

Исследование наночастиц биогенного ферригидрита методом ферромагнитного резонанса: спин-стекольное состояние поверхностных спинов

С. В. Столяр^{+*×1)}, Д. А. Балаев^{+×}, В. П. Ладыгина^{*}, А. И. Панкрац^{+×}, Р. Н. Ярославцев^{+*×},
Д. А. Великанов⁺, Р. С. Исхаков⁺

⁺ Институт физики им. Л. В. Киренского Федерального исследовательского центра
“Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук”, 660036 Красноярск, Россия

^{*} Федеральный исследовательский центр “Красноярский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук”,
660036 Красноярск, Россия

[×] Сибирский федеральный университет, 660041 Красноярск, Россия

Поступила в редакцию 14 ноября 2019 г.

После переработки 31 декабря 2019 г.

Принята к публикации 31 декабря 2019 г.

Методом ферромагнитного резонанса изучены наночастицы (размер 2–3 нм) ферригидрита, образующиеся в результате жизнедеятельности микроорганизмов. “Ядро” частиц ферригидрита упорядочено антиферромагнитно, а наличие дефектов приводит к появлению нескомпенсированного магнитного момента у наноразмерных частиц и характерному суперпарамагнитному поведению. Из данных ферромагнитного резонанса установлено, что частотно-полевая зависимость описывается выражением: $2\pi\nu/\gamma = H_R + H_{(T=0)}^A \cdot (1 - T/T^*)$, где γ – гиромагнитное отношение, H_R – резонансное поле, $H_A \approx 7$ кЭ, $T^* \approx 50$ К. Наведенная анизотропия H^A обусловлена спин-стекольным состоянием приповерхностных областей.

DOI: 10.31857/S0370274X2003011X

1. Введение. Интерес к исследованию антиферромагнитных (АФМ) наночастиц вызван принципиально новыми свойствами, появляющимися у этих объектов [1, 2]. Если объемный антиферромагнетик можно считать “слабомагнитным” материалом, то при уменьшении размеров частиц возрастающую роль в магнитном поведении играют поверхностные дефекты. Наличие дефектов приводит к появлению у наноразмерной АФМ частицы нескомпенсированного магнитного момента величиной, достигающей сотен магнетон Бора [2–9], и к эффектам, связанным с суперпарамагнитным (СПМ) поведением: петель магнитного гистерезиса, наличием температуры СПМ блокировки [4–8], и т.п. Кроме того, поверхностные спины могут образовать отдельную магнитную подсистему, которая может существенно влиять на магнитные свойства системы наночастиц [10].

Ферригидрит с номинальной формулой $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, о котором пойдет речь в данной работе, играет огромную роль в метаболизме живых организмов. Он формируется в ядре белкового комплекса – ферритина, представляющего собой капсулу из бел-

ка – апоферритина. Размер наночастиц ферригидрита заключен в узком диапазоне до 8 нм. При увеличении размеров частиц осуществляется превращение $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{FeOOH}$ [11]. Наибольшее число магнитных исследований выполнено на ферритинах (*horse spleen ferritin*) [4, 5] и ферригидритах, полученных химическим способом [6, 7, 11–14]. По данным нейтронных [12] и магнитометрических [7] исследований ферригидрит является антиферромагнетиком с температурой Нееля, равной ≈ 350 К [12]. Температура СПМ блокировки, в зависимости от происхождения наночастиц и их размера, может варьироваться в диапазоне до ~ 100 К. При низких температурах, кривые намагничивания характеризуются магнитным гистерезисом и обменным смещением (после охлаждения во внешнем поле) [4–6, 15]. Температурные зависимости коэрцитивного поля и поля обменного смещения, как правило, скоррелированы [5, 6]. Эффект обменного смещения, заключающийся в возникновении наведенной магнитной анизотропии, подразумевает наличие и взаимодействие, в пределах одной наночастицы, как минимум двух магнитных подсистем. В работах [5, 6] наблюдаемый эффект обменного смещения был интерпретирован

¹⁾e-mail: stol@iph.krasn.ru

возникновением спин-стеклового состояния поверхностных спинов. При этом температура замерзания поверхностных спинов (проявляющаяся также в аномалиях на температурных зависимостях намагниченности [5, 6]) обычно значительно меньше температуры СПМ блокировки.

Логично, что состояние типа спинового стекла должно проявляться и в условиях магнитного резонанса. Резонансные свойства наночастиц ферригидрита исследовались в работах [13, 16–18]. При низких температурах резонансные кривые характеризуются немонотонными температурными зависимостями и дополнительными линиями поглощения [13, 16, 17]. Однако, однозначной взаимосвязи резонансного поглощения с замерзанием подсистемы поверхностных спинов установлено не было. Таким образом, несмотря на немалое количество исследований ферригидрита и ферритина различными методиками, четкая идентификация вклада подсистемы поверхностных спинов является актуальной задачей. В данной работе проведены исследования магнитного резонанса наночастиц ферригидрита, и показано, что взаимодействие подсистемы поверхностных спинов с АФМ “ядром” частиц проявляется в температурной эволюции частотной зависимости резонансного поля.

2. Методика. Исследовались наночастицы ферригидрита, образовавшихся в результате жизнедеятельности микроорганизмов *Klebsiella oxytoca*. Данный вид бактерии в анаэробных условиях способен синтезировать секреторный экзополисахарид, Fe – EPS [19–21], который связан с наночастицами ферригидрита. Бактерии *Klebsiella oxytoca*, выделенные из сапропеля оз. Боровое в Красноярском крае, выращивали на минерально-солевой среде. В качестве источника углерода и энергии использовался цитрат железа. Для получения золь наночастиц ферригидрита осадки бактериальной культуры, содержащие наночастицы, разрушали ультразвуком, отмывали водой, ацетоном, 20 % NaOH [22, 23]. Полученный золь наночастиц ферригидрита в водном растворе в дальнейшем высушивался. Таким образом, объектом исследования являлись наночастицы ферригидрита, покрытые органической оболочкой [24].

Электронно-микроскопические исследования получаемых наночастиц проводились на просвечивающем электронном микроскопе Hitachi HT7700 (ускоряющее напряжение 100 кВ). Размеры изучаемых наночастиц составляли 2–3 нм. Статические магнитные измерения (температурные зависимости намагниченности $M(T)$) в режимах ZFC (*zero field cooling*) и FC (*field cooling*) проведены на SQUID-

магнетометре (*Superconducting Quantum Interference Device*) [25]. Магниторезонансные исследования проведены на оригинальной установке [26], позволяющей получать частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ в широком диапазоне полей, частот и температур. Структура и магнитные свойства биогенных наночастиц ферригидрита были изучены в работах [27–33].

3. Результаты и обсуждение. На рисунке 1 приведены зависимости $M(T)$ исследованного образца наночастиц ферригидрита в режимах ZFC и FC

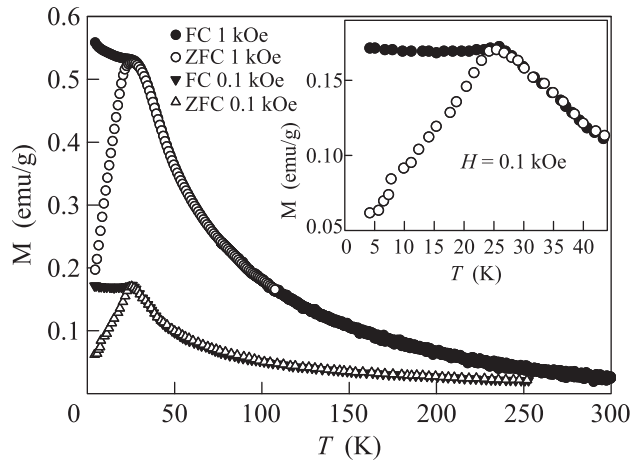


Рис. 1. Температурные зависимости намагниченности ферригидрита, исследованного в режимах ZFC и FC во внешних полях 0.1 и 1 кЭ. На вставке – температурные зависимости $M(T)_{ZFC}$ и $M(T)_{FC}$ для $H = 0.1$ кЭ в увеличенном масштабе

в полях 100 Э и 1 кЭ. Зависимости $M(T)_{ZFC}$ демонстрируют выраженный максимум, положение которого несколько смещается с ростом поля в область низких температур (для поля 100 Э значение T_{max} составляет ≈ 25 К). В окрестности T_{max} начинается расхождение зависимостей $M(T)_{ZFC}$ и $M(T)_{FC}$, нарастающее с дальнейшим понижением температуры. Описываемое поведение типично для процессов СПМ блокировки, температуру T_{max} можно считать характерной температурой блокировки магнитных моментов частиц исследуемого образца.

Рисунок 2 демонстрирует частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ для двух температур: 4.2 и 150 К. Видно, что обе зависимости являются линейными, а при $T = 4.2$ К зависимость $\nu(H)$ характеризуется щелью, которая исчезает при высоких температурах. Величина поля H^A , характеризующая щель при 4.2 К, составляет 7 кЭ ($\gamma = 2.9$ ГГц/кЭ).

Температурная зависимость резонансного поля для частоты 75 ГГц приведена на вставке рис. 2. Видно, что для этой зависимости характерен выход

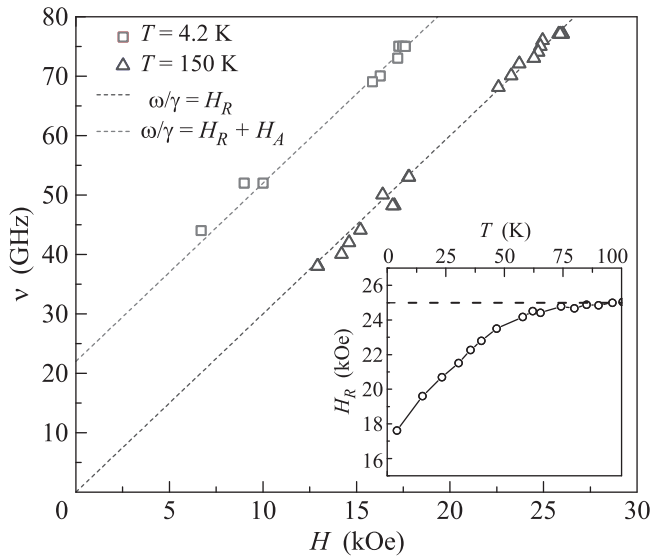


Рис. 2. (Цветной онлайн) Частотно-полевые зависимости $\nu(H)$ исследованного ферригидрита при температурах 4.2 и 150 К. На вставке – температурная зависимость резонансного поля $H_R(T)$ исследованного ферригидрита при частоте 75 ГГц

на насыщение (плато). Значение поля H_{RS} , при котором зависимость $H_R(T)$ выходит на насыщение, составляет ≈ 25 кЭ. Следовательно, можно определить поле, характеризующее щель (а фактически – наведенную анизотропию), как $H^A = H_{RS} - H_R$. По этому выражению из данных рис. 2 были определены температурные зависимости поля анизотропии $H^A(T)$, которые приведены на рис. 3. Видно, что поле наведенной анизотропии H_R зависит от температуры по линейному закону. При температурах $T^* \approx 50$ К и ≈ 55 К для частот соответственно $\nu = 52$ и 75 ГГц наведенная анизотропия $H^A \rightarrow 0$. Таким образом, в исследованном образце ферригидрита частотно-полевая зависимость ферромагнитного резонанса (ФМР) описывается следующим выражением:

$$2\pi\nu/\gamma = H_R + H_{(T=0)}^A \cdot (1 - T/T^*), \quad (1)$$

где γ – гиромагнитное отношение, H_R – резонансное поле, $H_{(T=0)}^A \approx 7$ кЭ, $T^* \approx 50$ К для частоты $\nu = 52$ ГГц.

Итак, для исследованных наночастиц ферригидрита есть несколько характерных температур: из данных магнитометрии $T_{max} \approx 25$ К и температуры $T^* \approx 50$ и ≈ 55 К, из данных магнитного резонанса при различных частотах, при которых наведенная анизотропия (щель) исчезает. Для дальнейшего ана-

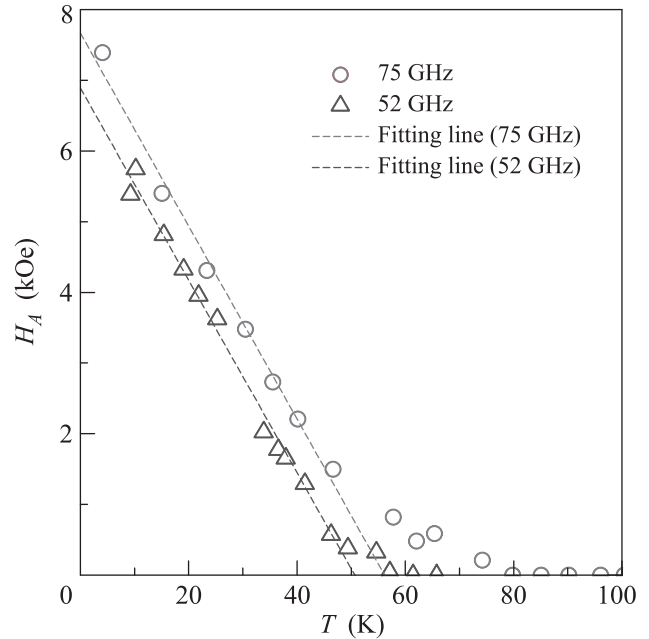


Рис. 3. (Цветной онлайн) Температурные поля наведенной анизотропии $H^A(T)$ исследованного ферригидрита при частотах $\nu = 52$ и 75 ГГц

лиза воспользуемся известным соотношением Нееля-Брауна (Néel-Brown):

$$k_B T = E_A / \ln(\tau_m/\tau_0). \quad (2)$$

Это соотношение обычно используется для СПМ систем. В нем E_A – энергия магнитной анизотропии ($E_A = K_{eff}V$, K_{eff} – эффективная константа магнитной анизотропии, V – объем частицы), k_B – константа Больцмана, τ_0 – характерное время релаксации частицы, τ_m – характерное время измерения. Величина τ_0 может находиться в пределах $10^{-9 \div 13}$ с [2], для квазистатических магнитных измерений $\tau_m \sim 10^{1 \div 2}$ с, для магнитного резонанса, очевидно, $\tau_m = 1/\nu$. Проанализируем полученные характерные температуры для исследованного образца ферригидрита в рамках выражения (2). Если рассматривать магнитный резонанс, то при $T^* = 50$ К $\tau_m = 1/\nu = 1.9 \cdot 10^{-11}$ с и при $T^* = 55$ К $\tau_m = 1.33 \cdot 10^{-11}$ с. Подставив эти данные в выражение (2), получаем систему из двух уравнений с двумя неизвестными – E_A и τ_0 . Решение этой системы дает $\tau_0 = 3.5 \cdot 10^{-13}$ с и $E_A = 2.8 \cdot 10^{-14}$ эрг. Далее, взяв полученные значения E_A и τ_0 и используя величину $\tau_m = 10^2$ с для магнитных измерений, получаем характерную температуру T^* , уже для квазистатических магнитных измерений, равную ≈ 6 К. Это значительно меньше температуры СПМ блокировки $T_{max} = 25$ К, полученной из магнитных измерений, см. рис. 1. Следо-

вательно, наблюдаемая в условиях магнитного резонанса щель обусловлена наведенной анизотропией, которая не связана с блокировкой магнитных моментов частиц, а является проявлением другой магнитной подсистемы, либо связи двух магнитных подсистем. Логично, что вторая магнитная подсистема – это подсистема поверхностных спинов.

В то же время, из температуры СПМ блокировки (25 К, см. рис. 1) по выражению (2) можно также получить значение E_A , уже характеризующее нескомпенсированный магнитный момент частицы. Ввиду большой величины τ_m для магнитных измерений (10^2 с) характерное время релаксации τ_0 уже не критично для определения E_A из-за логарифмической зависимости выражения (2). При разумной величине $\tau_0 \sim 10^{-11}$ с [12, 34, 35] получаем значение E_A , равное $\approx 1.03 \cdot 10^{-13}$ эрг; эта энергия магнитной анизотропии уже соответствует нескомпенсированному моменту “ядра” частиц, и она в разы больше энергии анизотропии для подсистемы поверхностных спинов.

Появление щели на частотно-полевых зависимостях $\nu(H)$ при температуре T^* свидетельствует о возникновении дополнительного источника магнитной анизотропии. Ее разумно соотносить с энергией магнитной связи подсистем “ядра” и поверхностных спинов. Здесь H^A (≈ 7 кЭ при $T = 0$), полученное в условиях магнитного резонанса, не является полем обменного смещения петли гистерезиса, а представляет собой наведенное поле из-за магнитной связи “ядра” и “оболочки”. В частице ферригидрита при размере 3 нм содержится $\sim 10^3$ атомов железа (среднее расстояние Fe–Fe составляет ≈ 0.3 нм [6]) и $N_S \sim 10^2$ атомов железа на поверхности. Можно провести оценку зеемановской энергии поверхностных атомов в наведенном поле: $E_Z \approx N_S \mu_{Fe}$, где μ_{Fe} – магнитный момент атома Fe ($\approx 5 \mu_B$), μ_B – магнетон Бора. При $N_S = 100$, $H_{(T=0)}^A = 7$ кЭ это выражение дает значение E_Z , равное $3.2 \cdot 10^{-14}$ эрг, что хорошо согласуется с полученной выше величиной $E_A = 2.8 \cdot 10^{-14}$ эрг. Таким образом, подсистема поверхностных спинов находится в наведенном поле анизотропии, вызванной связью со спинами “ядра”, и эта связь, в условиях магнитного резонанса, возникает в диапазоне температур, ниже T^* . Эту температуру можно считать температурой перехода подсистемы поверхностных спинов в спин-стекольное состояние.

Проводя аналогию наночастиц со структурой “ядро/оболочка” с двухслойными системами типа антиферромагнетик/ферромагнетик [36, 37], АФМ “ядро” частицы с нескомпенсированным магнитным моментом необходимо отождествить с ферромагнитным слоем, а спин-стекольную поверхность с анти-

ферромагнетиком. Наблюдаемая линейная зависимость поля наведенной анизотропии от температуры (рис. 3, выражение (1)) согласуется с результатами, полученными в работе [38] для модели случайного поля. Согласно [38], закон уменьшения обменной однонаправленной анизотропии с увеличением температуры определяется типом магнитной анизотропии в слое, в котором формируется обменная спиновая пружина. Для кристаллических систем в случае одноосной анизотропии выполняется закон $(1 - T/T^*)^n$ при $n = 1.5$, для кубической анизотропии $n = 1$. Иными словами, закон уменьшения обменной анизотропии определяется количеством осей легкого намагничивания в закрепляющем слое. Чем больше их число, тем меньше скорость уменьшения обменной энергии при увеличении температуры. В нашем случае закрепляющим слоем является оболочка в состоянии спинового стекла, в котором одноосная анизотропия маловероятна. Поэтому регистрация закона $H^A \sim (1 - T/T^*)^1$ является неудивительной. Экспериментально подобная линейная температурная зависимость наблюдалась при изучении наночастиц маггемита статическими (намагниченность) [39] и динамическими (ферромагнитный резонанс) [40, 41] методиками.

Температура перехода в спин-стекольное состояние зависит от методики измерения. Если значения температуры T^* для условий магнитного резонанса составляют 50–55 К, то для квазистационарных условий (измерения намагниченности) эта температура будет достаточно низкой – около 6 К (значение T^* также должно определяться величиной магнитного поля, использованного в том или ином эксперименте, поскольку магнитное поле будет формировать намагниченность спин-стекольной поверхности). Наличие минимума на зависимости $M(T)_{FC}$ и небольшой рост намагниченности в условиях FC в области температур менее 10 К, см. вставку рис. 1, может быть проявлением перехода в спин-стекольное состояние в магнитных измерениях [6, 7].

4. Заключение. Методами статической магнетометрии и ферромагнитного резонанса исследованы наночастицы ферригидрита биогенного происхождения размером около 3 нм. Подобно аналогичным объектам – синтетическому ферригидриту и ферритину, наночастицы исследованного образца обладают нескомпенсированными магнитными моментами, демонстрируют СПМ поведение, и температура СПМ блокировки для условий статической намагниченности имеет значение ≈ 25 К. В то же время, из данных ферромагнитного резонанса обнаружено, что частотно-полевые зависимости характеризуются ще-

лью H^A , которая линейно уменьшается с ростом температуры по закону $H_{(T=0)}^A \cdot (1 - T/T^*)$, а значение T^* зависит от частоты и находится в пределах 50–55 К (при $\nu = 52$ и 75 ГГц соответственно). Анализ полученных данных позволил заключить, что наблюдаемая щель связана с наведенной анизотропией в результате взаимодействия подсистемы поверхностных спинов со спинами “ядра” частицы. Появление наведенной анизотропии при T^* соответствует замерзанию подсистемы поверхностных спинов и ее переходу в спин-стекольное состояние в условиях ферромагнитного резонанса. Линейная зависимость анизотропии от температуры находит объяснение в рамках модели случайного поля [38] для структуры ферромагнетик/антиферромагнетик.

Таким образом, наночастицы ферригидрита представляют собой яркий пример магнитной структуры “ядро–оболочка”. Обменная связь спинов “ядра” и “оболочки” приводит к спин-стекольному состоянию поверхностных спинов, что при исследовании магнитного резонанса проявляется как щель на частотно-полевой зависимости.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, Правительства Красноярского края, Красноярского краевого фонда поддержки научной и научно-технической деятельности в рамках научного проекта # 19-42-240012 p_a “Магнитный резонанс в наночастицах ферригидрита: Эффекты, связанные со структурой “ядро–оболочка”. Работа поддержана грантом Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук # МК-1263.2020.3.

1. M. A. Chuev, I. N. Mishchenko, S. P. Kubrin, and T. A. Lastovina, *JETP Lett.* **105**(11), 700 (2017).
2. S. Mørup, D. E. Madsen, C. Frandsen, C. R. H. Bahl, and M. F. Hansen, *J. Phys. Condens. Matter.* **19**(21), 213202 (2007).
3. Y. L. Raikher and V. I. Stepanov, *J. Phys. Condens. Matter.* **20**(20), 204120 (2008).
4. S. A. Makhlof, F. T. Parker, and A. E. Berkowitz, *Phys. Rev. B* **55**(22), R14717 (1997).
5. N. J. O. Silva, V. S. Amaral, and L. D. Carlos, *Phys. Rev. B* **71**(18), 184408 (2005).
6. A. Punnoose, T. Phanthavady, M. S. Seehra, N. Shah, and G. P. Huffman, *Phys. Rev. B* **69**(5), 54425 (2004).
7. M. S. Seehra, V. Singh, X. Song, S. Bali, and E. M. Eyring, *J. Phys. Chem. Solids* **71**(9), 1362 (2010).
8. S. I. Popkov, A. A. Krasikov, D. A. Velikanov, V. L. Kirillov, O. N. Mart'yanov, and D. A. Balaev, *J. Magn. Magn. Mater.* **483**, 21 (2019).
9. Y. V. Knyazev, D. A. Balaev, V. L. Kirillov, O. A. Bayukov, and O. N. Mart'yanov, *JETP Lett.* **108**(8), 527 (2018).
10. R. H. Kodama and A. E. Berkowitz, *Phys. Rev. B* **59**(9), 6321 (1999).
11. T. Hiemstra, *Geochim. Cosmochim. Acta* **158**, 179 (2015).
12. M. S. Seehra, V. S. Babu, A. Manivannan, and J. W. Lynn, *Phys. Rev. B* **61**(5), 3513 (2000).
13. S. V. Stolyar, R. N. Yaroslavtsev, R. S. Iskhakov, O. A. Bayukov, D. A. Balaev, A. A. Dubrovskii, A. A. Krasikov, V. P. Ladygina, A. M. Vorotynov, and M. N. Volochaev, *Phys. Solid State* **59**(3), 555 (2017).
14. S. V. Stolyar, D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskiy, R. N. Yaroslavtsev, O. A. Bayukov, M. N. Volochaev, and R. S. Iskhakov, *J. Supercond. Nov. Magn.* **31**(4), 1133 (2018).
15. D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskiy, S. I. Popkov, S. V. Stolyar, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and R. N. Yaroslavtsev, *J. Appl. Phys.* **120**(18), 183903 (2016).
16. E. Wajnberg, L. J. El-Jaick, M. P. Linhares, and D. M. S. Esquivel, *J. Magn. Reson.* **153**(1), 69 (2001).
17. M. P. Weir, T. J. Peters, and J. F. Gibson, *Biochim. Biophys. Acta – Protein Struct. Mol. Enzymol.* **828**(3), 298 (1985).
18. A. Punnoose, M. S. Seehra, J. van Tol, and L. C. Brunel, *J. Magn. Magn. Mater.* **288**, 168 (2005).
19. F. Baldi, A. Minacci, M. Pepi, and A. Scozzafava, *FEMS Microbiol. Ecol.* **36**(2–3), 169 (2001).
20. S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, Y. L. Gurevich, E. A. Denisova, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, A. P. Puzyr', P. P. Pustoshilov, and M. A. Bitekhtina, *Inorg. Mater.* **42**(7), 763 (2006).
21. S. Kianpour, A. Ebrahiminezhad, M. Mohkam, A. M. Tamaddon, A. Dehshahri, R. Heidari, and Y. Ghasemi, *J. Basic Microbiol.* **57**(2), 132 (2017).
22. S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, D. A. Balaev, R. S. Iskhakov, L. A. Ishchenko, V. P. Ladygina, and R. N. Yaroslavtsev, *J. Optoelectron. Adv. Mater.* **17**(7–8), 968 (2015).
23. V. P. Ladygina, K. V. Purtov, S. V. Stoljar, R. S. Iskhakov, O. A. Bajukov, J. L. Gurevich, K. G. Dobretsov, and L. A. Ishchenko, *Method of producing stable aqueous sol based on ferrihydrite nanoparticles: pat. EA018956. Russia* (2013).
24. L. Anghel, M. Balasoiu, L. A. Ishchenko, S. V. Stolyar, T. S. Kurkin, A. V. Rogachev, A. I. Kuklin, Y. S. Kovalev, Y. L. Raikher, R. S. Iskhakov, and G. Duca, *J. Phys. Conf. Ser.* **351**, 12005 (2012).
25. D. A. Velikanov, *Sib. J. Sci. Technol.* **2**(48), 176 (2013).
26. V. I. Tugarinov, I. Y. Makievskii, and A. I. Pankrats, *Instruments Exp. Tech.* **47**(4), 472 (2004).

27. S. V. Stolyar, D. A. Balaev, V. P. Ladygina et al. (Colaboration), *J. Supercond. Nov. Magn.* **31**(8), 2297 (2018).
28. D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskiy, S. I. Popkov, S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and R. N. Yaroslavtsev, *J. Magn. Mater.* **410**, 171 (2016).
29. S. V. Stolyar, O. A. Bayukov, Y. L. Gurevich, V. P. Ladygina, R. S. Iskhakov, and P. P. Pustoshilov, *Inorg. Mater.* **43**(6), 638 (2007).
30. D. A. Balaev, A. A. Dubrovskii, A. A. Krasikov, S. V. Stolyar, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and E. D. Khilazheva, *JETP Lett.* **98**(3), 139 (2013).
31. D. A. Balaev, S. I. Popkov, A. A. Krasikov, A. D. Balaev, A. A. Dubrovskiy, S. V. Stolyar, R. N. Yaroslavtsev, V. P. Ladygina, and R. S. Iskhakov, *Phys. Solid State* **59**(10), 1940 (2017).
32. D. A. Balaev, A. A. Krasikov, A. A. Dubrovskii, S. V. Semenov, O. A. Bayukov, S. V. Stolyar, R. S. Iskhakov, V. P. Ladygina, and L. A. Ishchenko, *J. Exp. Theor. Phys.* **119**(3), 479 (2014).
33. C. G. Chilom, D. M. Gazdaru, M. Balasoiu, M. Bacalum, S. V. Stolyar, and A. I. Popescu, *Rom. J. Phys.* **62**(3–4), 701 (2017).
34. E. L. Duarte, R. Itri, E. Lima, M. S. Baptista, T. S. Berquó, and G. F. Goya, *Nanotechnology* **17**(22), 5549 (2006).
35. T. S. Berquó, J. J. Erbs, A. Lindquist, R. L. Penn, and S. K. Banerjee, *J. Phys. Condens. Matter.* **21**(17), 176005 (2009).
36. J. Nogues, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Suriñach, J. S. Muñoz, and M. D. Baro, *Phys. Rep.* **422**(3), 65 (2005).
37. J. Nogues and I. K. Schuller, *J. Magn. Mater.* **192**(2), 203 (1999).
38. A. P. Malozemoff, *J. Appl. Phys.* **63**(8), 3874 (1988).
39. B. Martinez, X. Obradors, L. Balcells, A. Rouanet, and C. Monty, *Phys. Rev. Lett.* **80**(1), 181 (1998).
40. E. Winkler, R. D. Zysler, M. V. Mansilla, and D. Fiorani, *Phys. Rev. B* **72**(13), 132409 (2005).
41. Y. A. Koksharov, S. P. Gubin, I. D. Kosobudsky, G. Y. Yurkov, D. A. Pankratov, L. A. Ponomarenko, M. G. Mikheev, M. Beltran, Y. Khodorkovsky, and A. M. Tishin, *Phys. Rev. B* **63**(1), 12407 (2000).