

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 539.216.2:537.621.2:537.623

МАГНИТОТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА СПИНОВЫХ КЛАПАНОВ НА ОСНОВЕ ОБМЕННО-СВЯЗАННЫХ НАНОСЛОЕВ ГЕЛИМАГНЕТИКА Dy И ФЕРРОМАГНЕТИКА Co₉₀Fe₁₀

© 2022 г. Л. И. Наумова^а, *, Р. С. Заворницын^а, М. А. Миляев^а, М. В. Макарова^а,
В. В. Пролядо^а, А. С. Русалина^а, В. В. Устинов^а

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: naumova@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 14.06.2022 г.

После доработки 12.07.2022 г.

Принята к публикации 15.07.2022 г.

Спиновые клапаны с расположенной в нижней части структуры композицией CoFe/Dy/CoFe были изготовлены методом магнетронного напыления. Проведено исследование влияния длительного хранения и термического воздействия на микроструктуру и магнито-транспортные свойства спиновых клапанов. Изменение температуры компенсации использовано как индикатор интенсивности диффузионных процессов в обменно-связанной структуре CoFe/Dy/CoFe. Обнаружено, что при уменьшении толщины слоя диспрозия уменьшаются обусловленные диффузией изменения магнитотранспортных свойств. Показано, что даже при малой номинальной толщине (4 нм) слоя диспрозия, по истечении 3 мес. после напыления в составе наноструктуры содержится чистый Dy, атомы которого не участвуют в сперимагнитном упорядочении интерфейса Dy–Co–Fe.

Ключевые слова: диспрозий, спиновый клапан, магнитосопротивление, температурная стабильность

DOI: 10.31857/S0015323022600642

ВВЕДЕНИЕ

Многослойные наноструктуры, в состав которых входят редкоземельные (РЗМ) и переходные металлы группы железа (ПМ), являются объектом постоянного интереса исследователей [1–4]. Магнитные характеристики этих структур обусловлены сочетанием вкладов *3d* и *4f*-магнетизма отдельных слоев и последовательностью обменных взаимодействий между соседними слоями. Использование в таких наноструктурах композиции ПМ/Cu/ПМ, обладающей эффектом гигантского магнитосопротивления (ГМС), позволяет получать уникальные магнитотранспортные свойства. В этом случае магниторезистивные характеристики наноструктуры зависят от температуры и существенно изменяются при магнитных фазовых переходах в слое РЗМ [5, 6]. С другой стороны, если свойства наноструктуры хорошо исследованы и предсказуемы, то включение в ее состав слоя РЗМ позволяет использовать изменение магнитосопротивления всей структуры как индикатор магнитного состояния РЗМ [7].

Редкоземельный металл диспрозий в антиферромагнитной фазе обладает геликоидальной магнитной структурой. Результирующий магнитный момент в каждой базисной плоскости гексаго-

нальной плотноупакованной (ГПУ) кристаллической решетки диспрозия повернут относительно момента в соседней плоскости на некоторый угол. Под влиянием приложенного внешнего магнитного поля происходит деформация магнитной геликоиды и переход к веерообразной структуре, обладающей некомпенсированным магнитным моментом [8]. Для объемного диспрозия температуры фазовых переходов ферромагнетик – антиферромагнетик и антиферромагнетик – парамагнетик составляют $T_C = 85$ К и $T_N = 179$ К. Для нанослоев диспрозия, в зависимости от особенностей микроструктуры, возможен как прямой переход ферромагнетик–парамагнетик, так и последовательность переходов ферромагнетик–антиферромагнетик–парамагнетик [9]. В работе [10] показано, что для слоев диспрозия, входящих в состав наноструктуры, T_N существенно зависит от толщины слоя. При формировании в диспрозии антиферромагнитного геликоидального упорядочения на температурных зависимостях электросопротивления появляется характерная аномалия [8]. Ранее мы наблюдали эту аномалию для наноструктур буферный слой/Dy/защитный слой, где в качестве буферного и защитного слоя использовали Ta и

сплавы $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ [7]. Было показано [6], что при толщинах слоя диспрозия $t_{\text{Dy}} = 10\text{--}900$ нм происходит переход антиферромагнетик – парамагнетик и его температура возрастает с увеличением t_{Dy} .

Один из сложных моментов, возникающих при исследовании наноструктур, содержащих слои диспрозия, связан с интенсивными диффузионными процессами на границе РЗМ/ПМ. Эти процессы приводят к изменениям магнитных и магнитотранспортных свойств наноструктуры с течением времени [11]. В результате диффузии, в частности, при соседстве слоев Dy и ферромагнитного сплава CoFe появляются три магнитных материала с существенно различными свойствами: сплав переходных 3d-металлов CoFe, редкоземельный металл диспрозий и интерфейс Dy–Co–Fe, обладающий большой дисперсией анизотропии, достаточно высокой $T_C \approx 400\text{--}550$ К и сильной зависимостью коэрцитивной силы от температуры [12–15]. В работах [16–18] показано, что для тонких слоев Dy–Co и Dy–Fe характерно состояние сперимагнетизма. Обменное взаимодействие между атомами РЗМ и ПМ создает ферромагнитное упорядочение, которое модулируется разбросом локальной анизотропии. Магнитные моменты атомов диспрозия ориентированы в пределах конуса. Угол раствора этого конуса (β) изменяется при изменении поля и температуры. Магнитные моменты атомов 3d-металлов образуют ферромагнитное упорядочение, однако и для них возможен разброс в пределах некоторого конуса, обусловленный взаимодействием с атомами диспрозия [19].

В доступной в настоящее время литературе нет однозначного ответа на вопрос – остается ли чистый диспрозий в составе структуры ПМ/РЗМ/ПМ, если номинальная толщина слоя Dy соизмерима с пространственным периодом геликоидальной структуры. Эта информация актуальна как для разработки функциональных материалов на основе наноструктур, содержащих РЗМ, так и для поиска теоретически предсказанных спиновых эффектов в металлических гелимагнетиках [20, 21].

В данной работе мы исследуем магнитотранспортные свойства наноструктур типа “спиновый клапан” на основе обменно-связанных слоев геликоидального магнетика Dy и сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ и изменение этих свойств со временем и при термическом воздействии в процессе интердиффузии. Особое внимание уделяется поиску стабильной во времени и термически устойчивой композиции.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Наноструктуры типа “спиновый клапан” композиции Ta(5)/ $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (2)/Dy(t_{Dy})/ $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (2)/

Cu(3.4)/ $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ (3.5)/Ta(6) были изготовлены методом магнетронного напыления на подложках монокристаллического Al_2O_3 ориентации R (012). Толщины слоев указаны в скобках в нанометрах. Напыление проводили в магнитном поле, приложенном в плоскости подложки. Базовое давление остаточных газов в камере напыления составляло $\sim 6 \times 10^{-7}$ Па. Давление рабочего газа (Ar) при напылении составляло 0.1 Па. Толщина слоя диспрозия варьировалась и составляла $t_{\text{Dy}} = 2, 4, 7, 10, 20, 40$ и 60 нм. Сопротивление измеряли на образцах размером 2×8 мм четырехконтактным методом при протекании постоянного тока в плоскости пленки. Медные контактные площадки напыляли при помощи маски. Измерение полевых и температурных зависимостей сопротивления и отжиг в атмосфере гелия проводили в установке, собранной на базе электромагнита, прокачного криостата и температурного контроллера. Магнитосопротивление определяли как $MR = (R(H) - R(H_{\text{max}}))/R(H_{\text{max}})$, где $R(H)$ – сопротивление в магнитном поле, $R(H_{\text{max}})$ – сопротивление в максимальном отрицательном поле (-18.5 кЭ), приложенном при измерении. Исследования микроструктуры проводили методом рентгеновской дифракции ($(\Theta - 2\Theta)$ -скан) в излучении $\text{CoK}\alpha$. Исследования кристаллографической текстуры проводили по методу кри-ых качания (ω -скан).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследования микроструктуры

На дифрактограммах, полученных от исследуемых наноструктур с варьируемой толщиной слоя диспрозия (рис. 1), видны рефлексы (100), (002), (200) и (004) от ГПУ-структуры диспрозия; общий пик (111) от гранцентрированной кубической (ГЦК) структуры меди и сплава CoFe; слабый рефлекс от объемно-центрированной структуры тантала и два пика от монокристаллической подложки Al_2O_3 (R). На дифрактограммах, полученных от наноструктур с толщиной слоя диспрозия 7 нм и менее, рефлексы от ГПУ-решетки диспрозия не видны. Пик Dy(002) становится заметным при $t_{\text{Dy}} = 10$ нм. При увеличении толщины слоя диспрозия, интенсивность Dy(002) возрастает, появляется пик Dy(100) и рефлексы более высокого порядка Dy(004) и Dy(200). Интенсивность пика (111) от CoFe и Cu снижается при увеличении t_{Dy} , так как подслоем диспрозия CoFe и Cu не способствует формированию в этих материалах текстуры $\langle 111 \rangle$. Поэтому рост ГПУ-структуры в слое диспрозия приводит к деградации текстуры в слоях CoFe/Cu/CoFe. В самом слое диспрозия при увеличении толщины происходит возрастание совершенства аксиальной текстуры $\langle 002 \rangle$ ось которой нормальна к плоскости пленки.

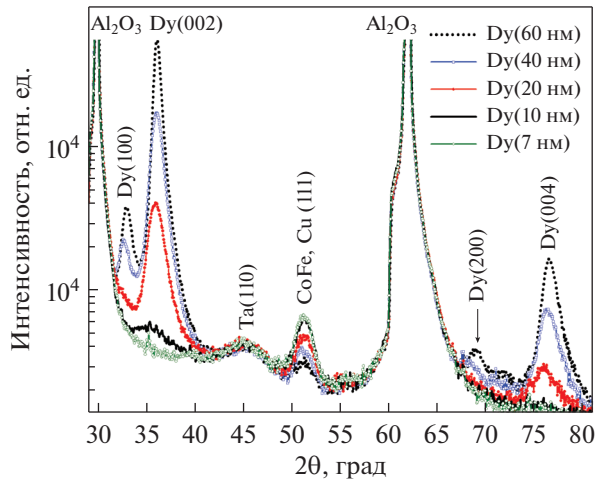


Рис. 1. Дифрактограммы, полученные от наноструктур Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), t_{Dy} = 7, 10, 20, 40 и 60 нм.

На рис. 2 показана зависимость среднего угла рассеяния текстуры (γ) от толщины слоя диспрозия. Величину γ определяли как полную ширину на полувысоте кривой качания вокруг пика Dy(002). Характер изменения угла γ с толщиной слоя указывает на то, что с уменьшением t_{Dy} совершенство текстуры $\langle 111 \rangle$ снижается и резко падает при $t_{Dy} < 20$ нм.

Второй этап структурных исследований был проведен через 3 мес. после напыления наноструктур и отжига их в атмосфере гелия при температуре 373 К в течение 30 мин. Отжиг был проведен для ускорения диффузионных процессов на границах CoFe/Dy. На рис. 3 показаны для сравнения дифрактограммы от наноструктур с t_{Dy} = 10 и 60 нм, полученные сразу после напыления и после отжига.

Для наноструктур с t_{Dy} = 20, 40 и 60 нм дифрактограммы, полученные сразу после напыления, отличаются от полученных после хранения и отжига образцов. Эти отличия тем больше, чем больше номинальная толщина слоя диспрозия. В частности, высота пика CoFe(111) уменьшается, пики (002) и (100) ГПУ-решетки диспрозия становятся шире и ниже, причем пик (100) смещается в сторону больших углов. Эти изменения могут быть следствием проникновения атомов Co и Fe в решетку диспрозия, что приводит к появлению микронапряжений первого и второго рода. Смещение и увеличение ширины пиков (002) и (100) диспрозия и уменьшение интенсивности пика CoFe(111) позволяют предположить, что диффузионное разрастание интерфейсов Dy–Co–Fe происходит в основном за счет проникновения атомов Co и Fe в слой диспрозия.

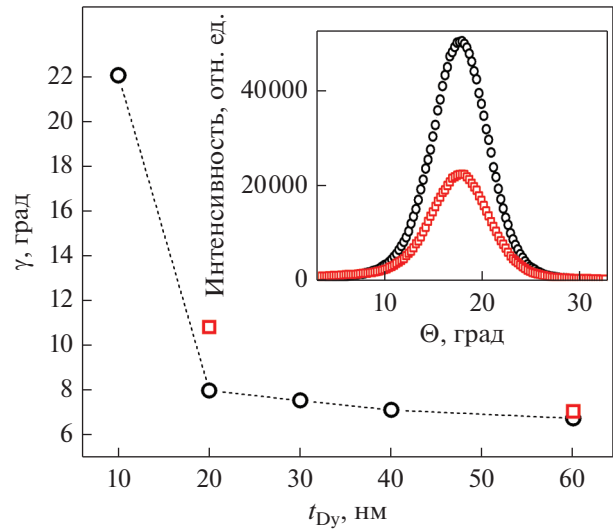


Рис. 2. Зависимость среднего угла рассеяния текстуры от толщины слоя диспрозия для наноструктур Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6). На вставке показаны кривые качания, полученные для наноструктуры с t_{Dy} = 60 нм сразу после напыления и после отжига. Квадратные и круглые символы относятся к данным, полученным после напыления и после отжига, соответственно.

Таким образом, при отжиге происходит уменьшение фактической толщины слоев CoFe и Dy и разрастание интерфейсной области Dy–Co–Fe. При малых толщинах слоя диспрозия t_{Dy} = 7 и 10 нм дифрактограммы, полученные до и после отжига, практически одинаковы. Высота, ширина и положение пика CoFe(111) и слабого пика Dy(002) не изменяются. Вероятно, в этом случае большая часть номинальной толщины слоя диспрозия сразу после напыления уже находится в составе интерфейса Dy–Co–Fe.

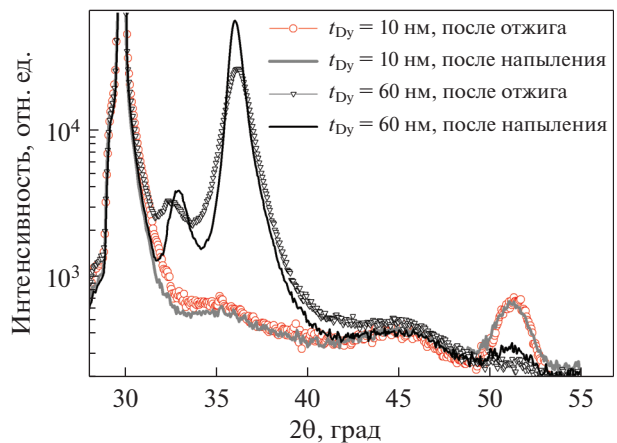


Рис. 3. Дифрактограммы, полученные сразу после напыления и после отжига наноструктур Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), t_{Dy} = 10 и 60 нм.

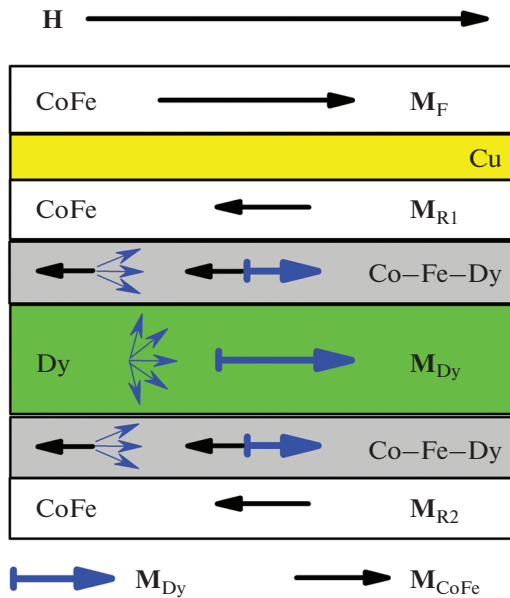


Рис. 4. Схематичное представление слоев, интерфейсов Dy–Co–Fe и направлений магнитных моментов в поле, соответствующем высокорезистивному состоянию спинового клапана.

Текстурные исследования показали, что после хранения и отжига угол рассеяния текстуры (002) в слое диспрозия незначительно увеличился для наноструктуры с $t_{Dy} = 20$ нм и практически не изменился при $t_{Dy} = 60$ нм (рис. 2).

Таким образом, с уменьшением номинальной толщины слоя диспрозия менее значительными становятся изменения микроструктуры, происходящие при хранении и термической обработке спиновых клапанов.

Магнотранспортные свойства спиновых клапанов, содержащих слои CoFe/Dy/CoFe

Рассмотрим магнитную систему спинового клапана как совокупность следующих магнитных слоев: свободный слой с магнитным моментом M_F ; референтный слой, который разделен слоем диспрозия на две части с магнитными моментами M_{R1} и M_{R2} . Разделяющий слой в общем случае представлен двумя фазами, магнитные свойства которых зависят от температуры и приложенного поля: чистым диспрозием с магнитным моментом M_{Dy} и интерфейсами Dy–Co–Fe (рис. 4). Основываясь на результатах, опубликованных ранее другими исследователями [16–19], мы предполагаем существование в интерфейсах Dy–Co–Fe сперимагнитного упорядочения.

В результате антиферромагнитного обменного взаимодействия моменты M_{R1} и M_{R2} антипараллельны моменту M_{Dy} во всем исследуемом интервале полей (от -18.5 до 18.5 кЭ). Для простоты обозначим суммарный магнитный момент сплава CoFe в референтном слое как M_R и суммарный магнитный момент диспрозия, входящего в слой Dy и в интерфейс, как $M_{\Sigma Dy}$. Величина $M_{\Sigma Dy}$ зависит от температуры, в отличие от M_R . Соответственно, для магнитной системы CoFe/Dy/CoFe имеется температура компенсации (T_{comp}), при которой реализуется равенство противоположных моментов $M_R = M_{\Sigma Dy}$.

Магнитосопротивление спинового клапана зависит от угла между магнитными моментами M_{R1} и M_F . Если эти моменты сонаправлены или противоположны, то из-за спин-зависимого рассеяния электронов проводимости реализуется, соответственно, низкорезистивное или высокорезистивное состояние спинового клапана.

Полевые зависимости сопротивления измеряли для спиновых клапанов с разной толщиной слоя диспрозия. Вначале спиновый клапан охлаждали до 85 К в поле 18 кЭ, приложенном параллельно оси легкого намагничивания. Затем образец нагревали и измеряли полевые зависимости сопротивления при различных фиксированных температурах. Первоначальное охлаждение в магнитном поле до $T < T_N$ проводили для того, чтобы при переходе диспрозия в антиферромагнитное состояние возникло обменное взаимодействие между Dy и соседними слоями CoFe.

На рис. 5 показаны полевые зависимости сопротивления спинового клапана, измеренные при температурах, близких к температуре компенсации магнитных моментов M_R и $M_{\Sigma Dy}$. Измерения были проведены в течение недели после напыления наноструктур.

Характер зависимостей $R(H)$, измеренных при $T > T_{comp}$, типичен для обладающих эффектом ГМС наноструктур, в которых слой меди разделяет магнитомягкий (свободный) и магнито жесткий (референтный) ферромагнитные слои. На рис. 5 так выглядит кривая, полученная при $T = 163$ К. Резкий скачок сопротивления в малых полях происходит из-за перемагничивания свободного слоя. Референтный слой перемагничивается в больших полях. При достижении поля насыщения магнитные моменты всех ферромагнитных слоев сонаправлены с приложенным полем, и сопротивление наноструктуры минимально.

При понижении температуры зависимость $R(H)$ принимает вид ступени, показанной на рис. 5 при $T = 153$ К. Форма кривой обусловлена тем, что во всем исследуемом интервале полей перемагничивается только свободный слой, момент M_F которого ориентируется вдоль поля, в то вре-

мя как ориентация M_{R1} практически не изменяется. Это возможно, если при $T \approx T_{comp}$ суммарный магнитный момент слоев CoFe/Dy/CoFe близок к нулю.

Дальнейшее понижение температуры приводит к инверсии зависимости $R(H)$, которая принимает вид, показанный на рис. 5 для $T = 133$ К. Видно, что в исследуемом интервале в больших полях не достигается состояние насыщения, при котором магнитные моменты всех слоев сонаправлены с приложенным полем, а сопротивление минимально.

Объяснение наблюдаемых изменений формы зависимостей $R(H)$ с температурой состоит в следующем. При понижении температуры в слоях CoFe/Dy/CoFe происходит изменение соотношения между M_R и $M_{\Sigma Dy}$ обусловленное тем, что в диспрозии происходит переход парамагнетик-антиферромагнетик, а в интерфейсе Dy-Co-Fe изменяется угол β . Таким образом, при $T > T_{comp}$ перемагничиванием обменно-связанной системы CoFe/Dy/CoFe управляют моменты CoFe ($M_R > M_{\Sigma Dy}$), а при $T < T_{comp}$ управляющими являются моменты диспрозия $M_{\Sigma Dy} > M_R$. Для спиновых клапанов с разной толщиной слоя диспрозия температура, при которой реализуется равенство магнитных моментов M_R и $M_{\Sigma Dy}$, различна. На рис. 6 показаны магниторезистивные кривые спиновых клапанов с разной толщиной слоя диспрозия, измеренные при температурах $T = 203$ и 123 К, соответствующих парамагнитному и антиферромагнитному состоянию диспрозия. При $T = 203$ К ни одна из магниторезистивных кривых не инвертирована, следовательно, $M_R > M_{\Sigma Dy}$ и $T_{comp} < 203$ К для спиновых клапанов с толщинами $2 \leq t_{Dy} \leq 60$ нм. При $T = 123$ К инвертированы магниторезистивные кривые спиновых клапанов с $t_{Dy} = 10, 20$ и 60 нм, а для образца с $t_{Dy} = 4$ нм кривая имеет форму ступени. Следовательно, для этого образца температура $T = 123$ К очень близка к T_{comp} . Соответственно для спиновых клапанов с $t_{Dy} = 10, 20$ и 60 нм $T_{comp} > 123$ К, в случае $t_{Dy} = 2$ нм $T_{comp} < 123$ К. По смещению высокополевых частей магниторезистивных кривых (рис. 6) видно, как с увеличением номинальной толщины слоя диспрозия изменяется интервал полей, в котором перемагничивается референтный слой. В качестве характеристики поля перемагничивания референтного слоя выберем поле, в котором магнитосопротивление при повороте магнитных моментов в референтном слое изменяется в 2 раза (рис. 7). Обозначим как H_r и H_{π} поля, в которых этот поворот магнитных моментов происходит при $T > T_{comp}$ и $T < T_{comp}$ соответственно.

На рис. 8 показаны зависимости полей перемагничивания референтного слоя от номинальной толщины слоя диспрозия при температурах 203 и 123 К. При $T = 203$ К диспрозий находится в

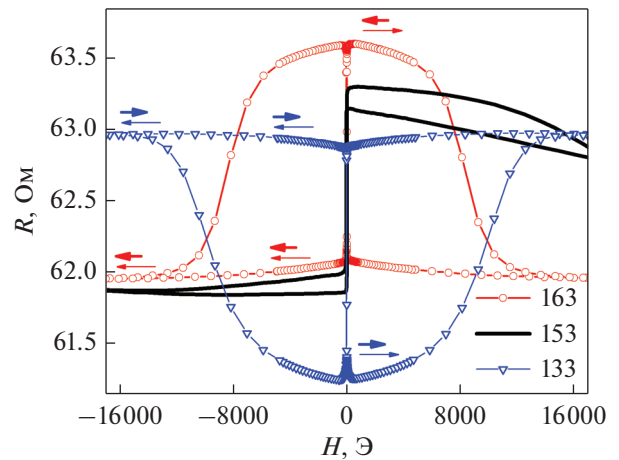


Рис. 5. Полевые зависимости сопротивления спинового клапана Ta(5)/CoFe(2)/Dy(10)/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), измеренные при температурах 133, 153 и 163 К. Направления магнитных моментов M_{R1} и M_F обозначены жирной и тонкой стрелкой, соответственно.

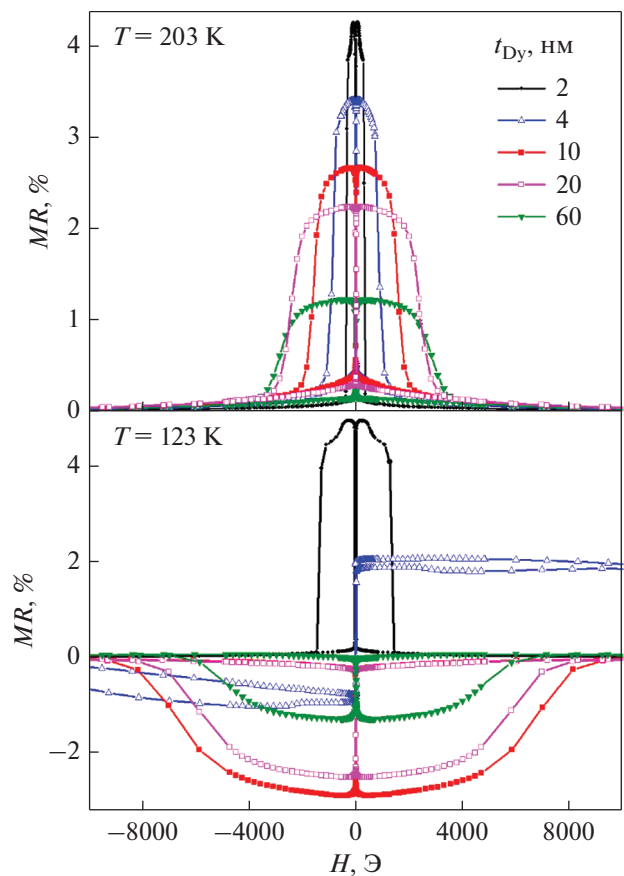


Рис. 6. Полевые зависимости магнитосопротивления спиновых клапанов Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), измеренные при температурах 203 и 123 К.

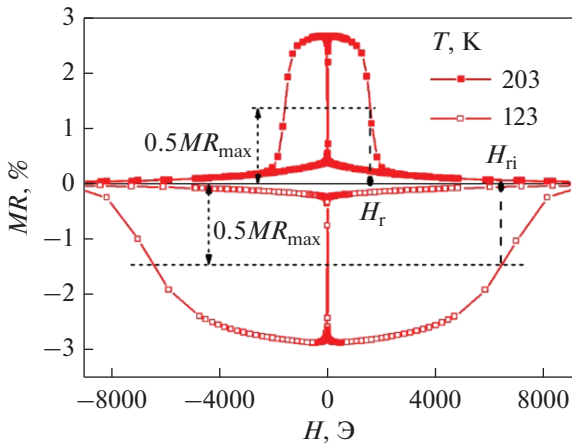


Рис. 7. Полевые зависимости магнитосопротивления спинового клапана Ta(5)/CoFe(2)/Dy(10)/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), измеренные при температурах 203 и 123 К. Отмечены характерные поля H_r и H_{r1} , в которых магнитосопротивление изменяется в два раза при перемагничивании референтного слоя при $T > T_{\text{comp}}$ и $T < T_{\text{comp}}$, соответственно.

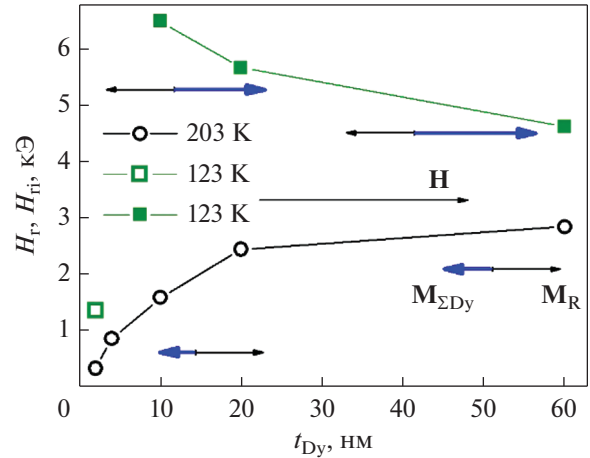


Рис. 8. Зависимости полей перемагничивания референтного слоя H_r (светлые символы) и H_{r1} (темные символы) от номинальной толщины слоя диспрозия в спиновых клапанах Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6) при температурах 123 и 203 К. Направления магнитных моментов $M_{\Sigma\text{Dy}}$ и M_R обозначены жирной и тонкой стрелкой, соответственно.

парамагнитном состоянии. Тем не менее увеличение t_{Dy} от 5 до 20 нм приводит к существенному возрастанию поля H_r и, следовательно, к уменьшению магнитного момента референтного слоя. По-видимому, при таких t_{Dy} наблюдаемое уменьшение магнитного момента обусловлено сперимагнитными интерфейсами Dy–Co–Fe, которые связаны антиферромагнитным обменом со слоями CoFe.

Существенное уменьшение наклона $H_r(t_{\text{Dy}})$ зависимости при $t_{\text{Dy}} \geq 20$ нм, вероятно, связано с тем, что в этом случае увеличение t_{Dy} сопровождается возрастанием толщины прослойки чистого диспрозия, который при данной температуре является парамагнетиком.

При $T = 123$ К для образцов с $t_{\text{Dy}} = 10, 20$ и 60 нм магниторезистивные кривые инвертированы (рис. 7), следовательно $M_R < M_{\Sigma\text{Dy}}$. Увеличение t_{Dy} в этом случае приводит к возрастанию магнитного момента референтного слоя и, соответственно, к уменьшению поля, в котором происходит его перемагничивание (рис. 8). При $t_{\text{Dy}} = 4$ нм $M_R = M_{\Sigma\text{Dy}}$, магнитный момент референтного слоя близок к нулю, поэтому в исследуемом интервале полей этот слой не перемагничивается, а магниторезистивная кривая имеет форму ступени. При $t_{\text{Dy}} = 2$ нм магниторезистивная кривая не инвертирована. Отметим, что H_r для этого образца увеличивается при уменьшении температуры от 203 до 123 К, что связано с возрастанием $M_{\Sigma\text{Dy}}$ и, соответственно, уменьшением магнитного момента референтного слоя.

Температурные зависимости сопротивления спиновых клапанов со слоем диспрозия

Для оценки температуры T_{comp} температурные зависимости сопротивления $R(T)$ спиновых клапанов были измерены в фиксированном поле приложенном параллельно оси легкого намагничивания. Важно отметить, что температура, при которой происходит компенсация моментов M_R и $M_{\Sigma\text{Dy}}$, зависит от величины приложенного постоянного поля. Причина состоит в том, что в слое диспрозия в антиферромагнитном состоянии результирующий магнитный момент появляется при деформации магнитным полем геликоидальной структуры. Величина этого момента зависит от величины приложенного внешнего магнитного поля. Соответственно, в меньших полях температура компенсации будет ниже [6]. Характерный вид $R(T)$ зависимости измеренной в фиксированном поле 15 кЭ при понижении и последующем повышении температуры показан на рис. 9. Имеющие на зависимости области, в которых сопротивление растет при снижении и уменьшается при повышении температуры, соответствуют переходам спинового клапана из низко- в высокорезистивное состояние и обратно. Этот переход вызван переворотом обменно-связанных магнитных моментов Dy и CoFe в референтном слое, из-за изменения соотношения между M_R и $M_{\Sigma\text{Dy}}$ при $T = T_{\text{comp}}$. Будем оценивать величину T_{comp} по минимуму на $R(T)$ зависимости, как показано на рис. 9.

Ранее было обнаружено, что магниторезистивные свойства спиновых клапанов, содержащих смежные слои CoFe и Dy, изменяются при

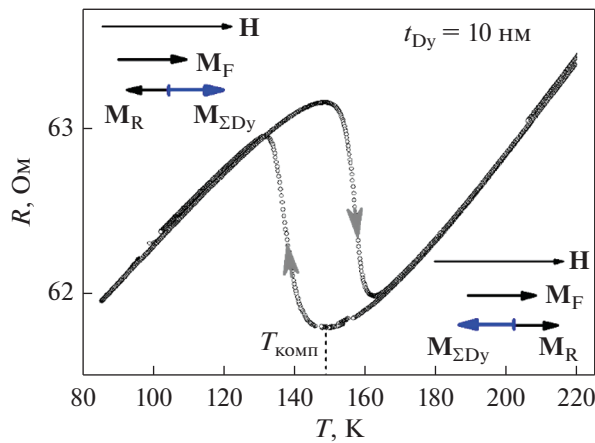


Рис. 9. Температурная зависимость сопротивления спинового клапана композиции Ta(5)/CoFe(2)/Dy(10)/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6). Стрелками показаны направления суммарного магнитного момента сплава CoFe в референтном слое M_R и суммарного магнитного момента диспрозия $M_{\Sigma Dy}$, а также магнитного момента свободного слоя M_F по отношению к приложенному полю H .

хранении и термическом воздействии [11]. Это происходит из-за взаимной диффузии на границе CoFe/Dy. Оценка температуры компенсации была проведена для спиновых клапанов три раза: 1) сразу после напыления; 2) после хранения в течение 3 мес. и 3) после хранения и последующего отжига при температуре 373 К в атмосфере газообразного гелия в течение 30 мин. На рис. 10 показаны температурные зависимости сопротивления, полученные для спиновых клапанов с толщиной слоя диспрозия 4 и 10 нм. В результате хранения и воздействия температуры величина T_{comp} возрастает. Диффузия на границах Dy/CoFe приводит к увеличению толщины интерфейса Dy–Co–Fe и уменьшению толщины слоя чистого диспрозия. При этом M_R уменьшается, $M_{\Sigma Dy}$ увеличивается за счет увеличения доли атомов, участвующих в сперимагнитном упорядочении, T_{comp} возрастает. При $t_{Dy} = 4$ нм это возрастание гораздо меньше, чем для спиновых клапанов с $t_{Dy} = 10$ нм.

На рис. 11 показаны зависимости температуры компенсации от номинальной толщины слоя диспрозия, измеренные в фиксированном магнитном поле 15 кЭ, приложенном параллельно оси легкого намагничивания. Зависимость $T_{comp}(t_{Dy})$, полученная сразу после напыления спиновых клапанов, монотонно возрастает. При $t_{Dy} > 20$ нм зависимость становится более пологой. Предположительно, это связано с изменением соотношения между количеством сплава Dy–Co–Fe и количеством чистого диспрозия в референтном слое. Отметим, что для всех образцов температура компенсации ниже T_N . После хранения образцов в течение 3 мес. для всех образцов

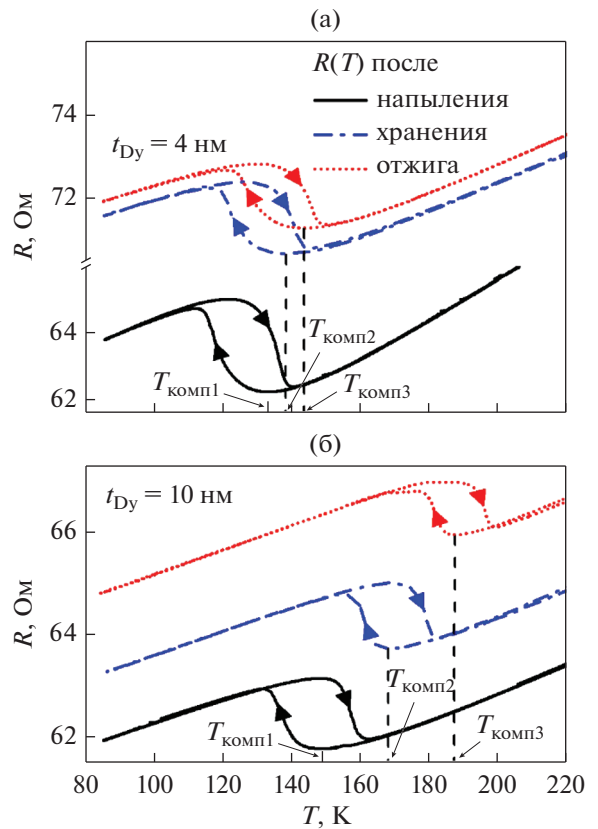


Рис. 10. Температурные зависимости сопротивления спиновых клапанов композиции Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), $t_{Dy} = 4$ (а) и 10 (б) нм, измеренные сразу после напыления, после хранения и после хранения и отжига.

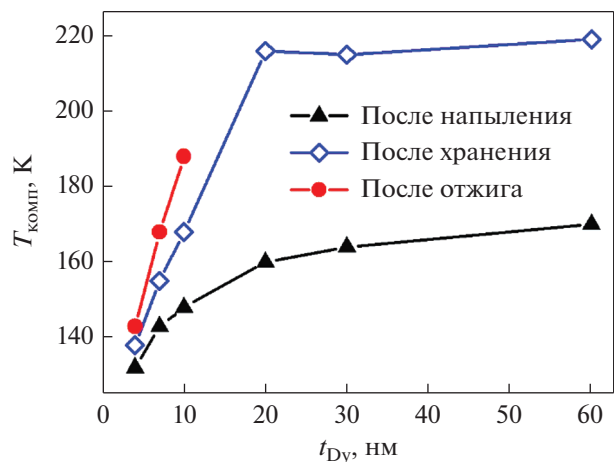


Рис. 11. Зависимости температуры компенсации от номинальной толщины слоя диспрозия для спиновых клапанов композиции Ta(5)/CoFe(2)/Dy(t_{Dy})/CoFe(2)/Cu(3.4)/CoFe(3.5)/Ta(6), полученные сразу после напыления, после хранения и после хранения и отжига.

температура компенсации стала выше и форма кривой $T_{\text{comp}}(t_{\text{Dy}})$ изменилась. При $t_{\text{Dy}} \geq 20$ нм величина T_{comp} существенно выше T_N диспрозия и практически не меняется с увеличением t_{Dy} . Вероятно, в этом случае компенсация магнитных моментов при понижении температуры реализуется за счет уменьшения угла раствора конуса β в сперимагнитной структуре интерфейсов Dy–Co–Fe и соответствующего увеличения их магнитных моментов. Температуры компенсации, полученные для образцов с $t_{\text{Dy}} = 20, 30$ и 60 нм, очень близки, следовательно, толщина интерфейсов Dy–Co–Fe в них одинакова.

После отжига образцов магниторезистивный эффект и характерная петля на зависимости $R(T)$ сохранились только для спиновых клапанов с $t_{\text{Dy}} = 4, 7$ и 10 нм. Вероятно, при больших толщинах слоя диспрозия $t_{\text{Dy}} = 20, 30$ и 60 нм при хранении и термическом воздействии в результате диффузии в составе референтного слоя не осталось сплава CoFe.

В спиновых клапанах с $t_{\text{Dy}} = 4, 7$ и 10 нм хранение и отжиг приводят к значительно меньшему, чем при $t_{\text{Dy}} = 20, 30$ и 60 нм, увеличению T_{comp} (рис. 11). Наблюдаемые изменения температуры компенсации и магниторезистивных свойств тем меньше, чем меньше t_{Dy} . Тем не менее даже при малой толщине $t_{\text{Dy}} = 4$ нм, сравнимой с пространственным периодом магнитной геликоидальной структуры, температура компенсации повышается после хранения и затем вновь повышается после отжига. Следовательно, в слоях такой малой толщины после напыления и даже после хранения в течение 3 месяцев присутствует чистый диспрозий, атомы которого не связаны обменным взаимодействием с атомами Co и Fe и не участвуют в сперимагнитном упорядочении в составе сплава Dy–Co–Fe. Отметим, что при такой малой толщине слоя метод рентгеновской дифракции не выявляет пиков от ГПУ-структуры диспрозия. Хранение и отжиг приводят к увеличению количества атомов Dy, встроенных в сперимагнитную структуру, возрастанию $M_{\Sigma\text{Dy}}$ и соответствующему повышению T_{comp} .

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы изменения микроструктуры и магнитотранспортных свойств при хранении и термической обработке спиновых клапанов, содержащих слой диспрозия.

Структурные исследования показали, что в процессе диффузии атомы Co и Fe внедряются в кристаллическую решетку диспрозия, что приводит к уменьшению фактической толщины слоев CoFe и Dy и возрастанию интерфейсной области Dy–Co–Fe. По мере уменьшения номинальной

толщины слоя диспрозия от 60 до 10 нм эти диффузионные изменения структуры становятся менее заметными. Вероятное объяснение состоит в том, что при малой толщине слоя диспрозия большая часть его перемешивается с атомами Co и Fe уже на стадии напыления.

При понижении температуры происходит инверсия магниторезистивной кривой спинового клапана, содержащего прослойку диспрозия в референтном слое. Эта инверсия вызвана тем, что в обменно-связанной магнитной системе CoFe/Dy/CoFe происходит компенсация магнитных моментов CoFe и Dy. Температура компенсации зависит не только от соотношения толщин слоев Dy и CoFe, но и от ширины интерфейса Dy–Co–Fe. Увеличение толщины слоя диспрозия, а также диффузионное разрастание интерфейса Dy–Co–Fe и сопутствующее уменьшение толщины слоя CoFe приводит к повышению температуры компенсации.

Мы использовали изменение температуры компенсации при хранении и нагреве спиновых клапанов как меру интенсивности диффузионных процессов в системе CoFe/Dy/CoFe. Важно отметить, что при диффузионном перемешивании не изменяется количественное соотношение атомов $3d$ и $4f$ металлов. Возрастание температуры компенсации происходит исключительно за счет изменения их магнитного упорядочения. Суммарный магнитный момент атомов диспрозия при парамагнитном и геликоидальном антиферромагнитном упорядочении значительно меньше, чем при встраивании этих атомов в сперимагнитную структуру интерфейса.

Показано, что при уменьшении толщины слоя диспрозия уменьшаются обусловленные диффузией изменения магнитотранспортных свойств спиновых клапанов.

В структуре CoFe/Dy/CoFe по крайней мере в течение 3 мес. после напыления содержится чистый гелимагнитный Dy, атомы которого не участвуют в сперимагнитном упорядочении в составе интерфейса Dy–Co–Fe. Это справедливо, в том числе, для слоя Dy, номинальная толщина (4 нм) которого соизмерима с пространственным периодом антиферромагнитного геликоида.

Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ № 22-22-00220.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Fust S., Mukherjee S, Paul N., Stahn J., Kreuzpaintner W., Böni P., Paul A.* Realizing topological stability of magnetic helices in exchange-coupled multilayers for all-spin-based system // *Sci. Reports*. 2016. V. 6. P. 1–14.
2. *Okuno H., Sakaki Y., Sakurai Y.* Magnetic properties and structures of compositionally modulated (Gd + Co) films // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 1986. V. 19. P. 873–884.

3. *Sato N., Habu K.* Amorphous rare-earth–transition-metal thin films with an artificially layered structure // *J. Appl. Phys.* 1987. V. 61. P. 4287–4289.
4. *Tamion A., Ott F., Berche P.-E., Talbot E., Bordel C., Blavette D.* Magnetization depth profile of (Fe/Dy) multilayers // *JMMM*. 2008. V. 320. P. 2650–2659.
5. *Syalov A.V., Kurlyandskaya G.V., Vas'kovskiy V.O.* Thermo-sensitive spin valve based on layered artificial ferrimagnet // *Appl. Phys. Lett.* 2016. V. 108. P. 063504.
6. *Naumova L.I., Zavornitsyn R.S., Milyaev M.A., Markarova M.V., Proglyado V.V., Ustinov V.V.* Magnetoresistive properties of Dy-based bottom spin valve // *IEEE Tran. Nanotech.* 2021. V. 20. P. 866–872.
7. *Naumova L.I., Milyaev M.A., Zavornitsyn R.S., Krinitsina T.P., Proglyado V.V., Ustinov V.V.* Spin valve with a composite dysprosium-based pinned layer as a tool for determining Dy nanolayer helimagnetism // *Current Applied Physics*. 2019. V. 19. P. 1252–1258.
8. *Белов К.П., Левитин Р.З., Никитин С.А.* Ферро- и антиферромагнетизм редкоземельных металлов // *УФН*. 1964. Т. 82. № 3. С. 449–498.
9. *Scheunert G., Hendren W.R., Lapicki A.A., Jesudoss P., Hardeman R., Gubbins M., Bowman R.M.* Improved magnetization in sputtered dysprosium thin films // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2013. V. 46. P. 152001 (6 pp).
10. *Dumesnil K., Dufour C., Mangin Ph., Marchal G.* Magnetic structure of dysprosium in epitaxial Dy films and in Dy/Er superlattices // *Phys. Rev. B*. 1996. V. 54. № 9. P. 6407–6420.
11. *Наумова Л.И., Мильяев М.А., Заворницын Р.С., Кри- ницина Т.П., Чернышова Т.А., Проглядо В.В., Усти- нов В.В.* Магнитотранспортные свойства псевдо- спиновых клапанов CoFe/Cu/CoFe/Dy в условиях интердиффузии слоев диспрозия и ферромагнит- ного сплава CoFe // *ФММ*. 2019. Т. 120. № 5. С. 464–470.
12. *Raasch D.* Recording characteristics of Dy–FeCo based magneto-optical disks in comparison to other MO materials // *IEEE Trans. Magn.* 1993. V. 29. № 1. P. 34–40.
13. *Shan Z.C., Sellmyer D.J.* Magnetism of rare-earth–tran- sition-metal nanoscale multilayers // *Phys. Rev. B*. 1990. V. 42. № 16. P. 433–445.
14. *Hansen P., Klahn S., Clausen C., Much G., Witter K.* Magnetic and magneto-optical properties of rare-earth transition-metal alloys containing Dy, Ho, Fe, Co // *J. Appl. Phys.* 1990. V. 69. P. 3194–3207.
15. *Васьковский В.О.* Магнетизм наносистем на основе редкоземельных и 3d-переходных металлов / *Хре- стоматия*. Екатеринбург: УрГУ, 2007. 263 с.
16. *Rebouillat J.P., Lienard A., Coey J.M.D., Arrese-Boggia- no R. and Chappert J.* Magnetic structures and proper- ties of the amorphous alloys DyT₃; T = Fe, Co, Ni // *Physica* 1977. V. 86–88B. P. 773–774.
17. *Hu Z., Besbas J., Smith R., Teichert N., Atcheson G., Rode K., Stamenov P., Coey J.M.D.* Single-pulse all-or- tical partial switching in amorphous DyxCo1-x and TbxCo1-x with random anisotropy // *Appl. Phys. Lett.* 2022. V. 120. P. 112401.
18. *Васьковский В.О., Кудюков Е.В., Степанова Е.А., Кравцов Е.А., Адакакова О.А., Русалина А.С., Баль- мов К.Г., Свалов А.В.* Экспериментальное исследова- ние и моделирование магнитных свойств пленок си- стемы Dy–Co // *ФММ*. 2021. Т. 122. № 5. С. 513–519.
19. *Никитин С.А.* Магнитные структуры в кристалли- ческих и аморфных веществах // *Соросовский об- разовательный журн.* 1996. № 11. С. 87–95.
20. *Ustinov V.V., Bebenin N.G., Yasyulevich I.A.* Spin cur- rent polarization and electrical conductivity in metal helimagnets // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2019. V. 1389. P. 012151.
21. *Ustinov V.V., Yasyulevich I.A.* Electrical magnetochiral effect and kinetic magnetoelectric effect induced by chiral exchange field in helical magnetics // *Phys. Rev. B*. 2020. V. 102. P. 134421.