = \frac{3}{2} \mu^* \left[\mu^* - \frac{1}{2} + (1 - \mu^{*2}) \ln \left(1 + \frac{1}{\mu^*} \right) \right], \quad (4.3)$$

де $\mu^* = k/(1-p)$.

Формула (4.3) носить назву рівняння Котті, і в ньому можна здійснити заміну μ^* на μ якщо $p > 0,5$ і $k > 0,01$. При умові $B \rightarrow \infty$ формула (4.2) спрощується до виду:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong \left(1 + \frac{3}{8} \mu \right)^{-1}.$$

У випадку поздовжнього прикладеного магнітного поля ($\mathbf{B} \parallel \mathbf{J}$), урахувавши вищезазначене, отримуємо співвідношення наведені в літературному огляді (1.7) та (1.9). Для апробації (1.7) розглянемо граничні випадки при слабких та сильних зовнішніх магнітних полях, що мають вигляд:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong \left[1 + \frac{3}{8k} (1-p) \right]^{-1} \text{ і } \text{д} \text{è } k/k_r \gg 1 \text{ } \text{ñ} \text{è} \text{á} \text{á} \text{è} \text{è} \text{ò} \text{ ì} \text{ á} \text{á} \text{í} \text{ } \text{³} \text{ò} \text{ì} \text{ è} \text{ò} \text{ ì} \text{ ì} \text{ è} \text{ü} \text{ö}, \quad (4.4)$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong 1 - \frac{3\pi}{8k_r} \text{ і } \text{д} \text{è } k/k_r \ll 1 \text{ } \text{ñ} \text{è} \text{è} \text{ü} \text{ì} \text{ è} \text{ò} \text{ ì} \text{ ì} \text{ è} \text{ü} \text{ö}. \quad (4.4')$$

Поверхнєве розсіювання електронів в тонкоплівкових матеріалах відіграє значну роль, але не менш вагомий внесок дають також розсіювання на межах зерен, і тому врахуємо цей чинник.

Враховуючи зерномежеве розсіювання, співвідношення (4.1) при поперечній орієнтації поля мають дещо інший вигляд:

$$j_x = \frac{3}{2} \sigma_0 (E_x C - \xi E_y D),$$

$$j_y = \frac{3}{2} \sigma_0 (E_y C + \xi E_x D),$$

де C і D відрізняються від A і B у співвідношенні (4.1):

$$C = \frac{1}{b_3} \left[-\frac{1}{2} + a_3 + \frac{\xi^2 + b_3^2(1-a_3^2)}{2b_3^2} \ln \left[1 + \frac{b_3^2(1-a_3)}{\xi^2 + a_3^2 b_3^2} \right] - \frac{2\xi a_3}{b_3} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{b_3^2 \xi}{\xi^2 + a_3^2 b_3^2 (1+a_3)} \right) \right],$$

$$D = \frac{1}{b_3^2} \left[-1 + a_3 \ln \left(1 + \frac{b_3^2(1+2a_3)}{\xi^2 + a_3^2 b_3^2} \right) + \frac{\xi^2 + b_3^2(1-a_3^2)}{b_3 \xi} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{b_3 \xi}{\xi^2 + a_3^2 b_3^2 (1+a_3)} \right) \right],$$

де $b_3 = \mu^{-1} + \nu^{-1}(1-c)$;

$c \cong 4/\pi$;

$a_3 = b_3^{-1}(1+c^2\nu^{-1})$;

$\nu = L(\lambda_0 \ln(1/r))$;

L – середній розмір кристалітів.

У спрощеному загальному вигляді МО для поздовжньої геометрії записано у співвідношенні (4.2), а для поперечного має такий вигляд:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} \cong \frac{3C^2 + \xi^2 D^2}{2C}, \quad (b_3 \neq 0).$$

Із експериментальних даних, найбільший внесок дає саме поздовжній МО, тому для нього розглядаємо граничні випадки:

$$\frac{\sigma}{\sigma_g} \cong 1 - \frac{3}{8k_g} \quad \text{і} \quad \delta \ll k/k_r \gg 1 \quad (4.5)$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_g} \cong 1 - \frac{3\pi}{8k_r} \quad \text{і} \quad \delta \ll k/k_r \ll 1 \quad (4.5')$$

де $\sigma_g = \sigma_\infty \cdot f(\alpha)$ – питома зерномежова провідність;

$$k_g = \frac{d}{\lambda_g} = \frac{k}{f(\alpha)}.$$

Необхідно підкреслити, що співвідношення (4.5') майже співпадає із (4.4'), що означає зникнення різниці у величині МО у цих двох граничних випадках,

однак при цьому повинна виконуватися також умова $f(\alpha) \cong 1$. Крім того, при певних допущеннях стосовно граничних умов, модель Тельє, Тоссе узгоджується з моделлю Као.

Апробація теоретичної моделі Тельє і Тоссе [68] здійснювалася на основі експериментальних результатів одношарових плівок Pd і Fe. На рис. 4.13 представлена магніторезистивна залежність опору плівок Pd(15 – 45 нм) від індукції магнітного поля при поздовжній (паралельній) геометрії вимірювання. Незначна чутливість зразків до дії магнітної індукції пояснюється парамагнітним станом зразків. Значення МО для Pd(15 – 45) (рис. 4.13 а-в) коливається від 0,02 до 0,04 % і має анізотропний характер, подібні результати наведені в роботі [167]. Стосовно плівок Fe(15 – 45), то в них величина МО складає 0,08 – 0,14 %. Дані про параметри електроперенесення знаходилися шляхом екстраполяції на нескінченність розмірної залежності питомого опору для кожного матеріалу.

При апробації співвідношення (1.9) експериментальні дані перебудовувалися у координатах $\sigma_{\parallel}/\sigma_g$ від товщини плівки (суцільна лінія на рис. 4.14). Необхідна для цього величина σ_g мала виражений анізотропний характер, що проілюстровано на рис. 4.13. Величина функції зерномежового розсіювання визначалася по ρ_g або σ_g , яка в нашому випадку дорівнювала $f(\alpha) \cong 0,43$ для Pd і $f(\alpha) \cong 0,40$ для Fe. Оскільки умови нашого експерименту (слабкі поля) задовольняють нерівності $k/k_r \gg 1$, то розрахункові дані за співвідношенням (1.9) дають результати, які мало відрізняються (як для Pd так і Fe) (пунктирна лінія на рис. 4.14). За результатами аналізу розмірної залежності відносної провідності можна зробити висновок, що теоретична модель Тельє і Тоссе задовільно узгоджується із експериментальними даними, і більш коректно враховує процеси зерномежового розсіювання електронів (маядасівський механізм) у порівнянні з поверхневим (фуксівський механізм).

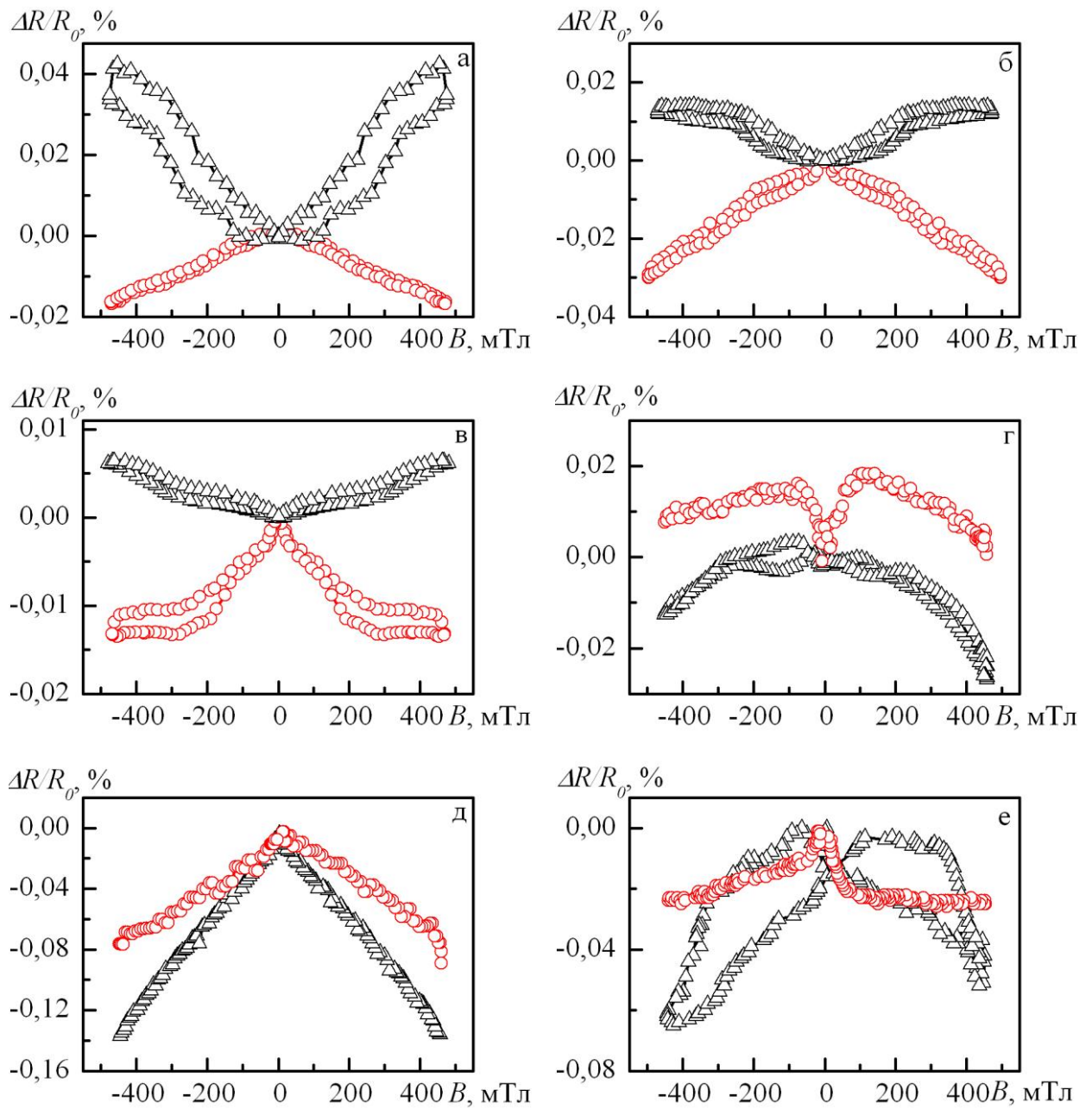


Рис. 4.13. Анізотропний характер МО у плівках Pd(15; 30; 45 нм) (а, б, в) та Fe(15; 30; 45 нм) (г, д, е)

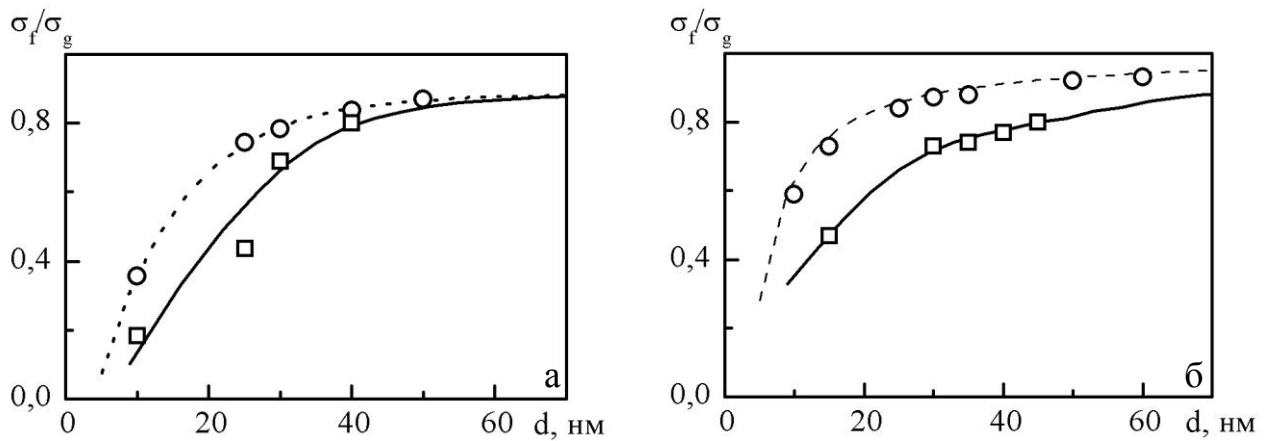


Рис. 4.14. Відносна провідність тонкоплівкових зразків Fe(10–40) (а) та Pd(15–45) (б) для експериментальних (\square) і теоретичних (\circ) результатів. В дужках товщина в нм

4.4 Ефект Холла в мультишарах на основі Pd і Fe [192 – 194]

У зв'язку з розвитком наноелектроніки і спінтроніки дослідженню ефекту Холла приділяється велика увага, оскільки на його основі можуть бути створені високочутливі вимірювачі магнітного поля, мікроелектронні компаси, датчики переміщення та вимірювання частоти обертання [195, 196]. Останнім часом великий інтерес викликає розробка і застосування методик дослідження ефекту Холла в багатошарових плівкових системах, результати яких успішно використовуються для визначення концентрації і рухливості носіїв заряду. На основі датчиків Холла створені амперметри для вимірювання електричного струму до 100 кА, вимірювачі лінійних і кутових переміщень, прилади для вимірювання градієнта магнітного поля і магнітного потоку, безконтактні перетворювачі постійного струму в змінний, голівки для відтворення звуко- та відеозапису [119].

Ефект Холла пояснюється електронною теорією провідності. При відсутності магнітного поля струм в плівці обумовлений лише електричним полем. Потенціал в усіх точках екіпотенціальної поверхні однаковий. При ввімкненні магнітного поля на кожний носій струму починає діяти сила Лоренца. Внаслідок цього електрони відхиляються від прямолінійної траєкторії

до верхнього краю плівки. В області власної провідності знак ЕРС Холла відповідає знаку носіїв із більшою рухливістю. Якщо експериментальні вимірювання вказують на від'ємне значення напруги Холла, то це свідчить про переважання електронної провідності у зразку. Надалі величину R_H ми будемо розглядати по модулю.

Відомо, що термічне відпалювання приводить до фазових перетворень в тонкоплівкових зразках і, як наслідок, до зміни їх характеристик і властивостей. Даний підрозділ присвячений визначенню вихідної напруги Холла в мультишарових зразках, які піддавалися термообробці.

Залежності $U_H(B)$ та $R_H(B)$ (співвідношення 2.4) для багатошарових плівкових зразків $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{П}$ та $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ наведені на рис. 4.15 – 4.16. Характер напруги Холла змінюється у залежності від величини температури відпалювання. При $T = 300$ К на кривих спостерігається прояв аномального ефекту Холла, який зникає при $T = 780$ К і має незначний гістерезисний вигляд. Вплив немагнітного Pd на залежність $U_H(B)$ в системі $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ представлено на рис. 4.16. При максимальній товщині прошарку $x = 1,4$ нм суттєво проявляється власна намагніченість зразка, тому крива має аномальну залежність, яка зникає зі зменшення величини розділяючого шару. Така особливість системи обумовлена властивістю парамагнітного Pd, в якому з'являється наведений магнітний момент у присутності феромагнітного матеріалу. Згідно роботи [79], Pd, що межує із шаром Fe ($d < 1$ нм), проявляє феромагнітні властивості і його магнітний момент збільшується в межах $d_{\text{Pd}} = 3$ нм.

Узагальнений графік впливу температури відпалювання ($T = 300 - 780$ К) на залежності вихідної напруги приведено на рис. 4.17. Порівняльний аналіз показує, що при збільшенні загальної товщини зразка від 6 до 10 нм (кількість фрагментів змінюється від 3 до 5) величина U_H зменшується в 1,5 – 2 рази. Як видно, при збільшенні температури від 300 до 780 К величина U_H зменшується від 1,0 до 0,4 мВ (при $B = 1$ Тл). Зразок із меншою кількістю фрагментів має дещо більше значення U_H та, на відміну від $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$, при полях

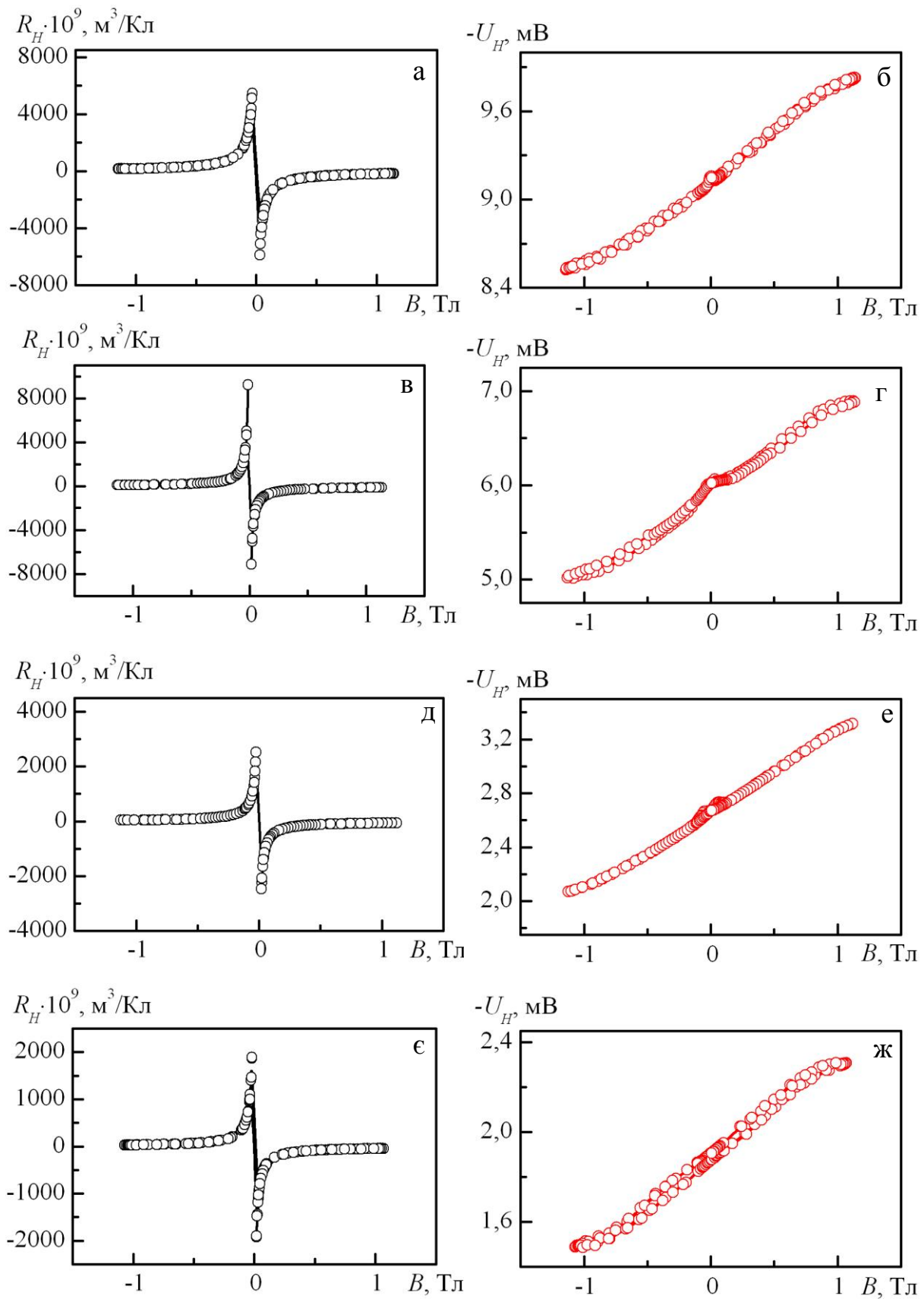


Рис. 4.15. Залежність $R_H(B)$ та $U_H(B)$ для багатошарового плівкового зразка $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{Pi}$ при $T = 300$ (а, б); 460 (в, в); 680 (д, е); 780 К (е, ж)

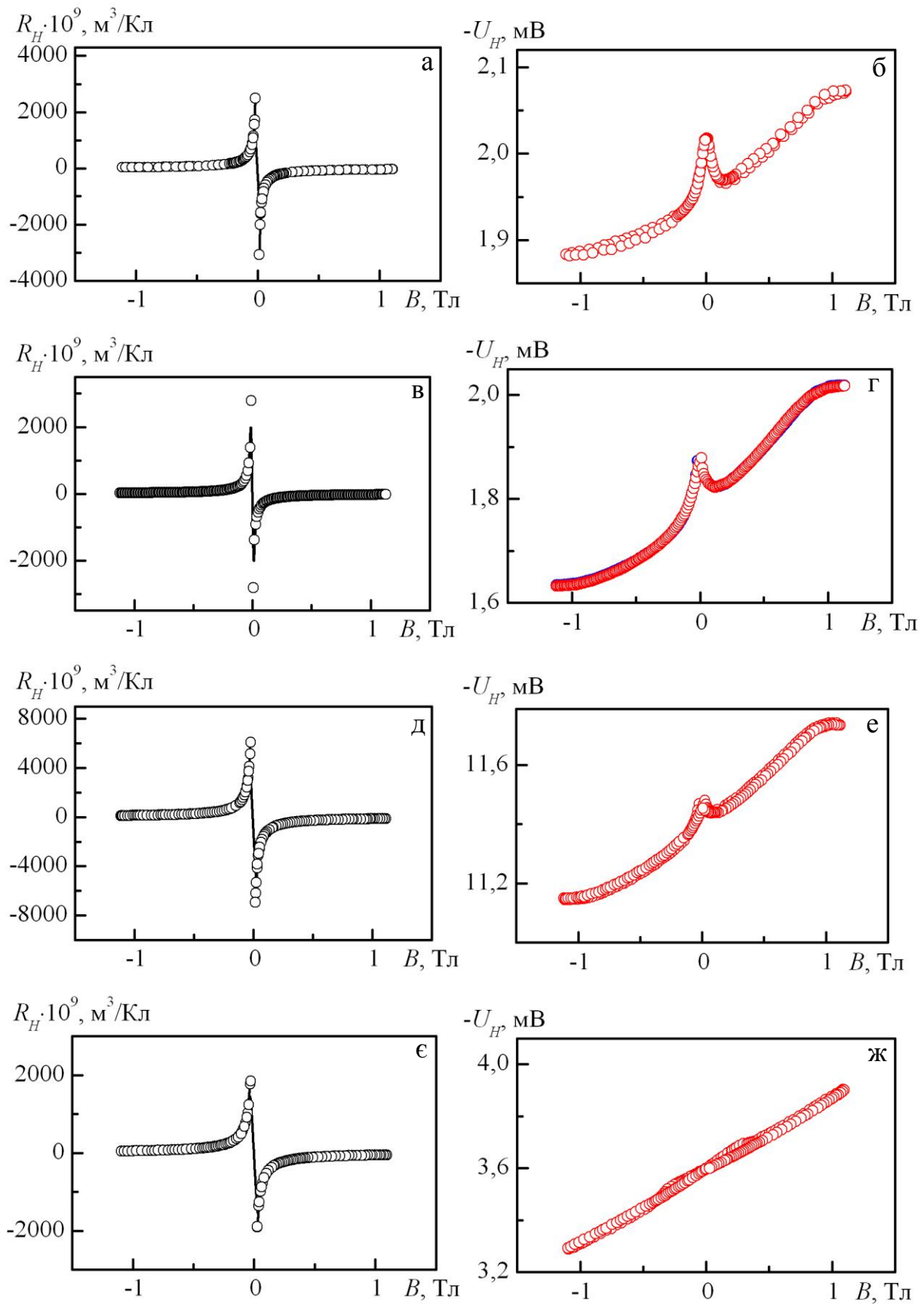


Рис. 4.16. Залежність $R_H(B)$ та $U_H(B)$ для мультишарів $[Pd(x)/Fe(0,6)]_{10}/Pt$, де $x = 1,4$ (а, б); $0,9$ (в, в); $0,6$ (д, е); $0,4$ нм (е, ж) при $T = 300$ К

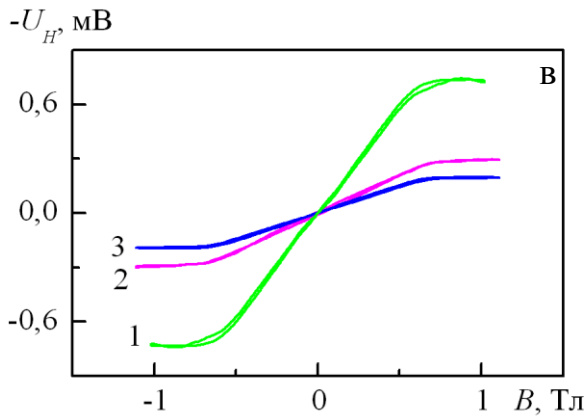
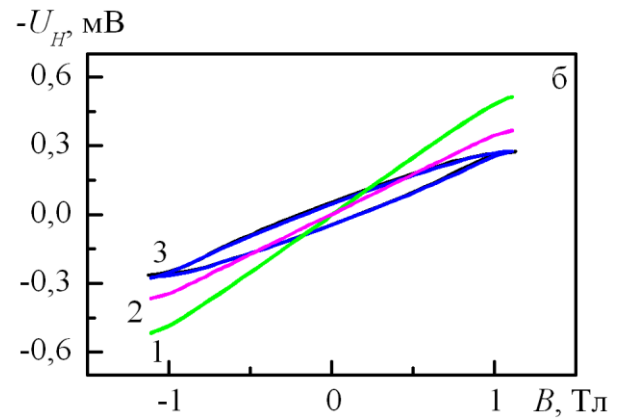
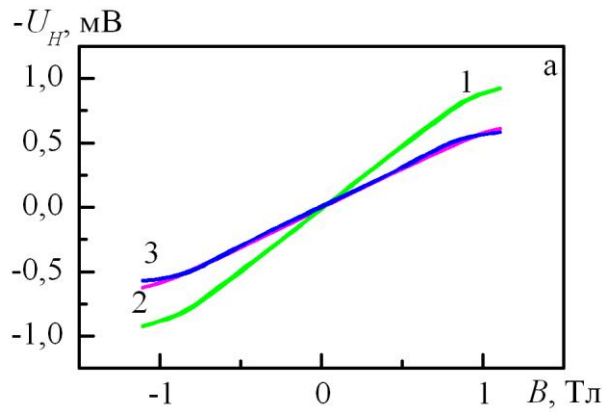


Рис. 4.17. Залежності напруги Холла від магнітної індукції для плівкових систем $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{П}$ (а), $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ (б) та $[\text{Cu}(0,2)/\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ (в) при температурах 300 (1); 680 (2) і 780 К (3)

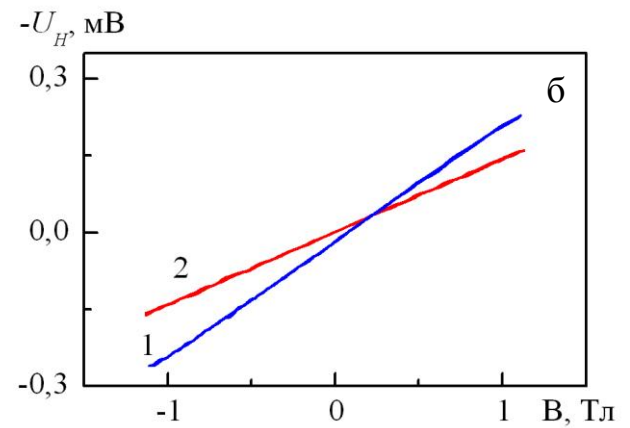
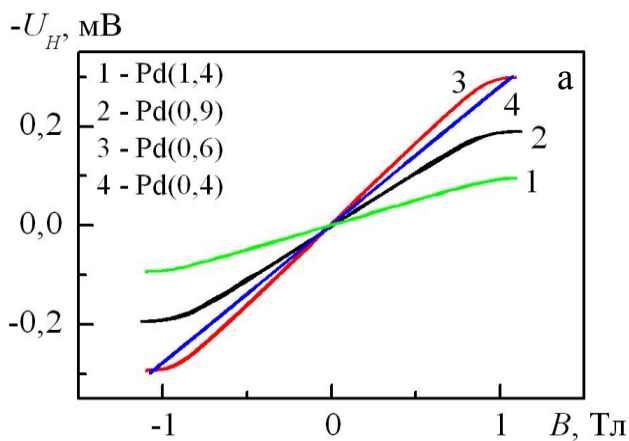


Рис. 4.18. Залежності вихідної напруги Холла від товщини шару Pd в мультишарах $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ при $T = 300$ К (а) та польові залежності вихідної напруги Холла для $[\text{Cu}(0,2)/\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ в залежності від матеріалу підкладки: 1 – скляної, 2 – SiO_2 (б)

$B \leq 1$ Тл залежність починає виходити на насичення. Після термообробки до 780 К для мультишару $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ кут нахилу кривої також змінюється, і при $T = 780$ та 830 К спостерігається гістерезис кривої, що свідчить про наявність ПМА, яка характерна для упорядкованої ГЦТ-PdFe фази (рис. 4.17).

Величина напруги U_H в мультишарах залежить не тільки від інтервалу термообробки і кількості фрагментів, але і від товщини немагнітного шару, в даному випадку шару Pd. Так, наприклад, в мультишарах $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$ (рис. 4.18 а) при варіюванні товщини шару Pd від 0,4 до 1,4 нм максимальне значення напруги Холла відповідає товщині $d_{Pd} = 0,6$ нм, тобто у випадку коли $d_{Pd} = d_{Fe}$. Мінімальне значення напруги Холла спостерігається при $d_{Pd} = 1,4$ нм, коли $d_{Pd} > d_{Fe}$.

Вияснимо, як впливає додатковий шар Cu на величину напруги і сталої Холла. Як видно із рис. 4.17 б і в, значення U_H виходить на насичення при значеннях індукції магнітного поля в межах 0,8 Тл у мультишарі $[\text{Cu}(0,2)/\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ і 1 Тл в $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$. Після відпалювання величина вихідної напруги U_H для систем $[\text{Cu}(0,2)/\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ і $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$ знижується. Узагальнені дані стосовно напруги Холла та впливу на неї температури приведено в табл. 4.2. Таку поведінку можна пояснити загальним зменшенням електричного опору внаслідок зникнення фізичних інтерфейсів та заліковування дефектів кристалічної решітки, а також процесами фазоутворення, унаслідок яких формується плівковий сплав із частковим або повним упорядкуванням фазового складу у залежності від концентрації складових компонент та прикладеної температури.

Вивчення впливу матеріалу підкладки на величину вихідної напруги Холла проводилося на плівкових зразках $\text{Cu}(1)/\text{Pd}(5,7)/\text{Fe}(4,3)/\text{П}$ (рис. 4.18 б), сформованих на підкладках, виготовлених із різних матеріалів. Отримано, що у випадку скляної підкладки у порівнянні із підкладкою із SiO_2 , напруга Холла збільшується в 1,3 – 2 рази, що може бути пов'язано зі зміною шорсткості поверхні, на яку наноситься плівковий матеріал.

На гальваномагнітні властивості суттєво впливають концентрація носіїв заряду

Залежність холлівської різниці потенціалів від температури

Зразок <i>T</i> , К	U_H , мВ							
	300		460		680		780	
[Pd(1,1)/Fe(0,9)] ₃ /П	-5,01	6,89	-8,53	9,82	-2,07	3,31	-1,49	2,31
[Pd(1,1)/Fe(0,9)] ₅ /П	-2,63	3,77	-1,61	2,65	-1,24	1,32	-1,91	2,46
[Pd(1,1)/Fe(2)] ₅ /П	-9,39	14,81	-15,08	15,16	-1,35	2,04	-4,75	4,83
[Pd(1,1)/Fe(1,1)] ₅ /П	-3,09	3,28	-3,79	4,05	-3,65	3,80	-3,94	4,12
[Pd(1,1)/Fe(5,0)] ₅ /П	-1,43	1,67	-	-	-	-	-0,62	0,74
[Pd(1,1)/Fe(0,9)] ₁₀ /П	-0,55	0,77	-	-	-	-	-0,23	1,59
[Pd(0,9)/Fe(0,6)] ₁₀ /П	-1,63	2,01	-	-	-	-	-0,04	0,46
[Pd(0,6)/Fe(0,6)] ₁₀ /П	-1,15	1,73	-	-	-	-	-1,15	1,75
[Pd(0,4)/Fe(0,6)] ₁₀ /П	-3,29	3,90	-	-	-	-	-1,88	2,27
[Pd(1,4)/Fe(0,6)] ₁₀ /П	-1,88	2,07	-	-	-	-	-1,87	2,19

та їх рухливість, питома провідність матеріалу, густина струмів, що протікають через зразок, величина прикладеного магнітного поля та ін. Присутність меж поділу окремих шарів повинна також суттєво впливати на величину СХ. Крім цього слід відмітити, що у феромагнітних шарах на електрони провідності діє не тільки зовнішнє, але і внутрішнє магнітне поле, що обумовлює так звані звичайний і аномальний ефекти Холла.

Нами була проведена апробація співвідношення (1.10) та адаптація його на випадок мультишару. Розглядаючи двошарову плівкову систему як паралельне з'єднання двох провідників, запишемо співвідношення для розрахунку електричного опору такої системи:

$$R = \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2},$$

де R_1 і R_2 – опір 1-го і 2-го шару.

Для проведення апробації теоретичної моделі паралельно були проведені дослідження розмірних залежностей опору для одношарових плівок як окремих компонент мультишарів. Розмірна залежність сталої Холла для одношарових плівок Fe представлена на рис. 4.19. Встановлено, що при збільшенні товщини шарів від 10 до 50 нм величина СХ зменшується від $6,34 \cdot 10^{-9}$ до $0,25 \cdot 10^{-9}$ м³/Кл.

Розрахунки згідно співвідношення для СХ для двошарового фрагменту, який моделюється як паралельне з'єднання окремих шарів, запропонованого Рейсом [101] (співвідношення (1.10)), наведені на рис. 4.20 і табл. 4.3. В обох теоретичних моделях плівкова система розглядається як паралельне з'єднання

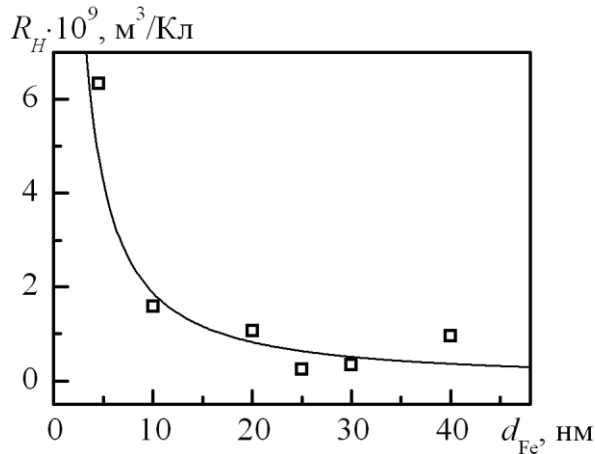


Рис. 4.19. Розмірна залежність СХ для одношарових плівок Fe

провідників, хоча в реальній системі PdFe відбувається перемішування компонент при конденсації плівок. Можливість їх апробації на досліджуваних мультишарах забезпечується формуванням в них «квазібіпластини», тобто за рахунок утворення магнітних інтерфейсів, коли розсіювання електронів відбувається не на фактичних межах поділу, на магнітних моментах атомів феромагнітного і немагнітного матеріалів.

Для ефекту Холла характерна розмірна залежність, зокрема, при загальній товщині мультишару від 10 до 40 нм R_H зменшується від $5,49 \cdot 10^{-9}$ до $3,69 \cdot 10^{-9} m^3/Kл$, що в цілому узгоджується із даними авторів [100]. Співвідношення (1.10) нами розповсюджено на випадок довільної кількості паралельно з'єднаних фрагментів, з яких складається мультишар. Згідно розрахунків за співвідношенням (1.10) величина СХ не залежить від кількості фрагментів, а залежить тільки від товщини окремих шарів і системи в цілому. Розходження між експериментальними і розрахунковими результатами для СХ (рис. 4.20) пояснюється нами розсіюванням електронів на магнітних інтерфейсах, формування яких починається вже на стадії конденсації металів. Розрахунок СХ із використанням теоретичної моделі [101] для системи зі збереженням індивідуальності шарів проведений нами для встановлення внеску процесів атомного і магнітного упорядкування у твердих розчинах та інтерфейсного розсіювання електронів в мультишарах $[Pd/Fe]_n$.

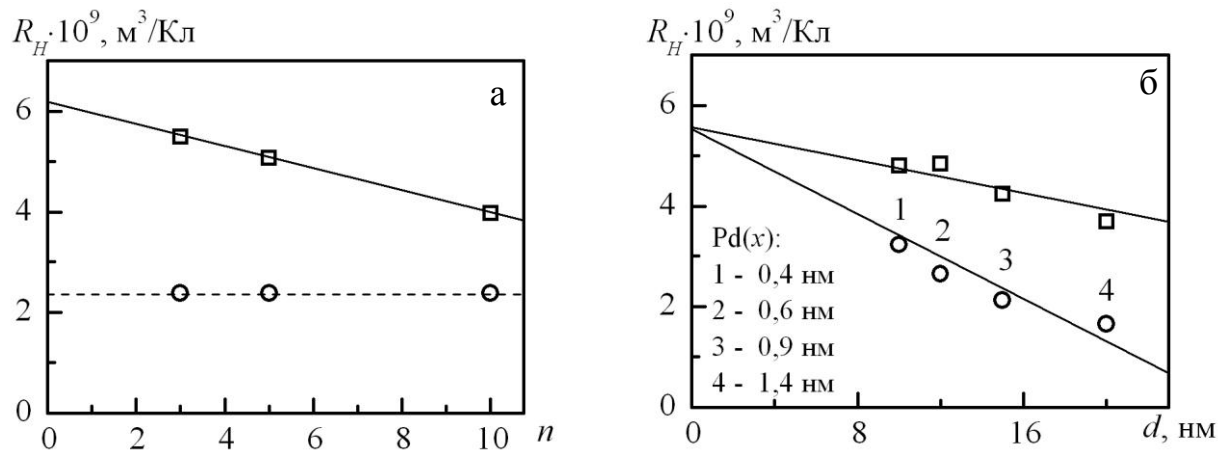


Рис. 4.20. Залежність СХ від кількості фрагментів (а) для мультишарів $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_n/\text{П}$ і загальної товщини (б) для плівкової системи $[\text{Pd}(x)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$: \square – експериментальні та \circ – розрахункові результати (співвідношення (1.10))

Таблиця 4.3

Порівняння експериментальних та розрахункових (співвідн. (1.10)) даних СХ для плівкових зразків на основі Pd і Fe

Зразок	$R_n^{екс} \cdot 10^9$, м ³ /КЛ	$R_n^{роз} \cdot 10^9$, м ³ /КЛ	$(R_n^{екс} - R_n^{роз}) / R_n^{роз}$, %
$[\text{Pd}(0,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$	4,80	3,23	49
$[\text{Pd}(0,6)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$	4,84	2,65	87
$[\text{Pd}(0,9)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$	4,24	2,12	100
$[\text{Pd}(1,4)/\text{Fe}(0,6)]_{10}/\text{П}$	3,70	1,65	124
$[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_3/\text{П}$	5,49	2,38	130
$[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_5/\text{П}$	5,07	2,38	113
$[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_{10}/\text{П}$	3,97	2,38	66
$[\text{Pd}(1,4)/\text{Fe}(0,9)]_{10}/\text{П}$	3,77	2,08	81

Установлено, що для СХ характерна розмірна залежність. При зміні загальної товщини мультишару від 10 до 20 нм величина R_H зменшується від $4,84 \cdot 10^{-9}$ до $3,70 \cdot 10^{-9}$ м³/Кл. Розрахунок величини $(R_n^{екс} - R_n^{роз}) / R_n^{роз}$ показує, що залежно від кількості фрагментів і загальної товщини мультишару, вона змінюється в межах від 50 до 130%, що говорить про невідповідність співвідношення (1.10) для плівкових систем у вигляді твердих розчинів, в яких має місце часткове або повне атомне і магнітне упорядкування, значне розмиття структурних і недосконала структура магнітних інтерфейсів.

Із підвищенням температури відпалювання СХ в мультишарах $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_3/П$ і $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/П$ зменшується, відповідні експериментальні результати наведені на рис. 4.21. Таку поведінку СХ можна пояснити формуванням упорядкованого сплаву, ступінь упорядкування якого збільшується із температурою. Тому у відпаленому до 780 К мультишарі, за рахунок фазових перетворень формується гомогенний твердий розчин, і ефект

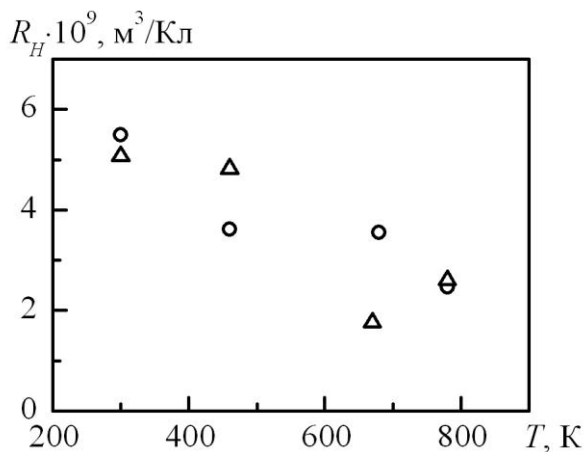


Рис. 4.21. Температурна залежність сталої Холла мультишарових зразків $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_3/П$ (○) і $[Pd(1,1)/Fe(0,9)]_5/П$ (△)

Холла проявляє подібну залежність до одношарових плівок, товщина яких збільшилася у порівнянні із початковою. У невідпаленій плівковій системі, що була частково упорядкованою під час осадження за рахунок конденсаційно-стимульованої дифузії, значення СХ має більші значення, що пов'язано із процесами розсіювання електронів на структурних і магнітних інтерфейсах.

Висновки до розділу 4

1. Проведені дослідження гальваномагнітних властивостей багат шарових плівок на основі Pd і Fe у паралельній, перпендикулярній і поперечній геометрії дозволили встановити, що залежність МО від індукції зовнішнього магнітного поля має ізотропний характер і його величина, як і величина опору, монотонно зменшується при зростанні індукції.

2. Показано, що у двошарових зразках на основі Pd і Fe при $c_{\text{Fe}} > 55 - 80$ ат.% та $d_{\text{Fe}} > d_{\text{Pd}}$ проявляється анізотропний магнітоопір, який обумовлений впливом феромагнітної складової зразка, при цьому збільшення загальної товщини плівки приводить до зменшення величини МО.

3. У мультишарах Pd/Fe з кількістю фрагментів від 3 до 10 до і після відпалювання до $T = 780$ К спостерігаються ознаки ГМО, а величина магнітоопору зростає на 0,02 – 0,16 %, що обумовлено переходом неупорядкованої ГЦК-PdFe фази в упорядковану ГЦТ-PdFe фазу і, до деякої міри, рекристалізаційними процесами; при зміні концентрації паладію ($c_{\text{Pd}} = 35 - 65$ %) МО при $T = 300$ К становить 0,20 – 0,36 %, при $T = 780$ К – 0,09 – 0,59 %.

4. Вперше здійснена апробація класичної теоретичної моделі Тельє і Тоссе для поздовжнього магнітоопору з урахуванням поверхневого і зерномежового розсіювання електронів для одношарових плівок Pd і Fe; отримана задовільна відповідність теоретичних і експериментальних результатів.

5. Встановлено, що величина сталої Холла в мультишарах Pd/Fe залежить від загальної товщини мультишару, шару Pd та інтервалу термовідпалювання плівкових зразків; для величини сталої Холла встановлена невідповідність співвідношення для паралельного з'єднання фрагментів у випадку плівкових систем, сформованих у вигляді твердих розчинів, в яких має місце часткове або повне атомне і магнітне упорядкування, значне розмиття структурних і недосконала структура магнітних інтерфейсів.

ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі проведені комплексні дослідження процесів фазоутворення, електрофізичних і гальваномагнітних властивостей у двошарових плівкових системах і мультишарах на основі Pd і Fe, які мають особливості структурно-фазового стану у зв'язку із процесами упорядкування атомів при збільшенні температури.

1. Дослідження фазового складу плівкових систем на основі Pd і Fe у процесі термообробки до $T = 780$ К (мультишари) та 850 К (двошарові зразки) дозволили визначити умови формування (температура і концентрація атомів) неупорядкованої ГЦК- PdFe і упорядкованої ГЦТ-PdFe фаз; встановлено, що в мультишарах реалізуються умови стабілізації магнітних інтерфейсів.

2. Експериментальні дослідження електрофізичних властивостей плівкових матеріалів на основі Pd і Fe дозволили встановити таке:

- при зміні загальної товщини плівкової системи від 5 до 80 нм в інтервалі температур 300 – 850 К величина ТКО становить $(3,8 - 7,5) \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ (двошарові плівкові системи, в яких товщина шару заліза $d_{\text{Fe}} = 5 - 40$ нм) та $(1,8 - 3,0) \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ (мультишари, в яких $d_{\text{Fe}} = 0,6 - 5$ нм). Відміна у величині ТКО пояснюється формуванням неупорядкованої ГЦК-PdFe фази на основі твердого розчину під час осадження плівок за рахунок конденсаційно-стимульованої дифузії;

- на основі розмірних залежностей питомого опору для одношарових плівок Pd і Fe здійснено розрахунок у дифузному наближенні величини СДВП ($\lambda_0 \cong 20$ нм (Pd) і 5 нм (Fe)), а в рамках лінеаризованої моделі Тельє, Тоссе і Пішар – деформаційного коефіцієнта СДВП ($\eta_{\lambda g} = 2,54$ (Pd) і 12,62 (Fe)), які можуть бути використані для прогнозування електрофізичних властивостей багатошарових плівок;

- в області пружної деформації величина КТ для одношарових плівок складає 1,6 – 2,2 ($d_{\text{Pd}} = 5 - 90$ нм) і 3,5 – 8,2 ($d_{\text{Fe}} = 10 - 60$ нм) одиниць; для двошарових плівкових систем Pd(x)Fe(10)/П при $x = 5 - 30$ нм - від 6,0 до 8,8

одиниць. При переході до багатошарових плівок КТ має відносно велике значення ($\gamma = 6 - 15$ одиниць) у порівнянні з одношаровими плівками Pd і Fe тієї ж товщини, що є типовою ситуацією для плівкових сплавів.

3. Дослідження МО в багатошарових плівках і мультшарах на основі Pd і Fe в паралельній, перпендикулярній і поперечній геометріях дозволили визначити наступне:

- у багатошарових плівках при $d_{\text{Fe}} > d_{\text{Pd}}$ ($c_{\text{Fe}} = 55 - 80$ ат.%) спостерігається анізотропність польових залежностей, яку можна пояснити анізотропними властивостями шарів Fe;

- у свіжосконденсованих і відпалених до 780 К мультшарах $[\text{Pd/Fe}]_n/\text{П}$ ($n = 3, 5$ і 10) МО має ознаки гігантського магнітного опору, в упорядкованій ГЦТ-фазі величина МО збільшується в $3 - 3,5$ рази і становить $0,35 - 0,40\%$;

- варіювання кількості фрагментів у зразках $[\text{Pd}(1,1)/\text{Fe}(0,9)]_n/\text{П}$ від 3 до 10 приводить до збільшення величини МО на $0,05 - 0,19\%$, що, можливо, обумовлено додатковим розсіюванням електронів на магнітних інтерфейсах; у процесі термообробки при температурі 780 К величина МО збільшується на $0,02 - 0,16\%$ і зростає величина коерцитивної сили, що можна пояснити процесами атомного і магнітного упорядкування та рекристалізаційними процесами;

- при зміні товщини шару Pd від 0,4 до 1,4 нм спостерігається збільшення МО на $0,06 - 0,14\%$ (свіжосконденсовані мультшари) та на $0,35 - 0,50\%$ (відпалені до 780 К). У перпендикулярній геометрії величина МО має менше значення, ніж у паралельній і поперечній;

- додатковий шар Cu, ефективна товщина якого не перевищує 10% від загальної товщини мультшарів $[\text{Cu/Pd/Fe}]_n/\text{П}$, приводить до збільшення величини МО в $2,8 - 3,0$ рази (свіжосконденсовані зразки) і в $1,1 - 2,6$ рази (відпалені до $T = 780$ К), що пов'язано з утворенням гранул $\gamma\text{-Fe}$ в плівці Cu.

4. Дослідження методом МОКЕ показали, що магніто-оптичні властивості мультшарів $[\text{Pd/Fe}]_n$ суттєво залежать не тільки від атомного (неупорядкована або упорядкована фази), але й від магнітного (орієнтація магнітних моментів) упорядкування, що обумовлює зміну коерцитивності та її анізотропії при

переході ГЦК-PdFe→ГЦТ-PdFe і залежність величини поля насичення від товщини шару Pd.

5. Уперше на прикладі одношарових плівок Pd і Fe як компонент мультишарів проведена апробація класичної теоретичної моделі Тельє і Тоссе для поздовжнього магнітоопору, яка враховує поверхнєве (фуксівський механізм) і зерномежове (маядасівський механізм) розсіювання електронів; отримано задовільне узгодження із експериментальними даними, що відкриває можливість для прогнозування магніторезистивних властивостей у багатошарових плівкових системах Pd/Fe.

6. За результатами досліджень гальваномагнітних властивостей мультишарів встановлено, що величина SX монотонно зменшується в інтервалі $(5,5 - 3,7) \cdot 10^{-9} \text{ м}^3/\text{Кл}$ зі збільшенням товщини зразка від 10 до 40 нм і залежить від декількох факторів: загальної товщини зразка (кількості фрагментів для мультишару), товщини шару Pd та інтервалу термообробки. У зв'язку з утворенням твердих розчинів по всьому об'єму зразка отримана лише якісна кореляція між експериментальними і розрахованими на основі співвідношення для паралельного з'єднання n двошарових фрагментів результатами, що пояснюється значним розмиттям структурних інтерфейсів та недосконалою структурою магнітних інтерфейсів.

ПРИМІТКИ

Основні результати дисертаційної роботи опубліковані у співавторстві з Однодворець Л.В., Проценком І.Ю., Синашенко О.В. і Проценком С.І.

Однодворець Л.В. – запропонувала пов'язати тематику дисертаційної роботи з комплексними дослідженнями двошарових плівкових систем і мультишарів на основі Pd і Fe, сформулювала задачу досліджень, приймала участь у обговоренні результатів та підготовці статей.

Проценко І.Ю. – надавав ґрунтовні та корисні консультації під час вирішення проблемних питань за темою дисертації, приймав участь у обговоренні результатів та підготовці статей.

Синашенко О.В. і Проценко С.І. – приймали участь в обговоренні експериментальних результатів та підготовці наукових публікацій.

Вважаю своїм приємним обов'язком висловити щиру подяку науковому керівнику к.ф.-м.н., доценту Однодворець Ларисі Валентинівні за вибір тематики, керівництво, зацікавленість до роботи і постійну допомогу і підтримку. Особлива подяка Заслуженому діячу науки і техніки України, д.ф.-м.н., професору Проценку Івану Юхимовичу за неоціненну допомогу, наукові ідеї та консультації. Також хочу подякувати д.ф.-м.н., проф. Чорноусу А.М. за постійну підтримку та кваліфіковані поради стосовно терморезистивних властивостей багатошарових плівкових систем та проф. Маршалек М. – за можливість проведення експериментальних досліджень в Лабораторії тонких плівок і мультишарів Інституту ядерної фізики ПАН (м. Краків).

Виражаю щиру подяку всьому колективу кафедри прикладної фізики за моральну підтримку, допомогу та активне обговорення результатів дисертаційної роботи на наукових семінарах.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Sato K. Three-dimensional shapes and distribution of FePd nanoparticles observed by electron tomography using high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy / K. Sato, K. Aoyagi, T.J. Konno // *J. Appl. Phys.* –2010. – V. 107. – P. 024304-1 – 024304-7.
2. Temperature-driven microstructural, compositional, and magnetic changes in electrodeposited Fe–Pd thin films / D. Pecko, K.Z. Rozman, P.J. McGuinness [et al.] // *J. Appl. Phys.* –2010. – V. 107. – P. 09A712-1 – 09A712-3.
3. Micromagnetic modeling of magnetization processes in FePt polytwin crystals / T.L. Cheng, Y.Y. Huang, C.M. Rogers [et al.]. – *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 107. – P. 113920-1 – 113920-6.
4. Lyubina J. Phase transformations and magnetic structure of nanocrystalline Fe–Pd and Co–Pt alloys studied by in situ neutron powder diffraction / J. Lyubina, O. Gutfleisch, O. Isnard // *J. Appl. Phys.* – 2009. – V. 105. – P. 07A717-1 – 07A717-3.
5. Hong S.C. Ferromagnetism in Pd thin films induced by quantum well states / S.C. Hong, J.I. Lee, R. Wu // *Phys. Rev. B.* – 2007. – V. 75. – P. 172402-1 – 72402-4.
6. Electrical detection of ferromagnetism in Pd nanoparticles by magnetoresistance measurement / T. Okamoto, H. Maki, Y. Oba [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2009. – V. 106. – P. 023908-1 – 023908-5.
7. Однодворець Л.В. Електрофізичні та магніторезистивні властивості плівкових матеріалів в умовах фазоутворення: [монографія] / Л.В.Однодворець, С.І. Проценко, А.М. Черноус; за заг. ред. проф. І.Ю. Проценка. – Суми: СумДУ, 2011. – 203 с.
8. Чешко І.В. Магнітооптичні та магніторезистивні властивості плівкових функціональних елементів на основі Со і Си та Ау / І.В. Чешко, С.І. Проценко, П. Шіфаловіч // *Вісник СумДУ: Серія: Фізика, математика, механіка.* – 2008. – № 2. – С. 106 – 110.
9. Srinivasan K. Thermal effects on the magnetization reversal process and its

- interpretation in perpendicular magnetic recording media / K. Srinivasan, B.R. Acharya, G. Bertero // *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 107. – P. 113912-1 – 113912-7.
10. Distinguishing the ultrafast dynamics of spin and orbital moments in solids / C. Voeglin, E. Beaurepaire, V. Halte [et al.] // *Nature*. – 2010. – V. 465. – P. 458 – 462.
11. Статистична термодинаміка та фізична кінетика структурних змін (квазі) бінарних твердих розчинів на основі щільних простих ґратниць (за даними про еволюцію картини розсіяння різного типу хвиль) / В.А. Татаренко, С.М. Соболев, Д.С. Леонов [та ін.] // *Успехи физ. мет.* – 2011. – Т. 12. – С. 1 – 155.
12. Fe–Pd thin films as a model system for self-organized exchange coupled nanomagnets / T. Schied, A. Lotnyk, C. Zamponi [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 108. – P. 033902-1 – 033902-6.
13. Consolidation of FePd nanoparticles by spark plasma sintering / P. Saravanan, K. Srinivasa Rao, D. Sivaprahasam [et al.] // *Intermetallics*. – 2010. – V. 18. – P. 2262 – 2265.
14. Mobilities and diffusivities in fcc FeX (X = Ag, Au, Cu, Pd and Pt) alloys / Y. Liu, J. Wang, Y. Du [et al.] // *Calphad*. – 2010. – V. 34. – P. 253 – 262.
15. Диаграммы состояния двойных металлических систем / [Лякишев Н. П., Банных О. А., Рохлин Л. Л. и др.]; под ред. Н. П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1997. – Т. 2. – С. 528 – 531.
16. Influence of atomic ordering on the magnetic properties of FePd, FePt, and Fe₅₀Pd_{50-x}Pt_x alloy films / E.M. Artem'ev, L.V. Zhivaeva, M.E. Artem'ev [et al.]. – *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* – 2010. – V. 74, № 8, – P. 1135 – 1137.
17. Bokoch S.M. Interatomic Interactions in F.C.C.-Ni-Fe Alloys / S.M. Bokoch, V.A. Tatarenko // *Успехи физ. мет.* – 2010. – Т. 11. – С. 413 – 460.
18. Crystallographic aspects of L₁₀ magnetic materials / D.E. Laughlin, K. Srinivasan, M. Tanase [et al.] // *Scripta Mater.* – 2005. – V. 53. – P. 383 – 388.
19. Alam A. Structural, magnetic, and defect properties of Co-Pt-type magnetic-storage alloys: density-functional theory study of thermal processing effects / A. Alam, B. Kraccek, D.D. Johnson // *Phys. Rev. B*. – 2010. – V. 82. –

P. 024435-1 – 024435-16.

20. Magnetic hardening and coercivity mechanisms in $L1_0$ ordered FePd ferromagnets / T. Klemmer, D. Hoydick, H. Okumura [et al.] // *Scripta Metall. Mater.* – 1995. – V. 33, № 10. – P. 1793–1805.

21. Effect of annealing on the magnetic tunnel junction with Co/Pt perpendicular anisotropy ferromagnetic multilayers / Yi. Wang, W.X. Wang, H.X. Wei [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 107. – P. 09C711-1 – 09C711-3.

22. Dai Z.R. Phase transformation, coalescence, and twinning of monodisperse FePt nanocrystals / Z.R. Dai, S. Sun, Z.L. Wang // *Nano Lett.* – 2001. – V. 1, № 8. – P. 443–447.

23. Bublat T. Temperature dependence of the magnetic properties of $L1_0$ -FePt nanostructures and films / T. Bublat, D. Goll // *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 108. – P. 113910-1 – 113910-7.

24. Hard magnetic Fe–Pt alloys prepared by cold-deformation / N.H. Hai, N.M. Dempsey, M. Veron [et al.] // *J. Magn. Mater.* – 2003. – V. 257. P. 139 – 145.

25. Magnetic properties of epitaxial Fe–Pd films measured at elevated temperatures / J. Buschbeck, O. Heczko, A. Ludwig [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2008. – V. 103. – P. 07B334-1 – 07B334-3.

26. Skomski R. Atomic and micromagnetic aspects of $L1_0$ magnetism / R. Skomski, A. Kashyap, J. Zhou // *Scripta Mater.* – 2005. – V. 53. – P. 389 – 394.

27. Solid-phase synthesis of $L1_0$ -FePd(001) epitaxial thin films: structural transformations and magnetic anisotropy / V.G. Myagkov, V.S. Zhigalov, L.E. Bykova [et al.] // *JETP Letters.* – 2010. – V. 91, № 9. – P. 481 – 485.

28. First-principles determination of low-temperature order and ground states of Fe–Ni, Fe–Pd, and Fe–Pt / S.V. Barabash, R.V. Chepulskii, V. Blum [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2009. – V. 80. – P. 220201-1 – 220201-4.

29. Pressure-Induced Invar Behavior in Pd_3Fe / L. Winterrose, M.S. Lucas, A.F. Yue [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* – 2009. – V. 102. – P. 237202-1 – 237202-4

30. Synthesis of L10 Fe–Pd films by electrodeposition and thermal annealing / F.M. Takata, G. Pattanaik, W.A. Soffa [et al.] // *Electrochem. Commun.* – 2008. – V. 10. – P. 568–571.
31. Electrochemical syntheses of soft and hard magnetic Fe₅₀Pd₅₀-based nanotubes and their magnetic characterization / K.Z. Rozman, D. Pecko, L. Suhodolcan [et al.] // *J. Alloy. Compd.* – 2011. – V. 509. – P. 551–555.
32. Wei D.H. Controlling microstructure and magnetization process of FePd (001) films by staged thermal modification / D.H. Wei, Y.D. Yao // *Appl. Phys. Lett.* – 2009. – V. 95. – P. 172503-1 – 172503-3.
33. Temperature and thickness dependence at the onset of perpendicular magnetic anisotropy in FePd thin films sputtered on MgO (001) / C. Clavero, J. M. Garcia-Martín, J. L.C. Krämer [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2006. – V. 73. – P. 174405-1 – 10.
34. AFM, XRD and HRTEM studies of annealed FePd thin films / M. Perzanowski, Y. Zabala, J. Morgiel [et al.] // *Acta Phys. Pol. A.* – 2010. – V. 117, № 2. – P. 423 – 426.
35. Yu C.C. Magnetic properties of FePd films grown on Si antidots / C.C. Yu, Y.D. Yao, S.C. Chou // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2007. V. 310. – P. 2333 – 2335.
36. Battaglin G. Phase characterization of ion-beam-mixed and thermally reacted Fe/Pd thin film bilayers / G. Battaglin, G. Fagherazzi // *Mater. Sci. Eng. B-Adv.* – 1990. – V. 5. – P. 437 – 444.
37. Mechanisms of stress generation and relaxation during pulsed laser deposition of epitaxial Fe–Pd magnetic shape memory alloy films on MgO / T. Edler, J. Buschbeck, C. Mickel [et al.] // *New J. Phys.* – 2008. – V. 10. – P. 063007-1 – 063007-11.
38. Magnetic compton profiles of Pd/Fe multilayers / H. Sakurai, F. Itoh, M. Ota [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2005. – V. 286. – P. 410 – 415.
39. Magnetocaloric effect in melt-spun FePd ribbon alloy with second order phase transition / V.M. Prida, V. Franco, V. Vega [et al.] // *J. Alloy. Compd.* – 2011. – V. 509. – P. 190 – 194.
40. FePd melt-spun ribbons and nanowires: Fabrication and magneto-structural

- properties / V. Prida, V. Vega, V. Franco [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2009. – V. 321. – P. 790 – 792.
41. Structure and magnetic properties of $\text{Fe}_x\text{Pd}_{1-x}$ thin films / X.N. Sun, X.Y. Xu, Z.B. Tang [et al.] // *Phys. Lett. A.* – 2008. – V. 372. – P. 1687 – 1690.
42. Magnetic domains in epitaxial ordered FePd(001) thin films with perpendicular magnetic anisotropy / V. Gehanno, A. Marty, B. Gilles [et al.] // *Phys. Rev. B.* – V. 55. – P. 12552 – 12555.
43. Lattice axial ratio and large uniaxial magnetocrystalline anisotropy in $L1_0$ -type FePd single crystals prepared under compressive stress / H. Shima, K. Oikawa, A. Fujita [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2004. – V. 70. – P. 224408-1 – 224408-7.
44. Atomic ordering and magnetic properties of polycrystalline $L1_0$ -FePd dot arrays / J.-G. Kang, J.-G. Ha, J.-H. Koh [et al.] // *Physica B.* – 2010. – V. 405. – P. 3149 – 3153.
45. Atomic ordering and magnetism in $L1_0$ ordered FePd alloys / C. Issro, M. Abes, W. Puschl [et al.] // *Metall. Mater. Trans. A.* – 2006. – V. 37A. – P. 3415 – 3422.
46. Структурно-фазовые превращения в наноразмерных пленочных композициях Pt(15 нм)/Ag(0,3)/Fe(15 нм)/SiO₂/Si(001): материалы 3 Межд. конф. [“High Mat Tech”], (Киев, 3–7 окт. 2011 г.) / Ю.Н. Макогон, Е.П. Павлова, С.И. Сидоренко [та ін.]. – Киев: НАНУ, 2011. – С. 264.
47. Влияние диффузии и напряжений на магнитные свойства многослойных пленок Fe/Pd и Fe/Ge / Л.А. Чеботкевич, А.В. Огнев, Ю.П. Иванов [и др.] // *ФТТ.* – 2009. – Т. 51, Вып. 9. – С. 1761 – 1765.
48. Evidence for a high-spin Fe phase in Fe/Pd(001) multilayers / V. Cros, F. Petroff, J. Vogel [et al.] // *Europhys. Lett.* – 2000. – V. 49 (6). – P. 807 – 813.
49. Meyerheim H.L. No alloying in Fe deposited on Pd(001) at room temperature / H.L. Meyerheim, R. Popescu, J. Kirschner // *Phys. Rev. B.* – 2006. – V. 73. – P. 245432-1 – 245432-8.
50. Enhanced Fe moment at Pd/Fe interfaces studied by low-temperature conversion electron Mossbauer spectroscopy / L. Cheng, Z. Altounian, D.H. Ryan [et al.] //

J. Appl. Phys. – 2002. – V. 91. – P. 7188 – 7190.

51. Muhlbauer H. Stabilization of high spin FCC Fe in (Fe/Pd)_n multilayers / H. Muhlbauer, Ch. Muller, G. Dumpich // J. Magn. Magn. Mater. – 1999. – V. 192. – P. 423 – 430.

52. Diffusion processes in nanoscale two-layer film systems based on Fe and Cu or Fe and Cr / S.I. Protsenko, O.V. Synashenko, Y. Zabala [et al.] // J. Surf. Investig.-X-ra. – 2011. – V. 5, № 4. – P. 787 – 790.

53. Моделювання процесу росту оксиду на поверхні при дифузії в тонких плівках в умовах дії “кисневого насоса” / А.І. Олешкевич, А.М. Гусак, С.І. Сидоренко [та ін.] // Укр. фіз. журн. – 2010. – Т. 55, № 9. – С. 1005 – 1014.

54. Pan F. Magnetic property of the face center cubic iron with different lattice parameter in Fe/Pd multilayers / F. Pan, Z.S. Zhang // Physica B. – 2001. – V. 293. – P. 237 – 243.

55. Textured anisotropic FePd/ α -Fe nanocomposite foils by sheath repetitive cold-rolling / B.Z. Cui, J. Clark, J.W. Sui [et al.] // J Alloy. Compd. – 2010. – V. 496. P. 43 – 52.

56. Gruner M.E. Structure and magnetism of near-stoichiometric FePd nanoparticles / M.E. Gruner, A. Dannenberg // J. Magn. Magn. Mater. – 2009. – V. 321. – P. 861 – 864.

57. Increase in the Curie temperature and magnetic anisotropy in FePd/Pt–iron oxide core-shell nanoparticles / R. Fleurier, S. Bhattacharyya, M.L. Saboungi [et al.] // J. Appl. Phys. – 2009. – V. 106. – P. 073903-1 – 073903-5.

58. Gajbhiye N.S. Synthesis of self-assembled monodisperse 3 nm FePd nanoparticles: Phase transition, magnetic study, and surface effect / N.S. Gajbhiye, S. Sharma, R.S. Ningthoujam // J. Appl. Phys. – 2008. – V. 104. – P. 123906-1 – 123906-7.

59. Watanabe K. Transformation to L1₀ structure in FePd nanoparticles synthesized by modified polyol process / K. Watanabe, H. Kura, T. Sato // Sci. Technol. Adv. Mat. – 2006. – V. 7. – P. 145 – 149.

60. Чопра К.Л. Электрические явления в тонких пленках / К.Л. Чопра. – М.:

Мир, 1972. – 432 с.

61. Проценко І.Ю. Тонкі металеві плівки (технологія та властивості) [навч. посібник] / І.Ю. Проценко, В.А. Саєнко. – Суми: СумДУ, 2002. – 187 с.
62. Белевцев Б.И. Рассеяние электронов на границах кристаллитов и поверхности поликристаллических пленок Pb / Б.И. Белевцев, Ю.Ф. Комник, В.И. Однокозов // ФТТ. – 1984. – Т. 26, Вып. 11. – С. 3274 – 3279.
63. Стасюк З.В. Розмірні кінетичні явища в тонких металевих плівках металів. Класичні ефекти / З.В. Стасюк, А.І. Лопатинський // ФХТТ. – 2001. – Т. 2, № 4. – С. 521 – 542.
64. Dekhtyaruk L.V. Procedure for estimating the contribution of interface scattering of electrons to the specific resistance and the temperature coefficient of resistance of films / L.V. Dekhtyaruk, I.M. Pazukha, I.Yu. Protsenko // Ukr. J. Phys. – 2006. – V. 51, №7. – P. 728 – 732.
65. Пазуха І.М. Вплив інтерфейсного розсіювання на електрофізичні властивості плівкових матеріалів / І.М. Пазуха, С.І. Проценко // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. – 2005. – № 8 (80). – С. 148 – 153.
66. Структурно-фазовий стан, стабільність інтерфейсів та електрофізичні властивості двошарових плівкових систем / С.І. Проценко, І.В. Чешко, Д.В. Великодний [та ін.] // Успехи физ. мет. – 2007. – Т.8, №4. – С. 247–278.
67. Draaisma H.J.G. Magnetic interface anisotropy in Pd/Co and Pd/Fe multilayers / H.J.G. Draaisma, W.J.M. de Jonge, F.J.A. den Broeder // J. Magn. Magn. Mat. – 1987. – V. 66. – P. 351–355.
68. Tellier C.R. Size effects in thin films / C.R. Tellier, A.J. Tosser. – Amsterdam-Oxford-New York: ESPS, 1982. – 309 p.
69. Koenigsberg E. Conductivity of thin films in a longitudinal magnetic field / E. Koenigsberg // Phys. Rev. – 1953. – V. 91. – P. 8–9.
70. Kao Y.H. Conductivity of Thin Metallic Films in a Longitudinal Magnetic Field / Y.H. Kao // Phys. Rev. – 1965. – V. 138. – P. A1412 – A1414.

71. Mayadas A.F. Electrical-resistivity model for polycrystalline films: the case of arbitrary reflection at external surfaces/ A.F. Mayadas, M. Shatzkes // *Phys. Rev. B.* – 1970. – V.1, №4. – P. 1382–1389.
72. Electrical resistivity of PdFe alloys / S. Skalski, M.P. Kawatra, J.A. Mydosh [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 1970. – V. 2, № 9. – P. 3613 – 3619.
73. Temperature-driven changes of order and magnetism in FePd thin films and thin foil / Ch. Issro, W. Püschl, W. Pfeiler [et al.] // *Scripta Mater.* – 2005. – V. 53. – P. 447 – 452.
74. Celinski Z. Exchange coupling in Fe/Cu, Pd, Ag, Au/Fe trilayers / Z. Celinski, B. Heinrich // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1991. – V. 99. – P. L25 – L30.
75. Celinski Z. Ferromagnetic and antiferromagnetic exchange coupling in ultrathin Fe(001)/Pd(001)/Fe(001) structures / Z. Celinski, B. Heinrich, J.F. Cochran // *J. Appl. Phys.* – 1991. – V. 70. – P. 5870 – 5872.
76. Scattering of spin current injected in Pd(001) / J. Foros, G. Woltersdorf, B. Heinrich [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2005. – V. 97. – P. 10A714-1 – 10A714-3.
77. Sun Y. Electrically driven magnetism on a Pd thin film / Y. Sun, J.D. Burton, E.Y. Tsybal // *Phys. Rev. B.* – 2010. – V. 81. – P. 064413-1 – 064413-7.
78. Finite size effects with variable range exchange coupling in thin-film Pd/Fe/Pd trilayers / R.K. Das, R. Misra, S. Tongay [et al.] // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2010. – V. 322. – P. 2618 – 2621.
79. Giant magnetic enhancement in Fe/Pd films and its influence on the magnetic interlayer coupling / E. Holmstrom, L. Nordstrom, A.M.N. Niklasson [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2003. – V. 67. – P. 184403-1 – 184403-6.
80. Fullerton E. Structure and magnetism of epitaxially-strained Pd(001) Films on Fe(001): experiment and theory / E. Fullerton, D. Stoeffler, K. Ounadjela // *Phys. Rev. B.* – 1995. – V. 51. – P. 6364 – 6378.
81. Магнитооптические свойства многослойных пленок Fe/Pd / Е.А. Ганышина, А.А. Богородицкий, Р.Ю. Кумаритова [и др.] // *ФТТ.* – 2001. – Т.43. – Вып. 6. –

C. 1061 – 1066.

82. Kottcamp E.H. Alloy Phase Diagrams / E.H. Kottcamp, E.L. Langer. – USA: ASM International, 1992. – V. 3. – 200 p.

83. Lukaszew R.A. Highly ordered FePt and FePd magnetic nano-structures: Correlated structural and magnetic studies / R.A. Lukaszew, A. Cebollada, C. Clavero // *Physica B*. – 2006. – V. 384. – P. 15 – 18.

84. Magnetic anisotropy in $\text{Fe}_x\text{Pd}_{1-x}$ ($x = 0.30, 0.44, 0.55, 0.67, \text{ and } 0.78$) alloy film grown on $\text{SrTiO}_3(001)$ and $\text{MgO}(001)$ by molecular beam epitaxy / C.F. Wang, K.M. Kuo, C.Y. Lin [et al.] // *Solid. State Commun.* – 2009. V. 149. – P. 1523 – 1526.

85. Kumar M. Temperature dependence of magnetization in Fe-Pd thin films / M. Kumar // *Mater. Sci. Eng. B*. – 2009. – V. 162. – P. 59 – 63.

86. Change of magnetic property in ultrathin Fe films grown on Pd(111) induced by morphological change and interdiffusion / J.H. Choi, T.U. Nahm, W. Kim [et al.] // *Surf. Sci.* – 2001. – V. 495. – P. 173–184.

87. Liu C. Morphology of Fe/Pd(100) films studied using photoemission from physisorbed Xe / C. Liu, S. D. Bader // *Phys. Rev. B*. – 1991. – V. 44. – P. 2205 – 2208.

88. Dutta B. First-principles based investigation on effects of magnetism on lattice dynamics in $\text{Fe}_{72}\text{Pd}_{28}$ alloy / B. Dutta, S. Ghosh // *Intermetallics*. – 2010. – V. 18. – P. 1143 – 1147.

89. Чепурных Г.К. Области экстремальных характеристик магнитоупорядоченных кристаллов / Г.К. Чепурных – Киев: Наукова думка, 2010. – 175 с.

90. Change of magnetic property in ultrathin Fe films grown on Pd(111) induced by morphological change and interdiffusion / J.H. Choi, T.U. Nahm, W. Kim [et al.] // *Surf. Sci.* – 2001. – V. 495. – P. 173 – 184.

91. Control of the perpendicular magnetic anisotropy of FePd films via Pd capping deposition / C. Clavero, J. R. Skuza, Y. Choi [et al.] // *App. Phy. Letters*. – 2008. – V. 92. – P. 162502-1 – 162502-3.

92. Yabe H. Magnetic properties of metastable Fe–Pd alloys by mechanical alloying / H. Yabe, R.C.O’Handleya, T. Kuji // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2007. – V. 310. – P. 2500–2502.
93. New R. The future of magnetic recording technology / SPRING 2007–2008 seminar/public lecture series Topics in International Advanced Technology Research «Novel memory technologies and their applications».
94. Perpendicular magnetic tunnel junctions using Co-based multilayers / Z.R. Tadisina, A. Natarajarathinam, B.D. Clark [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 2010. – V. 107. – P. 09C703-1 – 09C703-3.
95. Wood R. Future hard disk drive systems / R. Wood // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2009. – V. 321. – P. 555–561.
96. Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices / M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* – 1988. – V.61, № 21. – P. 2472 – 2476.
97. Дехтярук Л.В. Гігантський магнеторезистивний ефект у магнітних полікристалічних мультишарах / Л.В. Дехтярук, І.Ю. Проценко, А.М. Черноус // *Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии.* – 2008. – Т. 6, № 1. – С. 1 – 8.
98. Проценко І.Ю. Явище гігантського магнітного опору в багатошарових плівкових системах (огляд) / І.Ю. Проценко, І.В. Чешко, Я. Яворский // *Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка.* – 2004. – № 10 (69). – С. 65 – 81.
99. Vovk V. Thermal stability of a Co/Cu giant magnetoresistance (GMR) multilayer system / V. Vovk, G. Schmitz // *Ultramicroscopy* – 2009. – V. 109 – P. 637 – 643.
100. Spin-orbit strength driven crossover between intrinsic and extrinsic mechanisms of the anomalous Hall effect in the epitaxial L1₀-ordered ferromagnets FePd and FePt / K.M. Seemann, Y. Mokrousov, A. Aziz [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* – 2010. – V. 104. – P. 076402-1 – 076402-4.
101. Resistivity and the Hall effect in polycrystalline Ni-Cu and Ta-Cu multi-layered thin films / G. Reiss, K. Kapfberger, G. Meier [et al.] // *Phys. Condens. Matter.* –

1989. – V. L. – P. 1275 – 1283.

102. Kovacs A. High-resolution transmission electron microscopy analysis of $L1_0$ ordering process in Fe/Pd thin layers / A. Kovacs, K. Sato, Y. Hirotsu // J. Appl. Phys. – 2007. – V. 102. – P. 123512-1 – 123512-4.

103. Бібик В.В. Дослідження методом ВІМС взаємної дифузії атомів у тонкоплівковій системі Cr/Fe / В.В. Бібик, Л.В. Однодворець, І.О. Шпетний // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. – 2006. – №9 (93). – С. 91 – 95.

104. Coehoorn R. Relation between interfacial magnetism and spin-dependent scattering at non-ideal Fe/Cr and Fe/V interface / R. Coehoorn // J. Magn. Magn. Mat. – 1995. – V. 151. – P. 341 – 353.

105. Magnetic interface formation at Fe/Cr/Fe(100) / G. Panaccione, F. Sirotti, E. Narducci [et al.] // Surf. Sci. – 1997. – V. 377 – 379. – P. 445 – 449.

106. Uzdin V.M. Fe/Cr interface magnetism in the external magnetic field / V.M. Uzdin, N.S. Yartseva // J. Magn. Magn. Mat. – 1999. – V. 203. – P. 280–282.

107. Проценко І.Ю. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів / І.Ю. Проценко, А.М. Чорноус, С.І. Проценко; [навч. посібник]; за заг. ред. проф. Проценка І.Ю.– Суми: СумДУ, 2007. – 264 с.

108. Проценко І.Ю. Технологія одержання і фізичні властивості плівкових матеріалів та основи мікроелектроніки: лабораторні і практичні заняття [навч. посібник] / І.Ю. Проценко, Л.В. Однодворець. – Суми: СумДУ, 2011. – 232 с.

109. Елецкий А.В. Сорбционные свойства углеродных наноструктур / А.В. Елецкий // УФН. – 2004. – Т. 174, № 11. – 1191 – 1231.

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

111. Достижения высоко разрешающей рентгеновской дифракции в характеристике многослойных гетероструктур / Р.М. Имамов, Э.М. Пашаев,

- М.А. Чуев [и др.] // Поверхность. – 1999. – № 12. – С. 11 – 20.
112. Проценко І.Ю. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу «Спектральні електронні прилади» / І.Ю. Проценко, І.О. Шпетний, О.П. Ткач. – Суми: Вид-во СумДУ, 2008. – 39 с.
113. Electrophysical properties of Cu/Cr and Fe/Cr film systems within elastic and plastic deformation range / S.I. Protsenko, D.V. Velykodnyi, V.A. Kheraj [et al.] // J. Mater. Sci. – 2009. – V. 44. – P. 4905 – 4910.
114. Electrophysical properties of Ni/V and Cr/Fe multilayer films / L. Odnodvoretz, S. Protsenko, O. Synashenko [et al.] // Cryst. Res. Technol. – 2009. – V. 44, № 1. – P. 74 – 81.
115. Забіла Є.О. Фізико-механічні процеси у тонкоплівковому тензорезисторі / Є. О. Забіла, І. Ю. Проценко // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. – 2005. – №4 (76). – С. 108–124.
116. Atkinson R. Analysis of the magneto-optical properties of in homogeneously magnetized systems / R. Atkinson // J. Phys.: Condens. Mater. – 2000. – V. 12. – P. 7735 – 7745.
117. Ebert H. Magneto-optical effects in transition metal systems / H. Ebert // Rep. Prog. Phys. – 1996. V. 59. – 1665–1735.
118. Pure magneto-optic diffraction by a periodic domain structure / J.L. Costa-Kramer, C. Guerrero, S. Melle [et al.] // Nanotechnology. – 2003. – V. 14. – P. 239 – 244.
119. Кучис Е.В. Гальваномагнитные эффекты и методы их исследования / Е.В. Кучис. – М.: Радио и связь, 1990. – 264 с.
120. Lindemuth J.R. Methodology for investigating the magnetization process of the storage layer in double-layered perpendicular magnetic recording media using the anomalous Hall effect / J.R. Lindemuth, B.C. Dodrill, N.C. Oldham // IEEE T. Magn. – 2005. – V. 41, № 3. – P. 1200 – 1208.
121. Van der Pauw L.J. A method of measuring specific resistivity and Hall effect of

discs of arbitrary shape / L.J. van der Pauw // Philips Res. Repts. – 1958. – V. 13, №1. – P. 1 – 9.

122. Electrophysical, magnetoresistive and magneto optic properties of thin films with spin-dependent scattering of electrons / [D. V. Velykodnyi, I. V. Cheshko, S. I. Protsenko, O. P. Tkach, I. Yu. Protsenko] // Materials of Int. conf. [“Functional Materials” (ICFM’ 2009)], (Partenit, 5–10 October 2009). – P. BQ–3P/36.

123. Особливості процесів фазоутворення в приладових плівкових структурах, отриманих пошаровою конденсацією / [Л. В. Олександрович, В. О. Зленко, О. В. Синашенко, О. П. Ткач, І. В. Чешко] // Матеріали Міжнар. конф. студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики [“ЕВРИКА-2009”], (Львів, 20–21 травня 2009 р.). – С. А17.

124. Власенко О.В. Фазовий склад і терморезистивні властивості плівкових матеріалів на основі Fe і Pd / [О. В. Власенко, О. В. Пилипенко, О. П. Ткач] // Науково-технічна конференція викладачів, співробітників, аспірантів та студентів факультету електроніки та інформаційних технологій Сумського державного університету, (Суми, 19–23 квітня 2010 р.). – С. 117.

125. Фазовые переходы в пленочных системах на основе Fe и Pd / [И. В. Чешко, Е. П. Ткач, Д. А. Кутняхов, Л. В. Олександрович] // Материалы III Междунар. школа-семинар молодых ученых [“Рост кристаллов”], (Харьков, 13–16 сентября 2009 р.). – С. 5.

126. Dimensional impurity effects in a crystal structure of thin metal films / L.V. Odnodvoretz, N.I. Shumakova, O.P. Tkach, I.Yu. Protsenko // J. Nano-Electron. Phys. – 2009. – V. 1, № 1. – P. 25 – 36.

127. L₁₀ ordered FePt based double-layered perpendicular recording media / J.F.Hu, J.S.Chen, B.C.Lim [et al.] // Thin Solid Films. – 2008. – V.516. – P. 2067 – 2070.

128. Structural and magnetic properties of nano-crystalline FePd alloys prepared by organo-metallic synthesis / S.B. Qadri, T.M. Keller, C.A. Little [et al.] // Appl. Phys. A-Mater. – 2005. – V. 81. – P. 587 – 590.

129. Surface localized nitrogen incorporation in epitaxial FePd films and its effect in the magneto-optical properties / M.S.Martin-Gonzalez, Y. Huttel, A. Cebollada [et al.] // Surf. Sci. – 2004. – V. 571. P. – 63 – 73.
130. Magnetic circular dichroism of Fe/Pd(100) ultrathin films / X.Le. Cann, C. Boeglin, K. Hricovini [et al.] // Thin Solid Films. – 1996. – V. 275. – P. 95 – 98.
131. Xu H. Microstructural changed during annealing of FePd-based thin films / H. Xu, H. Henrich, J.M.K. Wiezorek // Intermetallics. – 2003. – V.11. – P. 963 – 969.
132. Berdovsky Y.N. Intermetallics research progress / Y.N. Berdovsky. – New York: Nova Science Publishers, 2008. – 290 p.
133. Смещение границ растворимости в высокодисперсных металлах / С.П. Чижик, Н.Т. Гладких, Л.К. Григорьева [и др.] // Металлофиз. новейшие технол. – 1994. – Т.16, №10. – С. 61 – 68.
134. Диффузия в нанодисперсных слоистых пленочных системах / С.И. Богатыренко, Н.Т. Гладких, А.П. Крышталь [и др.] ФММ. – 2010. – Т. 109, № 3. – С. 276 – 283.
135. Бублик А.И. Фазовый переход при изменении толщины в тонких металлических пленках / А.И. Бублик, Б.Я. Пинес // ДАН СССР. – 1952. – Т. 87. – С. 215 – 218.
136. Комник Ю.Ф. Физика металлических пленок / Ю.Ф.Комник – М.: Атомиздат, 1979. – 263 с.
137. Структура, електропровідність та гальваноманітні властивості тонких плівок сплаву FeNi / В.Б. Лобода, В.О. Кравченко, Ю.О. Шкурдода [та ін.] // Вісник СумДУ. Серія: фізика, математика, механіка. – 2004. – № 8 (67).– С. 115–123.
138. Спиридонов Б.А. Влияние наводороживания на структуру электрического палладия / Б.А. Спиридонов, Ю.В. Соколов // АЭЭ. – 2007. – № 3 (47). – С. 55 – 57.
139. Загинайченко С.Ю. Статистическая теория формирования структурных вакансий в гидриде палладия / С.Ю. Загинайченко, З.А. Матысина, Д.В. Щур // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – № 2. – С. 64 – 73.

140. Scandium thin films structure and electrical resistance (1). Study on films obyained in a vacuum of 10^{-5} up to 10^{-6} Torr / V.B. Loboda, I.E. Protsenko, A.V. Yaremenko // *Crystal and Technik*. – 1980. – V. 15, № 1. – P. 43 – 53.
141. Терморезистивні властивості багатошарових плівкових систем / [О. П. Ткач, Ч. Панчал, В. А. Соломаха, Л. В. Олгодворець] // Матеріали Всеукр. конф. молодих вчених [“Сучасне матеріалознавство: матеріали та технології (СММТ–2008)”], (Київ, 12–14 листопада 2008 р.). – С. 39.
142. Фазообразование и электрофизические свойства пленочных систем на основе Fe и Pd / [Е. П. Ткач, Л. В. Олгодворец, S. Nеріjко, И. Е. Проценко, G. Schönense] // Матеріали III Міжнар. конф. [“Фізико-хімічні основи формування і модифікації мікро- та наноструктур”], (Харків, 21–23 жовтня 2009 р.). – С. 138 – 142.
143. Электрофизические и магниторезистивные свойства наноразмерных пленочных систем на основе Fe и Pd или Fe и Cu / [Е. П. Ткач, О. В. Сынашенко Л. В. Олгодворец, А. В. Пилипенко, И. Е. Проценко] // Матеріали IV Міжнар. конф. [“Фізико-хімічні основи формування і модифікації мікро- та наноструктур”], (Харків, 6–8 жовтня 2010 р.). – С. 38 – 42.
144. Kwapulinski P. Scattering of conductivity electrons of grain boundaries in metals/ P. Kwapulinski, J. Rasek, Z. Gierak // *Phys. Status Solidi A*. – 1988.– V. 107, №1. – P. 299 – 304.
145. Майссел Л. Технология тонких пленок / Л. Майссел, Р. Глэнг; пер. с англ. под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. – Москва: Сов. Радио, 1977. – Т. 2, 768 с.
146. Вплив алюмінієвих та германієвих субатомних сурфактантних шарів на перенос / З.В. Стасюк, М.М. Козак, Б.Р. Пенюх [та ін.] // *ФХТТ*. – 2002. – Т.3, №3. – С. 418 – 422.
147. Shivaprasad S.M. Electrical Resistivity of thin palladium films / S.M. Shivaprasad, L.A. Udachan, M.A. Angadi // *Phys. Lett. A*. – 1980. – V. 78. P. 187 – 188.
148. Angadi M.A. Effect of dc electric field on resistance of thin manganese and palla-

- dium films / M.A. Angadi, S.M. Shivaprasad // *Vacuum*. – 1982. – V. 32. – P. 51 – 52.
149. Shi Y.S. Electrical resistivity of RF sputtered Pd films / Y.S. Shi // *Phys. Lett. A*. – 2003. – V. 319. – P. 555 – 559.
150. Лопатинський А.І. Кінетичні явища в тонких плівках перехідних d-металів: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. ф.-м. наук: спец. 01.04.18 «Фізика і хімія поверхні» / А.І. Лопатинський. – Івано-Франківськ, 2000. – 17 с.
151. Daughton, J. Weakly coupled GMR sandwiches / J. Daughton // *IEEE T. Magn.* – 1994. – V. 30, № 2. – P. 364 – 368.
152. Effect of annealing on the giant magnetoresistance of sputtered Co/Cu multilayers / H. Zhang, R.W. Cochrane, Y. Hua [et al.] // *J. Appl. Phys.* – 1994. – V. 75, № 10. – P. 6534 – 6536.
153. Micro-hotplates for high-throughput thin film processing and in situ phase transformation characterization / S. Hamanna, M. Ehmann, S. Thienhaus [et al.] // *Sensor Actuat A-Phys.* – 2008. – V. 147. – P. 576 – 582.
154. Ordering and disordering in $L1_0$ FePd alloys as studied by residual resistivity measurement / A. Kulovits, W.A. Soffa, W. Puschl [et al.] // *Intermetallics*. – 2005. – V. 13. – P. 510 – 514.
155. Effects of atomic ordering on the Curie temperature of FePd $L1_0$ type alloys / L. Wang, Z. Fan, A.G. Roy [et al.] // *J. Appl. Phys.* – V. 95, № 11. – P. 7483 – 7485.
156. Chen S.C. $L1_0$ -FePt thin films with high coercivity and fine grain by rapid thermal annealing with high heating ramp rate / S.C. Chen, S.P. Chen, P.C. Kuo // *Thin Solid Films*. – 2009. – V. 517. – P. 5176 – 5180.
157. Chemical ordering of FePt nanoparticle self-assemblies by rapid thermal annealing / H. Zeng, S. Sun, R.L. Sandstrom [et al.] // *J. Magn. Magn. Mat.* – 2003. – V. 266. – P. 227 – 232.
158. Tensoresistive effect in thin metal films in the range of elastic and plastic strain / I.P. Buryk, D.V. Velykodnyi, L.V. Odnodvoretz, I.E. Protsenko, E.P. Tkach // *Tech. Phys.* – 2011. – V. 56, N 2. – P. 232 – 237.

159. Mechanical properties of micron and nanodimensional metal films / O.P. Tkach, L.V. Odnodvoretz, S.I. Protsenko, D.V. Velykodnyi, K.V. Tyschenko, I.Yu. Protsenko // *J. Nano- Electron. Phys.* – 2010. – V. 2, № 2. – P. 22 – 29.
160. Alphen A.M. Influence of annealing on structural and magnetic properties of Co/Ag multilayers with thin Co layers / A.M. Alphen, P.A.A. Heijden, W.J.M. Jonge // *J. Magn. Magn. Mater.* – 1995. – V.140 – 144. – P. 609 – 610.
161. Parkin S.S.P. Giant magnetoresistance in magnetic nanostructures / S.S.P. Parkin // *Annu. Rev. Mater. Sci.* – 1995. – V. 25. – P. 357 – 388.
162. Giant magnetoresistance in Ag/Co granular films prepared by electrodeposition / S. Kanane, E. Chaine, B. Nguyen [et al.] // *Electrochem. Commun.* – 2002. – V.4. – P. 167 – 170.
163. Kamiko M., Yamamoto R. Seeded epitaxy of Co/Au(111) multilayers on a-Al₂O₃(001): Influence of Co seed layer // *Mater. Sci. Engin. B.* – 2007. – V. 141. – P. 16 – 22.
164. Crystal structure and magnetoresistance of multilayer films based on Fe and Pd or Cr / [I. V. Cheshko, S. Nepijko, L. V. Odnodvoretz, O. V. Synashenko, O. P. Tkach, I. Yu. Protsenko] // *Materials of International Workshop [“Magnetic phenomena in micro- and nano- structure 2010”]*, (Donetsk, 27–29 May 2010). – P. 158–159.
165. Магніторезистивні властивості плівкових матеріалів на основі Fe і Pd та Fe і Cu / [Л. В. Однодворець, О. В. Синашенко, О. П. Ткач, І. Ю. Проценко] // *Матеріали II наук. Міжнар. конф. [“Сучасні проблеми конденсованого стану”]*, (Київ, 6–9 жовтня 2010 р.). – С. 17.
166. Магниторезистивные свойства многослойных наноразмерных пленочных систем / О.В. Сынашенко, Е.П. Ткач, И.П. Бурый, Л.В. Однодворец, С.И. Проценко, Н.И. Шумакова // *ВАНТ. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники.* – 2009. – № 6. – С. 169–174.
167. Сынашенко О.В. Магниторезистивные свойства пленок Fe и мультислоев

- на их основе / О.В. Сынашенко, Д.Н. Кондрахова, И.Е. Проценко // Ж. нано-електрон. фіз. – 2010. – Т. 2, № 4. – С. 96 – 114.
168. Лобода В.Б. Структура та гальваномагнітні властивості плівок Ni / В.Б. Лобода, С.М. Пирогова, Ю.О. Шкурдода // Вісник СумДУ. Серія: Фізика, математика, механіка. – 2002. – № 13 (46). – С. 150–158.
169. Ткач О.П. Магніторезистивні властивості мультишарової плівкової системи Fe/Pd / [О. П. Ткач, Л. В. Однорець] // Матеріали Міжнар. конф. студентів і молодих науковців з теоретичної та експериментальної фізики [“ЕВРИКА-2011”], (Львів, 18–20 травня 2011 р.). – С. А38.
170. Crystalline structure and magnetoresistivity properties of Fe/Pd films / [О. Р. Tkach, Y. Zabala, L. V. Odnodvoretz, M. Marszałek] // Materials of [“XLVI Zakopane School of Physics International Symposium”], (Zakopane, 16–21 May 2011). – P. 147.
171. Magnetoresistive properties of multilayers based on Fe/Cu and Fe/Pd / [D. M. Kondrahova, O. V. Synashenko, I. Yu. Protsenko, O. P. Tkach, L. V. Odnodvoretz] // Materials of XIII Int. conf. [“Physics and technology of thin films and nanosystem”], (Ivano-Frankivsk, 16–21 May 2011). – С. 134.
172. Phase and particle size distribution in magnetoresistive Fe – Cu granular alloys investigated by Mossbauer spectroscopy / M.S. Rogalski, M.M. Pereira de Azevedo, J.B. Sousa // J. Magn. Magn. Mater.–1996.–V.163.– P. L257 – L263.
173. Magnetoresistance and spin electronics / A. Barthelemy, A. Fert, J-P. Contour [et al.] // J. Magn. Magn. Mater.–2002.–V.242–245.– P. 68 – 76.
174. Effect of pressure on giant magnetoresistance of Fe/Cu magnetic multilayer / T. Sakai, G. Oomi, K. Okada [et al.] // Phisica B. – 1997. V.237. – P. 275 – 277.
175. Vovk V., Schmitz G., Thermal stability of a Co/Cu giant magnetoresistance (GMR) multilayer system // Ultramicroscopy. – 2009. – V. 109 (5). – P. 637 – 643.
176. Change of magnetic property in ultrathin Fe films grown on Pd(111) induced by morphological change and interdiffusion / J.H. Choi, T.U. Nahm, W. Kim [et al.] //

Surf. Sci. – 2001. – V. 495. – P. 173 – 184.

177. X-ray absorption fine structure and x-ray diffraction studies of crystallographic grains in nanocrystalline FePd:Cu thin films / M. Krupinski, M. Perzanowski, A. Polit [et al.] // J. Appl. Phys. – 2011. – V. 109. – P. 064306-1 – 064306-7.

178. Naganuma H. Fabrication of oriented L1₀-FeCuPd and composite bcc-Fe/L1₀-FeCuPd nanoparticles: Alloy composition dependence of magnetic properties / H. Naganuma, K. Sato, Y. Hirotsu // J. Appl. Phys. – 2006. – V. 99, № 8. – P. 08N706-1 – 08N706-3.

179. Naganuma H. Perpendicular magnetic anisotropy of epitaxially grown L1₀-FePdCu nanoparticles with preferential c-axis orientation / H. Naganuma, K. Sato, Y. Hirotsu // J. Appl. Phys. – 2006. – V. 100. – P. 074914-1 – 074914-7.

180. Kang J.G. Structure and Magnetic Properties of Nonepitaxially-grown L1₀ FePdCu / J.G. Kang, J.G. Ha // J. Korean Phys. Soc. – 2009. – V. 55, № 1. – P. 10 – 13.

181. Yan M.L. Nanostructure and magnetic properties of highly (001) oriented L1₀ (Fe₄₉Pt₅₁)_{1-x}Cu_x films / M.L. Yan, Y.F. Xu, D.J. Sellmyer // J. Appl. Phys. – 2006. – V. 99. – P. 08G903-1 – 08G903-3.

182. The Pd polarization at the Pd/Fe interface / H. Nait-Laziz, S. Bouarab, C. Demangeat [et al.] // J. Magn. Magn. Mater. – 1993. – V. 118. – P. 365 – 372.

183. Study of the different magnetoresistance sources in Ag/Co multilayers / S.E. Paje, M.A. Arranz, J.P. Andres [et al.] // J. Phys. Condens. Mater. – 2003. – V. 15. – P. 1071 – 1079.

184. Kitada M. Magnetoresistance and microstructure of sputtered Au-Co thin films / M. Kitada // J. Magn. Magn. Mater. – 2000. – V. 208. – P. 244 – 250.

185. Magnetic field induced increase of the longitudinal Kerr effect in multilayer Co/Cu(111) films / I.N. Lukienko, N.F. Kharchenko, V.V. Zorchenko [et al.] // Low Temp. Phys. – 2007. – V. 33, № 11. – P. 992 – 998.

186. Магніторезистивні властивості нанорозмірних плівкових систем на основі Fe і Pd / О.П. Ткач, Л.В. Однодворець, S. Неріжко, С.І. Проценко // ФІП. – 2009.

– Т.7, № 3. – С. 256 – 261.

187. Апробація теоретичної моделі розмірного ефекту в магнітоопорі / Д.М. Кондрахова, О.П. Ткач, Л.В. Однедворець, І.Ю. Проценко // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. – 2011. – Т. 9, Вып. 4. – С. 801 – 807.

188. Електрофізичні і магніторезистивні властивості наноструктурованих плівкових матеріалів / [О. В. Власенко, Д. М. Кондрахова, Л. В. Однедворець, О. В. Пилипенко, І. Ю. Проценко, О. П. Ткач, Ю. М. Шабельник] // Матеріали V Міжнар. конф. [“Фізико-хімічні основи формування і модифікації мікро- та наноструктур”], (Харків, 12–14 жовтня 2011 р.). – С. 304–309.

189. Колесниченко Ю.А. Влияние диффундирующего слоя примесей на электропроводность тонких металлических пластин / Ю.А. Колесниченко // ФНТ. – 1995. – Т. 11. – С. 1165 – 1171.

190. Klama S. Electron dynamics in thin film in an external longitudinal magnetic field / S. Klama // J. Phys. C: Solid State Phys. – 1987. – V. 20, № 4. – P. 551 – 563.

191. Панченко О.А. Розмірні явища і поверхневе розсіювання носіїв струму в металах (огляд) / О.А. Панченко, С.В. Сологуб // ФХТТ. – 2003. – Т. 4, № 1. – С. 7–42.

192. Ткач О.П. Гальваномагнітні властивості мультишарів Fe/Pd / [О. П. Ткач, Л. В. Однедворець] // Матеріали X Міжнар. конф. [“Фізичні явища в твердих тілах”], (Харків, 6–9 грудня 2011 р.). – С. 89.

193. Эффект Холла в мультишарах на основе Pd і Fe / О.П. Ткач, О.С. Грищук, Т.П. Говорун, Л.В. Однедворець // Ж. нано- електрон. фіз. – 2011. – Т. 3, № 4. – С. 131 – 137.

194. Hall effect in nanodimensional multilayers based on island films of Pd and Fe / [S. A. Nepijko, D. Kutnyakhov, O. Tkach, L. Odnodvoretz, I. Protsenko, G. Schönhense] // 76. Jahrestagung der Deutsche Physikalische Gesellschaft und DPG-Frühjahrstagung der Sektion Kondensierte Materie mit den folgenden

Fachverbänden und den Arbeitskreisen der DPG, (Berlin, 25 - 30 March 2012). – MA 20.10.

195. Development of magnetoresistive sensors based on planar Hall effect for applications to microcompass / F. Montaigne, A. Schuhl, F. Nguyen Van Dau [et al.] // *Sensor Actuat. A-Phys.* – 2000. – V. 81. – P. 324.

196. Ogrin F.G. Investigation of perpendicular anisotropy of a thin film using the planar Hall effect / F.G. Ogrin, S.L. Lee, Y.F. Ogrin // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2000. – V. 219. – P. 331.