

УДК 539.213.26:537.622.4

## СПИНОВЫЕ КЛАПАНЫ КАК ИНСТРУМЕНТ ИЗУЧЕНИЯ ГЕЛИКОИДАЛЬНОГО МАГНЕТИЗМА

© 2021 г. В. В. Устинов<sup>а</sup>, М. А. Миляев<sup>а</sup>, Л. И. Наумова<sup>а, \*</sup>,  
Р. С. Заворницын<sup>а</sup>, Т. П. Криницина<sup>а</sup>, В. В. Проглядо<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,  
Екатеринбург, 620108 Россия

\*e-mail: [naumova@imp.uran.ru](mailto:naumova@imp.uran.ru)

Поступила в редакцию 20.01.2020 г.

После доработки 28.04.2020 г.

Принята к публикации 30.04.2020 г.

Обменно-связанные наноструктуры типа “спиновый клапан”, имеющие в своем составе дополнительный слой редкоземельного металла диспрозия, изготовлены методом магнетронного напыления. Температурные изменения магнито-транспортных свойств спиновых клапанов использованы в качестве индикатора изменения магнитного состояния нанослоя диспрозия. Получены данные о формировании однонаправленной магнитной анизотропии в интерфейсе CoFe/Dy при переходе через температуру Нееля диспрозия. Показано, что антиферромагнитная фаза в поликристаллическом слое диспрозия обладает неколлинеарным магнитным упорядочением. Определена температурная зависимость угла между направлениями магнитных моментов на границах слоя диспрозия. Изменение данного угла, наблюдаемое во всей температурной области существования геликоидального упорядочения в диспрозии, отражает изменение пространственного периода антиферромагнитного геликоида в диспрозии с температурой. Предложен новый метод изучения киральных магнетиков, в котором индикатором геликоидального магнитного состояния выступает обладающий гигантским магнитосопротивлением спиновый клапан, содержащий слой исследуемого гелимагнетика.

**Ключевые слова:** диспрозий, спиновый клапан, магнитосопротивление, геликоидальное упорядочение, температура Нееля, однонаправленная анизотропия.

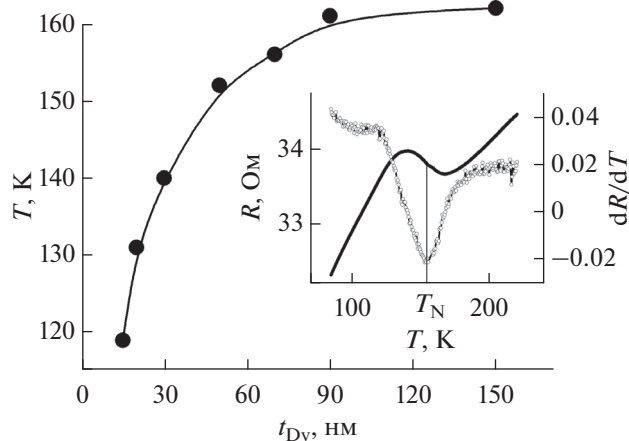
**DOI:** 10.31857/S1028096021120244

### ВВЕДЕНИЕ

Материалы, обладающие геликоидальным магнитным упорядочением, в частности, такие киральные редкоземельные магнетики, как Tb, Dy, Ho, Er, в настоящее время интенсивно исследуются. Этот интерес обусловлен перспективами создания на их основе новых материалов с уникальными магнитными свойствами, например, путем включения редкоземельного металла в состав сплавов или многослойных наноструктур [1–4]. Сложность исследования нанослоев редкоземельных металлов заключается в их высокой химической активности, а также в малом содержании магнитного материала, что существенно снижает эффективность обычных методов магнитных исследований.

В данной работе предлагается способ исследования магнитных свойств слоя редкоземельного магнетика посредством включения его в состав наноструктуры типа “спиновый клапан”, свой-

ства которой в настоящее время хорошо изучены [5, 6], и последующего наблюдения температурных изменений магнито-транспортных свойств полученной наноструктуры. В состав спинового клапана входят два разделенных слоем меди ферромагнетика и слой антиферромагнетика. В интерфейсе ферромагнетик/антиферромагнетик возникает обменное взаимодействие и формируется однонаправленная анизотропия, характеризующаяся осью однонаправленной анизотропии (ОА). Петля гистерезиса перемангничивания соседнего с антиферромагнетиком закрепленного ферромагнитного слоя сдвинута от  $H = 0$ . Второй ферромагнитный слой, называемый свободным, перемангничивается в слабых магнитных полях. За счет спин-зависимого рассеяния электронов спиновый клапан обладает гигантским магниторезистивным эффектом.



**Рис. 1.** Зависимость температуры Нееля от толщины слоя диспрозия. На вставке показаны температурные зависимости сопротивления и производной сопротивления по температуре.

Ранее мы исследовали магнито-транспортные свойства спиновых клапанов, содержащих слои редкоземельных металлов Gd, Dy и Ho [7–9].

В настоящей работе исследуется неколлинеарное магнитное упорядочение в антиферромагнитной фазе нанослоя диспрозия. В качестве индикатора геликоидального магнитного состояния выступают обладающие гигантским магнитосопротивлением спиновые клапаны, содержащие слои исследуемого редкоземельного металла.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Спиновые клапаны Ta(5)/Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>(2)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(3)/Cu(2.8)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(3)/Dy(40)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(2.5)/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>(10)/Ta(5) и спиновые клапаны с синтетическим антиферромагнетиком (Fe<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Cr<sub>40</sub>(5)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(4.5)/Cu(40)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(3.5)/Ru(0.8)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(3)/Dy(40)/Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(2)/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>(15)/(Fe<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub>)<sub>60</sub>Cr<sub>40</sub>(6) были изготовлены магнетронным напылением на подложках из стекла. Для оценки температуры Нееля  $T_N$  были изготовлены трехслойные наноструктуры Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>(3)/Dy( $t_{Dy}$ )/Ta(5). Толщины слоев указаны в скобках в нанометрах. Напыление проводили в магнитном поле, приложенном в плоскости пленки. Структурные исследования проведены методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии.

Электросопротивление спиновых клапанов измеряли стандартным четырехконтактным методом при протекании постоянного тока в плоскости пленки. Магнитосопротивление определяли как  $\Delta R/R_S = (R(H) - R_S)/R_S$ , где  $R(H)$  – сопротивление в магнитном поле и  $R_S$  – сопротивление в поле насыщения. Размер образцов составлял  $2 \times 8$  мм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### Оценка температуры перехода антиферромагнетик/парамагнетик в нанослое диспрозия

Переход антиферромагнетик/парамагнетик в редкоземельных металлах сопровождается появлением характерной аномалии в виде перегиба на температурной зависимости электросопротивления [10, 11]. Известно, что в монокристаллах диспрозия ниже  $T_N$  резко уменьшается электросопротивление в базисной плоскости гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решетки. В направлении [0002], то есть вдоль оси  $c$  ГПУ решетки, вблизи температуры Нееля при охлаждении электросопротивление сначала возрастает, а затем резко уменьшается [12]. Зависимости  $R(T)$ , были получены для структур CoFe/Dy/Ta с разными толщинами слоя диспрозия. На рис. 1 показана зависимость температуры Нееля от толщины слоя диспрозия. На всех полученных зависимостях  $R(T)$  имеется температурный интервал, в котором электросопротивление увеличивается с понижением температуры. Величину  $T_N$  оценивали как температуру, соответствующую середине перегиба на  $R(T)$ . Видно, что  $T_N$  для нанослоя Dy меньше, чем для объемного диспрозия ( $T_N = 179$  K), и с уменьшением  $t_{Dy}$  температура перехода парамагнетик/антиферромагнетик понижается. Предположительно, причиной уменьшения  $T_N$  является не только размерный фактор, но и более низкое совершенство кристаллической структуры в слое диспрозия. Увеличение количества дефектов в гексагональной плотноупакованной решетке приводит к изменению рассеяния электронов проводимости и влияет на косвенное обменное взаимодействие, которое формирует антиферромагнитный геликоид в диспрозии [10].

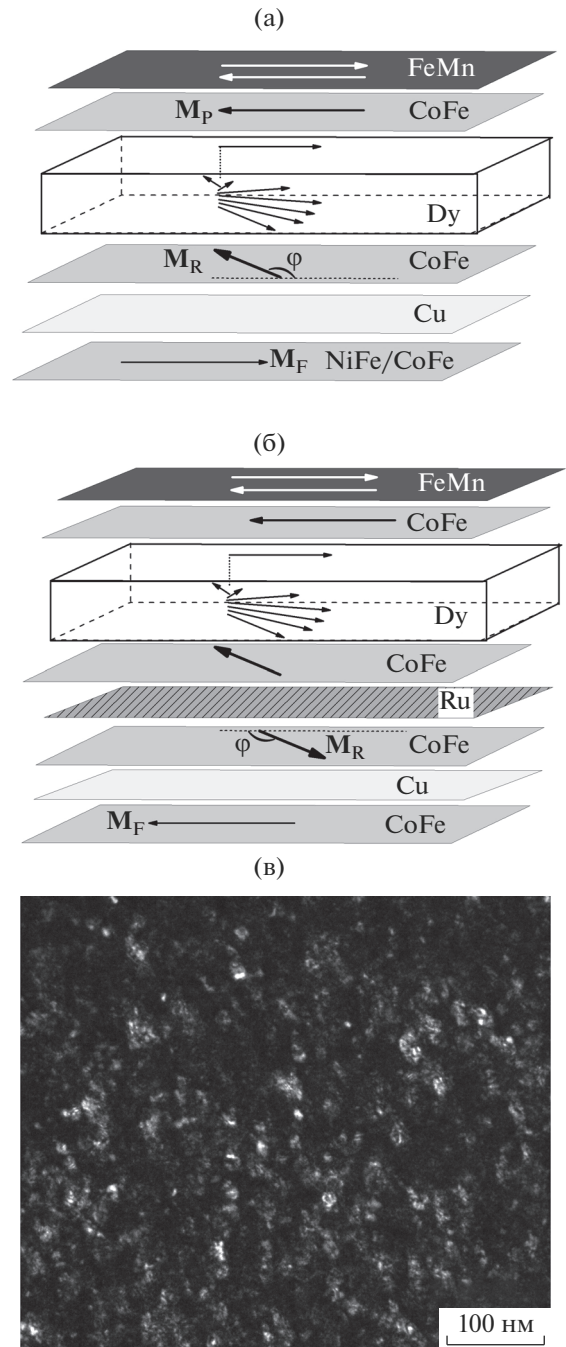
### Микроструктура и магнито-транспортные свойства спиновых клапанов с пиннигованным слоем Dy/CoFe

На рис. 2а, 2б показаны схемы спиновых клапанов с композитным закрепленным слоем Dy/CoFe и верхним расположением антиферромагнетика FeMn. На рис. 2а показан обычный спиновый клапан, а на рис. 2б – спиновый клапан с синтетическим антиферромагнетиком CoFe/Ru/CoFe. Общим для этих наноструктур является то, что магнитный момент верхней части слоя диспрозия связан антиферромагнитным обменным взаимодействием с магнитным моментом закрепленного слоя  $M_p$  и фиксирован, а магнитный момент нижней части слоя Dy связан последовательными обменными взаимодействиями с магнитным моментом референтного слоя  $M_R$ . Эти обменные взаимодействия формируются в интерфейсе Dy/CoFe (рис. 2а) и в

синтетическом антиферромагнетике через прослойку рутения (рис. 2б). Таким образом, изменение магнитного упорядочения в слое Dy приводит к изменению направления  $M_R$ , а от угла  $\phi$  между  $M_R$  и магнитным моментом свободного слоя  $M_F$  зависит магнитосопротивление спинового клапана.

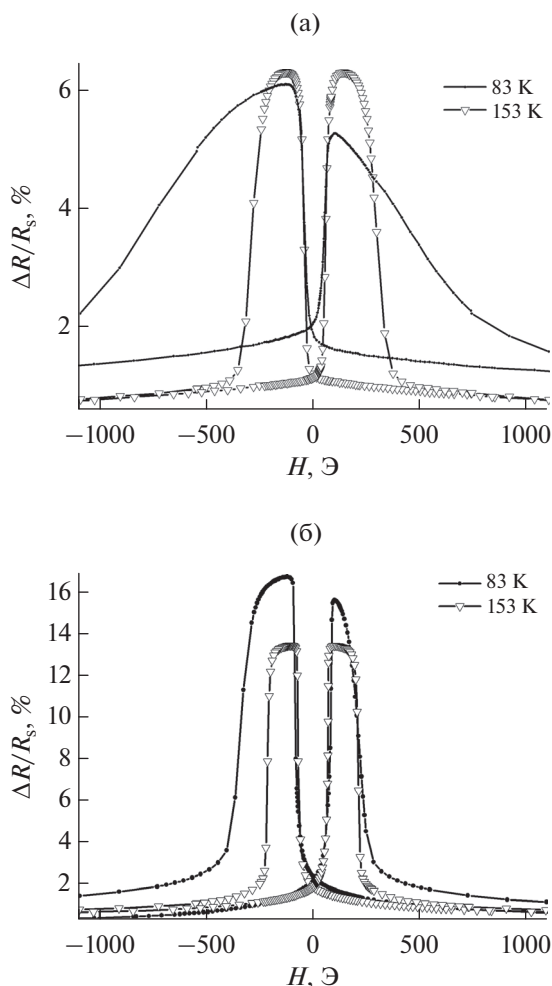
Для исследования корреляции между магнито-транспортными свойствами спинового клапана и изменениями магнитной геликоидальной структуры предпочтительна такая микроструктура слоя диспрозия, при которой ось магнитного геликоида перпендикулярна плоскости пленки. По результатам исследования структур CoFe/Dy/Ta методом рентгеновской дифракции ( $\omega$ -скан) в поликристаллическом слое Dy формируется текстура  $\langle 0002 \rangle$  с осью, нормальной к плоскости пленки. Уменьшение толщины слоя диспрозия приводит к снижению степени совершенства текстуры. В слое Dy толщиной 40 нм сформировалась текстура  $\langle 0002 \rangle$  с углом рассеяния  $13^\circ$ . На темнопольных изображениях, полученных с помощью просвечивающей электронной микроскопии, в рефлексе  $(0002)$  Dy (рис. 2в) видны (как светлые участки) те кристаллиты, в которых направление  $[0002]$  ГПУ-структуры является перпендикулярным плоскости пленки. Важно отметить, что это направление — ось магнитного геликоида в диспрозии. Кристаллиты, в которых направление  $[0002]$  лежит в плоскости пленки видны как темные участки на темнопольном изображении (рис. 2в). Наличие кристаллитов такой ориентации объясняет появление на кривых  $R(T)$  участка в котором электросопротивление увеличивается с понижением температуры (рис. 1).

Полевые зависимости магнитосопротивления спиновых клапанов были измерены при различных фиксированных температурах после охлаждения от  $T = 293$  до  $T = 83$  К в поле 9 кЭ, приложенном вдоль оси легкого намагничивания. На рис. 3 показаны характерные формы зависимостей  $\Delta R/R_S(H)$ , полученные при  $T > T_N$  и  $T < T_N$  для исследуемых двух видов спиновых клапанов. При  $T = 153$  К слой диспрозия находится в парамагнитном состоянии и отделяет от антиферромагнетика слой CoFe/Cu/CoFe, в которых происходит спин-зависимое рассеяние электронов и формируется эффект гигантского магнитосопротивления. Поэтому при  $T = 153$  К и при всех  $T > T_N$  получены магниторезистивные кривые, симметричные по отношению к  $H = 0$ . В этом случае однонаправленная анизотропия в интерфейсе FeMn/CoFe не влияет на сопротивление спинового клапана. Ниже температуры Нееля, например при  $T = 83$  К, все полученные магниторезистивные кривые асимметричны, и величины максимального магнитосопротивления в положительных и отрицательных полях отличаются



**Рис. 2.** Схемы спинового клапана Ta/NiFe/CoFe/Cu/CoFe/Dy/CoFe/FeMn/Ta (а), спинового клапана с синтетическим антиферромагнетиком FeNiCr/CoFe/Cu/CoFe/Ru/CoFe<sub>1</sub>/Dy/CoFe/FeMn/FeNiCr (б), буферный и защитный слой не показаны. Темнопольное изображение входящей в состав спиновых клапанов наноструктуры CoFe(5)/Dy(40)/CoFe(5) (в).

друг от друга. Слой диспрозия находится в антиферромагнитном состоянии, и в этом случае однонаправленная анизотропия в интерфейсе FeMn/CoFe влияет на перемагничивание рефе-



**Рис. 3.** Полевые зависимости магнитосопротивления спиновых клапанов Ta/NiFe/CoFe/Cu/CoFe/Dy/CoFe/FeMn/Ta (а) и FeNiCr/CoFe/Cu/CoFe/Ru/CoFe<sub>1</sub>/Dy/CoFe/FeMn/FeNiCr (б), измеренные при температурах 83 и 153 К.

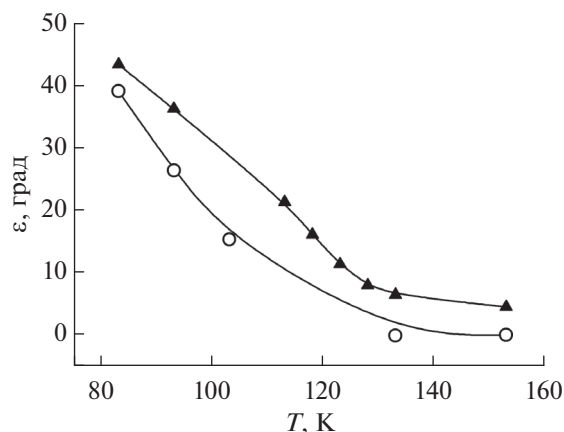
рентного слоя. При изменении температуры изменяется разница между величинами максимального магнитосопротивления в положительных и отрицательных полях и, соответственно, угла  $\varphi$  (рис. 2а, 2б). В геликоидальной антиферромагнитной фазе диспрозия угол между моментами соседних базовых плоскостей зависит от температуры [13, 14].

Оценим изменение угла  $\varphi$  в температурном интервале 83–153 К, используя изменение формы магниторезистивной кривой.

Сопротивление спинового клапана зависит от угла  $\varphi$  между  $\mathbf{M}_R$  и  $\mathbf{M}_F$  и определяется как

$$R(\varphi) = R_P + (R_{AP} - R_P)(1 - \cos\varphi)/2, \quad (1)$$

где  $R_P$  и  $R_{AP}$  – сопротивления при параллельном и антипараллельном расположении  $\mathbf{M}_R$  и  $\mathbf{M}_F$ . Считая, что  $R_P$  – сопротивление спинового клапана в



**Рис. 4.** Изменение угла между магнитными моментами на границах слоя Dy в температурной области существования геликоидального состояния  $T_N > T > T_C$ .

поле насыщения,  $(R(\varphi) - R_P)/R_P = (\Delta R/R_s)_{\max}(+)$  и  $(R_{AP} - R_P)/R_P = (\Delta R/R_s)_{\max}(-)$  – максимальные магнитосопротивления в положительных и отрицательных полях, получим выражение для угла  $\varphi$ :

$$\cos\varphi = 1 - 2 \frac{(\Delta R/R_s)_{\max}(+)}{(\Delta R/R_s)_{\max}(-)}. \quad (2)$$

Угол  $\varphi$  и угол  $\epsilon$  между магнитными моментами на границах слоя диспрозия связаны соотношением  $\epsilon = 180^\circ - \varphi$ . На рис. 4 показаны зависимости угла  $\epsilon$  от температуры, полученные для двух разных видов спиновых клапанов, включающих в себя слой диспрозия толщиной 40 нм. Несмотря на различия в композиции спиновых клапанов, выступающих в качестве индикатора магнитного состояния слоя Dy, полученные зависимости  $\epsilon(T)$  очень близки.

Проведенные оценки справедливы для кристаллитов, в которых направление [0002] является нормальным плоскости пленки. Для кристаллитов с другой ориентацией можно говорить лишь о проекции магнитных моментов, образующих геликоидальную структуру на плоскость пленки.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Показано, что антиферромагнитная фаза в поликристаллическом слое диспрозия обладает неколлинеарным магнитным упорядочением. Определена температурная зависимость угла между направлениями магнитных моментов на границах слоя диспрозия. Значительное изменение данного угла, наблюдаемое во всей температурной области существования геликоидального упорядочения в диспрозии, отражает изменение периода магнитной спирали диспрозия с температурой.

Предложен новый метод изучения киральных магнетиков, в котором индикатором геликои-

дальнего магнитного состояния выступает обла-  
дающий гигантским магнитосопротивлением  
спиновый клапан, содержащий слой исследуемо-  
го гелимагнетика.

### БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного зада-  
ния по теме “Спин” АААА-А18-118020290104-2 и при  
поддержке РФФИ (грант 19-02-00057).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bouzigues C., Gacoin T., Alexandrou A. // ACS Nano. 2011. V. 5. № 11. P. 8488.  
<https://doi.org/10.1021/nn202378b>
2. Raasch D. // IEEE Trans. Magn. 1993. V. 29. № 1. P. 34.  
<https://doi.org/10.1109/20.195546>
3. Scheunert G., Heinonen O., Hardeman R., Lapicki A., Gubbins M., Bowman R.M. // J. Appl. Phys. Rev. 2016. V. 3. № 1. P. 011301.  
<https://doi.org/10.1063/1.4941311>
4. Mangin S., Gottwald M., Lambert C.-H., Steil D., Uhlir V., Pang L., Hehn M., Alebrand S., Cinchetti M., Malinowski G., Fainman Y., Aeschlimann M., Fullerton E.E. // Nature Materials. 2014. V. 13. P. 286.  
<https://doi.org/10.1038/NMAT3864>
5. Kools J.C.S. // IEEE Trans. Magn. 1996. V. 32. № 1. P. 3165.  
<https://doi.org/10.1109/20.508381>
6. Marrows C.H., Stanley F.E., Hickey B.J. // Sens. Actuators. 2000. V. 81. № 1. P. 49.  
[https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(99\)00114-4](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(99)00114-4)
7. Milyaev M., Naumova L., Chernyshova T., Proglyado V., Kamensky I., Krinitsina T., Ryabukhina M., Ustinov V. // J. Appl. Phys. 2017. V. 121. P. 123902.  
<https://doi.org/10.1063/1.4978875>
8. Naumova L.I., Milyaev M.A., Zavornitsyn R.S., Krinitsina T.P., Proglyado V.V., Ustinov V.V. // Current Applied Physics. 2019. V. 19. P. 1252.  
<https://doi.org/10.1016/j.cap.2019.08.012>
9. Zavornitsyn R.S., Naumova L.I., Milyaev M.A., Markarova M.V., Proglyado V.V., Maksimova I.K., Ustinov V.V. // Current Applied Physics. 2020. V. 20. P. 1328.  
<https://doi.org/10.1016/j.cap.2020.09.002>
10. Белов К.П., Левитин П.З., Никитин С.А. // УФН. 1964. V. 82. № 3. С. 449.  
<https://doi.org/10.1070/PU1964v007n02ABEH003660>
11. Boys D.W., Legvold S. // Phys. Rev. 1968. T. 174. № 2. P. 377.  
<https://doi.org/10.1103/physrev.174.377>
12. Никитин С.А. Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов. М.: Изд-во МГУ, 1989. 248 с.
13. Wilkinson M.K., Koehler W.C., Wollan E.O., Cable J.W. // J. Appl. Phys. 1961. V. 32. № 3. P. 48.  
<https://doi.org/10.1063/1.2000493>
14. Salamon M.B., Sinha S., Rhyne J.J., Cunningham J.E., Erwin W., Borchers J., Flynn C.P. // Phys. Rev. Lett. 1986. T. 56. № 3. P. 259.  
[https://doi.org/10.1016/0022-5088\(86\)90248-1](https://doi.org/10.1016/0022-5088(86)90248-1)

## Spin Valves as a Tool for Studying Helicoidal Magnetism

V. V. Ustinov<sup>1</sup>, M. A. Milyaev<sup>1</sup>, L. I. Naumova<sup>1,\*</sup>, R. S. Zavornitsyn<sup>1</sup>, T. P. Krinitsina<sup>1</sup>, V. V. Proglyado<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia

\*e-mail: [naumova@imp.uran.ru](mailto:naumova@imp.uran.ru)

Exchange-biased nanostructures of the “spin valve” type, which include an additional layer of rare-earth metal dysprosium, were made by magnetron spraying. Temperature changes of magneto-transport properties of spin valves are used as an indicator of change of magnetic state of dysprosium nanolayer. Information on formation of unidirectional magnetic anisotropy in CoFe/Dy interface at transition through Neel dysprosium temperature is obtained. It has been shown that the antiferromagnetic phase in the polycrystalline dysprosium layer has non-collinear magnetic ordering. Temperature dependence of angle between directions of magnetic moments at boundaries of dysprosium layer is determined. The change of this angle observed in the entire temperature region of the existence of the helicoidal ordering in the dysprosium reflects the change of period of the magnetic helicoid in the dysprosium with temperature. Thus, a new method for studying chiral magnetism is proposed, in which the indicator of the helicoidal magnetic state is a spin valve possessing giant magneto-resistance, containing a layer of the helimagnetic under investigation.

**Keywords:** dysprosium, spin valve, magnetoresistance, helicoidal ordering, Neel temperature, unidirectional anisotropy.