

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

УДК 539.216.2:537.621.2:537.623

ГЕЛИМАГНИТНАЯ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКАЯ ТЕКСТУРЫ РОСТА НАНОСЛОЕВ ДИСПРОЗИЯ НА БУФЕРНЫХ СЛОЯХ $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, Nb И β -Ta

© 2023 г. Л. И. Наумова^{a, b, *}, Р. С. Заборницын^{a, b}, М. А. Миляев^{a, b}, Д. И. Девятериков^a,
А. С. Русалина^b, Т. П. Криницина^a, А. Ю. Павлова^a, В. В. Проглядо^a, В. В. Устинов^{a, b}

^aИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990 Россия

^bУральский Федеральный Университет, ИЕНиМ, ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

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

Поступила в редакцию 14.04.2023 г.

После доработки 19.06.2023 г.

Принята к публикации 20.06.2023 г.

Нанослои диспрозия различной толщины изготовлены методом магнетронного напыления на подложках $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{R})$, а также с использованием буферных слоев $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, β -Ta и Nb. Исследована корреляция между характером кристаллографической текстуры и особенностями температурных зависимостей электросопротивления поликристаллических пленок диспрозия. Установлено, что при напылении Dy непосредственно на $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{R})$ в нанослое редкоземельного металла формируется двухкомпонентная текстура. В одной компоненте гексагональная ось параллельна, а в другой — перпендикулярна плоскости пленки. Показано, что при напылении Dy на буферный слой β -Ta происходит согласование микроструктур Al_2O_3 и Dy через β -Ta, и совершенство двухкомпонентной текстуры возрастает. В антиферромагнитном состоянии компоненты текстуры становятся “фазами” с разной ориентацией оси магнитной геликоиды, и антиферромагнитное упорядочение происходит при разных температурах.

Ключевые слова: диспрозий, β -тантал, нанослой, кристаллографическая текстура, магнитный геликоид, электросопротивление

DOI: 10.31857/S0015323023600600, **EDN:** QDWNCA

ВВЕДЕНИЕ

Интерес к синтезу и исследованию наноструктур, содержащих слои диспрозия [1–6], связан с перспективой получения новых функциональных характеристик, обусловленных уникальными свойствами редкоземельного металла (РЗМ). Это, в частности, гигантская магнитострикция, свойственная многим 4f-металлам и геликоидальное магнитное упорядочение в антиферромагнитном состоянии. Для таких наноструктур важным фактором является ориентация оси магнитной геликоиды по отношению к плоскости пленки.

Редкоземельный металл иттриевой подгруппы диспрозий обладает гексагональной плотноупакованной (ГПУ) кристаллической структурой с параметрами решетки $a = 3.593 \text{ \AA}$ и $c = 5.654 \text{ \AA}$. При температуре $T_N = 179 \text{ K}$ объемный диспрозий переходит из парамагнитного в антиферромагнитное геликоидальное состояние. Направление c [001] является осью геликоиды [7]. Магнитные моменты в базисных плоскостях упорядочены ферромагнитно, а угол между магнитными моментами двух соседних плоскостей уменьшается

от 43.2° до 26.5° при понижении температуры от 179 до 85 K [8]. При $T_C = 85 \text{ K}$ диспрозий переходит в ферромагнитное состояние. Лежащее в базисной плоскости направление a [100] является осью легкого намагничивания. Для пленок диспрозия температуры магнитных фазовых переходов зависят от толщины [9, 10].

Микроструктура тонких слоев диспрозия зависит от типа используемой подложки, материала буферного слоя (БС) и условий, при которых происходит рост. В работе [11] показано, что при напылении на окисленный кремний с буферным слоем тантала, который обладает объемно-центрированной (ОЦК) структурой, вблизи БС в диспрозии может формироваться гранецентрированная кубическая (ГЦК) решетка. При дальнейшем увеличении толщины слоя формируется ГПУ-структура, и преобладающая текстура зависит от температуры подложки. Слои диспрозия с ГПУ-структурой и аксиальной текстурой $\langle 002 \rangle$, ось которой нормальна поверхности пленки, были получены в работах [12, 13] магнетронным напылением на подложки R- и A-сапфира с буферным слоем Nb и Ta при повышенной температуре.

Особенностью переходного редкоземельного металла диспрозия являются аномалии на температурной зависимости электросопротивления $R(T)$. Экспериментальные исследования электропроводности монокристаллического диспрозия показали, что ниже T_N электросопротивление в базисной плоскости резко уменьшается, и аномалия на $R(T)$ зависимости выглядит как излом. При протекании электрического тока вдоль оси c в некотором интервале температур вблизи T_N при охлаждении происходит возрастание, а затем резкое понижение электросопротивления [14–17]. Знак температурного коэффициента электросопротивления изменяется, и аномалия на $R(T)$ имеет вид “колена”.

Ранее мы наблюдали эти аномалии при изменении температурных зависимостей электросопротивления тонких поликристаллических пленок диспрозия, напыленных на разные буферные слои [10, 18]. Микроструктура пленок изменялась в зависимости от используемого БС. Важным наблюдением является то, что характер аномалии при этом тоже изменялся. Аномалии на кривых $R(T)$ для поликристаллических пленок были подобны полученным ранее другими авторами при протекании тока в базисной плоскости и вдоль оси c монокристалла диспрозия.

Информация об ориентации кристаллитов поликристаллической пленки по отношению к плоскости подложки и к направлению тока важна для создания новых магнитных материалов на основе наноструктур, содержащих слои гелимагнитных металлов, а также для постановки экспериментов по наблюдению теоретически предсказанных спиновых эффектов [19–21].

В настоящей работе, исследуя корреляцию между характером кристаллографической текстуры и аномалиями на температурных зависимостях электросопротивления поликристаллических пленок, мы оцениваем преобладающую ориентацию оси магнитной геликоиды в антиферромагнитном состоянии слоя диспрозия.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Нанослой Ду получен методом прецизионного магнетронного напыления при давлении рабочего газа аргона 0.1 Па и мощности 100 Вт. Базовое давление остаточных газов в камере напыления составляло $\sim 3 \times 10^{-7}$ Па. Скорость напыления диспрозия составляла 1.1 Å/с. Напыление проводили при комнатной температуре. Ранее [22] было показано, что при близких скоростях роста слои Ду, напыленные при температуре подложки 350°C, обладают более совершенной текстурой. Тем не менее в данной работе нагрев подложки не использовался. Такие условия были выбраны для того, чтобы замедлить процесс диффузии на границе CoFe/Dy [23].

Монокристаллические сапфировые подложки, в зависимости от способа разрезания монокристалла и, соответственно, кристаллографической плоскости, параллельной поверхности подложки, принято обозначать следующим образом: А-ориентация (110), М-ориентация (100), R-ориентация (102) и С-ориентация (001).

В данной работе использовали подложки из Al_2O_3 ориентации R и стекла с буферными слоями Ta, Nb и сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$. В качестве защитного материала для слоя Ду использовался Ta. Состав образцов: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{BC}$ (0 или 5 нм)/ $\text{Dy}(t_{\text{Dy}})/\text{Ta}$ (6 нм). Толщина слоя Ду варьировалась и составляла $t_{\text{Dy}} = 5, 10, 20, 40, 60$ и 80 нм. На подложке из стекла был изготовлен образец композиции $\text{Ta}(5 \text{ нм})/\text{Dy}(40 \text{ нм})/\text{Ta}(6 \text{ нм})$.

Измерение электросопротивления проведено четырехконтактным способом при протекании тока в плоскости пленки на образцах размера 2 мм $\times$ 8 мм с напыленными с помощью маски медными контактными площадками. Температурные зависимости электросопротивления получены в интервале температур 85–250 К на установке, собранной на базе электромагнита, прокачного криостата и температурного контроллера.

Исследования микроструктуры тонких пленок проведены с помощью просвечивающей электронной микроскопии на установке Tescan G²30 и рентгеновской дифракции (Θ – 2Θ -скан) в излучении $\text{CoK}\alpha$ на дифрактометре PANalytical Empyrean. Для исследования кристаллографической текстуры использовали метод кривых качания (ω -скан). Измерения шероховатости поверхности проводили при помощи атомного силового микроскопа NT-MDT Solver Next.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура и свойства буферных слоев. Ферромагнитный сплав $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ часто используется при синтезе наноструктур, обладающих гигантским магниторезистивным эффектом (ГМР). В нанослоях этого сплава при магнетронном напылении формируется ГЦК структура. Параметры решетки ГЦК-структуры сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ близки к параметрам меди, которая обычно используется в ГМР-структурах в качестве немагнитного разделяющего слоя. Высокая спиновая поляризация, а также близкая к нулю магнитострикция сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ позволяют получать максимальные величины магнитосопротивления. Отметим, тем не менее, что структура буферного слоя $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$ не имеет ничего общего с ГПУ-структурой диспрозия.

Переходные металлы Nb и Ta обладают близкими параметрами кристаллической ОЦК-структуры, однако тантал может формироваться в разных аллотропных модификациях. ОЦК-структу-

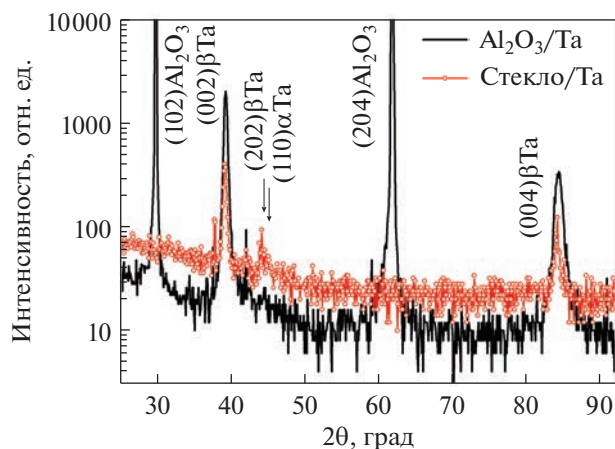


Рис. 1. Дифрактограммы, полученные от пленок тантала толщиной 57 нм, напыленных на разные подложки: Al_2O_3 ориентации R и стекло.

ра характерна для α -тантала, а β -тантал обладает тетрагональной кристаллической решеткой [24] и на порядок большим удельным электрическим сопротивлением [25]. При используемых в данной работе режимах магнетронного напыления формируется именно β -тантал [26]. На рис. 1 показаны рентгеновские дифрактограммы, полученные от пленок тантала, напыленных на подложки из монокристаллического Al_2O_3 и стекла.

На дифрактограмме видны рефлексы (002) и (004) от тетрагональной структуры β -тантала. При напылении на стекло интенсивность рефлексов существенно ниже, и имеется еще один слабый пик, который может относиться к (202) β -Ta или (110) α -Ta. Таким образом, особенности микроструктуры буферного слоя Ta зависят от типа используемой при напылении подложки. Соответственно, можно предположить появление различий и в последующих напыляемых слоях диспрозия.

Исследования микроструктуры слоев диспрозия. Дифрактограммы были получены для всех образцов с разным материалом БС и разными толщинами слоя диспрозия. На рис. 2 показаны данные для диспрозия толщиной $t_{\text{Dy}} = 10$ нм, напыленного непосредственно на подложку Al_2O_3 , а также с использованием буферных слоев Ta, Nb, и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$.

На всех дифрактограммах имеется пик от монокристаллической подложки (204) Al_2O_3 . Высокая интенсивность пика (110) Nb для образца с БС ниобия может быть следствием существования соответствующей текстуры. Формирование аксиальной текстуры $\langle 110 \rangle$ (с осью текстуры нормальной поверхности пленки) в слое ниобия, напыленном на подложку Al_2O_3 ориентации R, наблюдали и ранее [13]. В том же диапазоне углов для образца Ta/Dy/Ta имеется размытый дифракци-

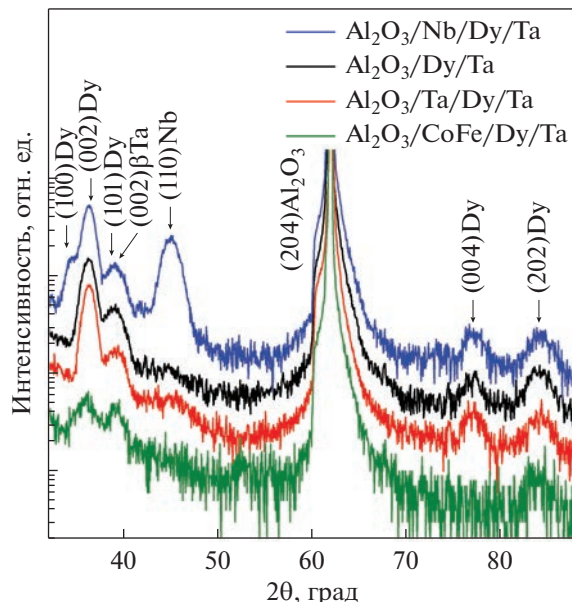


Рис. 2. Дифрактограммы, полученные от наноструктур $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{БС}$ (5 нм)/Dy(10 нм)/Ta(6 нм) при отсутствии буферного слоя и с буферными слоями Ta, Nb и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$.

онный пик, который по положению соответствует (202) β -Ta или (110) α -Ta. Более интенсивный пик (002) β -Ta не разрешается из-за совпадения с рефлексом (101) Dy.

На всех дифрактограммах рефлекс от плоскостей (002) Dy является наиболее интенсивным по отношению к остальным пикам, полученным от ГПУ-структуры Dy. Дифрактограммы наноструктур без БС и с буферными слоями Ta и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, похожи тем, что на них не виден рефлекс (100) от ГПУ-структуры диспрозия, а имеются только (002) и (101), а также отражения второго порядка: (004) и (202). За исключением образца $\text{CoFe}/\text{Dy}/\text{Ta}$, для которого пик (004) не наблюдается.

Иначе выглядит дифрактограмма образца с БС ниобия. В этом случае видны не только рефлексы (002) и (101), но и рефлекс (100) диспрозия. Исследования показали, что слои диспрозия, напыленные на подложку Al_2O_3 и на буферные слои Ta и CoFe, имеют схожую микроструктуру, которая отличается от микроструктуры слоя Dy, напыленного на БС ниобия. При увеличении t_{Dy} наблюдали изменения дифракционных картин, причем характер этих изменений для образцов с БС ниобия отличался от того, который наблюдали для образцов без БС и с буферными слоями Ta и CoFe.

Для сравнения показаны некоторые дифрактограммы, полученные для слоев диспрозия, напыленных на буферный слой Ta (рис. 3) и Nb (рис. 4). С увеличением толщины слоя диспрозия, напыленного на Ta, интенсивность рефлекса (002)Dy растет, а интенсивность (101)Dy не меня-

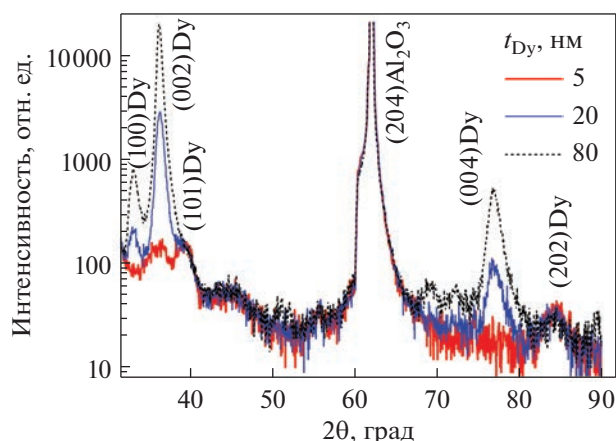


Рис. 3. Дифрактограммы, полученные от наноструктур Ta (5 нм)/Dy(t_{Dy})/Ta(6 нм).

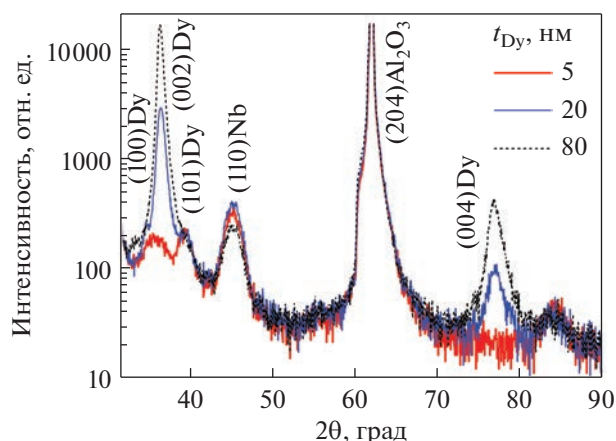


Рис. 4. Дифрактограммы, полученные от наноструктур Nb (5 нм)/Dy(t_{Dy})/Ta(6 нм).

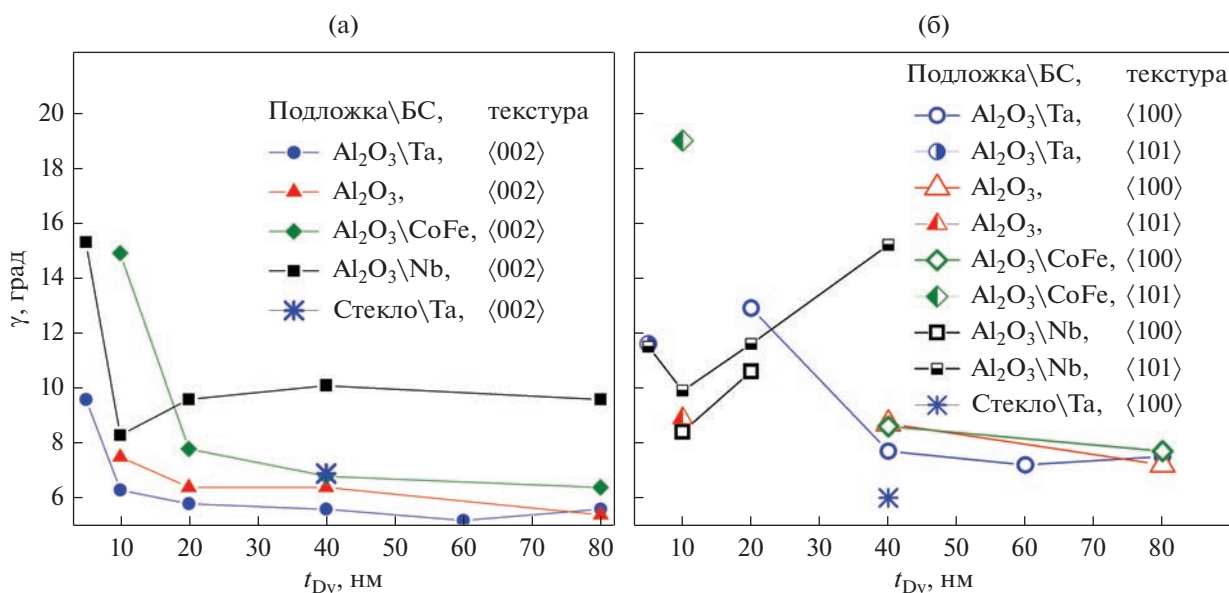


Рис. 5. Зависимости углов рассеяния текстуры $\langle 002 \rangle$ (а) и $\langle 100 \rangle$, $\langle 101 \rangle$ (б) от толщины слоя диспрозия в наноструктурах Al_2O_3 /БС(5 нм)/Dy(t_{Dy})/Ta(6 нм) при отсутствии БС и при использовании в качестве буферного слоя Ta, Nb и сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$.

ется. При $t_{Dy} = 20$ нм появляется рефлекс (100)Dy. Дальнейшее увеличение t_{Dy} приводит к возрастанию интенсивности пиков (002)Dy и (100)Dy. Основное отличие образцов с БС ниобия состоит в том, что увеличение t_{Dy} не приводит к возрастанию интенсивности пика (100)Dy, и при $t_{Dy} \geq 40$ нм рефлекс от (002)Dy превалирует.

Для исследования кристаллографической текстуры в слоях диспрозия различной толщины были измерены кривые качания вокруг пиков (002), (100) и (110) диспрозия. В качестве характеристики совершенства текстуры использовали величину (γ) среднего угла отклонения выделенных на-

правлений в кристаллитах поликристаллического слоя от нормали к плоскости образца. Угол γ оценивали как ширину на полувысоте кривой качания (ω -скан). На рис. 5а показаны зависимости γ от t_{Dy} для пика (002).

Самая совершенная текстура $\langle 002 \rangle$ формируется в диспрозии при напылении на буферный слой Ta. При $t_{Dy} = 10$ нм угол γ составляет 6 градусов. Близкие величины γ были получены при напылении диспрозия непосредственно на подложку Al_2O_3 . Использование в качестве БС сплава CoFe приводит к возрастанию γ . Наибольший угол рассе-

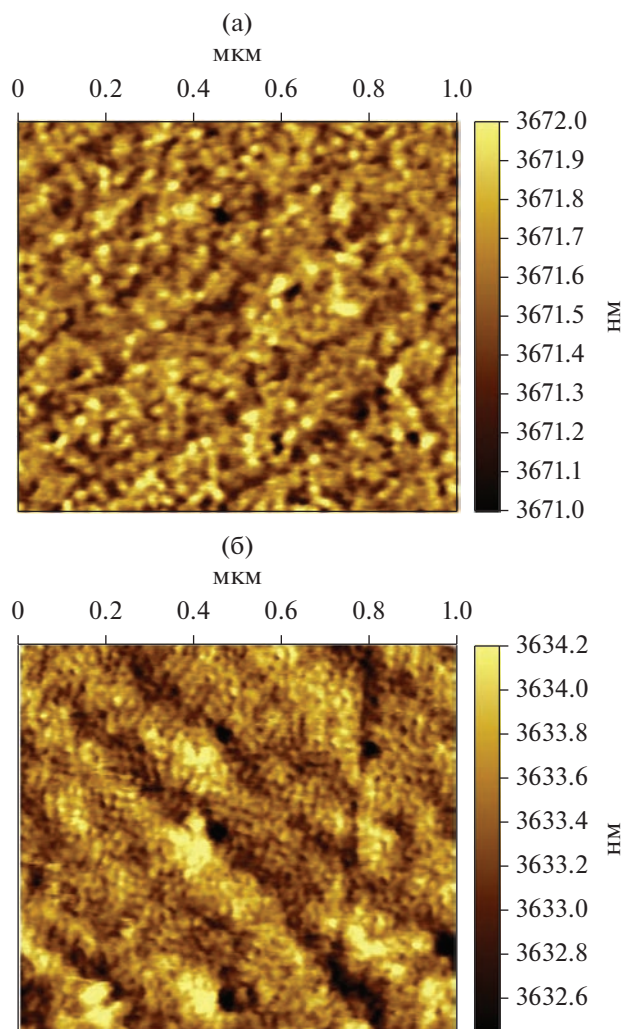


Рис. 6. Изображения поверхности пленок диспрозия толщиной 20 нм, напыленных на буферные слои Nb (а) и β -Ta (б) и покрытых защитным слоем Ta.

яния и наименее совершенная текстура $\langle 002 \rangle$ наблюдается при использовании буферного слоя Nb.

Результаты измерения величины γ для пиков (100) и (101) показаны на рис. 5б. При $t_{Dy} < 20$ нм для всех образцов $\langle 002 \rangle$ не является единственным выделенным направлением. В слоях диспрозия, напыленных на Nb, были выявлены еще две компоненты текстуры: $\langle 100 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$. В остальных образцах, в дополнение к $\langle 002 \rangle$, наблюдалась только одна компонента текстуры $\langle 101 \rangle$. С увеличением t_{Dy} для слоев, напыленных на БС ниобия, наблюдалась деградация текстур $\langle 100 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$, и неизменность текстуры $\langle 002 \rangle$. Для остальных образцов наблюдались принципиально другие изменения, а именно, появление еще одной компо-

ненты текстуры $\langle 100 \rangle$, совершенство которой возрастало с увеличением t_{Dy} .

Далее проведено сравнение результатов, полученных для слоев диспрозия, напыленных на буферные слои Ta и Nb. При напылении на Nb в слоях диспрозия при $t_{Dy} > 40$ нм преобладает текстура $\langle 002 \rangle$, которая, однако, является наименее совершенной для исследуемых наноструктур. При напылении на буферный слой Ta была получена самая совершенная текстура $\langle 002 \rangle$, тем не менее в слое диспрозия при всех исследованных толщинах наблюдались также и компоненты текстуры с другой выделенной ориентацией. А именно, при $t_{Dy} = 5$ и 10 нм наблюдалась компонента текстуры $\langle 101 \rangle$, а при $t_{Dy} \geq 20$ нм – компонента $\langle 100 \rangle$.

На рис. 6 показаны характерные изображения поверхности пленок диспрозия, напыленных на буферные слои Nb и β -Ta и покрытых защитным слоем. Изображения были получены методом атомной силовой микроскопии. Шероховатость поверхности оценивали по результату усреднения пяти измерений, сделанных на разных участках образца. На площади 1×1 мкм для образцов с БС ниобия и тантала шероховатость поверхности характеризуется среднеквадратичным отклонением $Rms = 0.2$ и 0.4 нм соответственно.

Проведенные ранее исследования [18] показали, что при использовании подложек из стекла с буферным слоем Ta в слое диспрозия толщиной 40 нм также формируется двухкомпонентная текстура $\langle 100 \rangle + \langle 002 \rangle$ с углами рассеяния $\gamma = 6^\circ$ и 7° соответственно. На рис. 5 для сравнения показаны величины γ для наноструктуры Ta(5)/Dy(40)/Ta(5) напыленной на стекло. Видно, что в этом случае совершенство текстуры $\langle 002 \rangle$ ниже, а текстуры $\langle 100 \rangle$ выше, чем при напылении на Al_2O_3 ориентации R.

Для понимания связи между высоким совершенством текстуры $\langle 002 \rangle$ в слое диспрозия и особенностями микроструктуры буферного слоя β -Ta, напыленного на подложку Al_2O_3 , были проведены исследования методами просвечивающей электронной микроскопии.

Типичная электронограмма, полученная от наноструктуры Ta/Dy/Ta на подложке Al_2O_3 , показана на рис. 7. Электронограмма с рефлексами в виде пятен характерна для монокристалла или для структуры с малой разориентацией кристаллитов. Наиболее яркие рефлексы образуют сетку, совпадающую со стандартной сеткой узлов обратной решетки гексагональной структуры Al_2O_3 .

Рефлексы, отмеченные цифрами 2, 5 и 6, выглядят как не одинарные, из-за совпадения дифракционных максимумов от ряда семейств плоскостей гексагональной структуры Al_2O_3 и тетрагональной структуры β -Ta, а также структу-

ры Al_2O_3 , ГПУ-структуры диспрозия и тетрагональной структуры β -Ta (рефлексы 5). Такое совпадение говорит о том, что при формировании буферного слоя тантала происходит подстройка его микроструктуры к монокристаллической подложке Al_2O_3 , а сам буферный слой формируется в виде блочного кристалла с малым углом разориентации блоков. По-видимому, подобная микроструктура формируется и в нанослое диспрозия при напылении его на поверхность $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ta}$, так как рефлексы от диспрозия также представляют собой набор точек. Совпадение точечных рефлексов от подложки, буферного слоя и слоя диспрозия, в частности для рефлексов, обозначенных как (5), позволяет предположить, что происходит согласование микроструктур Al_2O_3 и Dy через буферный слой β -Ta. Это предположение объясняет также и то, что слои диспрозия напыленные непосредственно на Al_2O_3 и на $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ta}$ очень близки по микроструктуре (рис. 2) и кристаллографической текстуре $\langle 002 \rangle$ (рис. 5).

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЯ

Напомним, что направление $[001]$ в диспрозии совпадает с осью магнитной геликоиды c . Результаты исследования микроструктуры позволяют заключить, что угол между осью c и плоскостью пленки для кристаллитов поликристаллического слоя диспрозия зависит от материала БС и может изменяться по мере увеличения t_{Dy} . Магнитный порядок в 4f-металлах влияет не только на магнитные, но и на оптические, тепловые, электрические и другие свойства, в формировании которых играют роль электроны проводимости [17]. У гелимагнетиков электросопротивление монокристаллов в базисной плоскости значительно выше, чем вдоль оси c . В базисной плоскости температурную зависимость сопротивления $R(T)$ можно представить в виде двух линейных участков, пересекающихся вблизи T_N . Вдоль оси c зависимость $R(T)$ имеет область с отрицательным коэффициентом электросопротивления вблизи T_N [27].

Для поликристаллической пленки диспрозия характер $R(T)$ при пропускании тока в плоскости пленки, вероятно, зависит от преимущественной ориентации кристаллитов. Для нанослоев диспрозия, напыленных на подложки из Al_2O_3 без БС и с использованием буферных слоев β -Ta, CoFe и Nb, были получены зависимости $R(T)$. По аномалиям на $R(T)$ (рис. 8, 9) была проведена оценка температуры (T_h), при которой формируется антиферромагнитное геликоидальное упорядочение в диспрозии. Величину T_h оценивали по по-

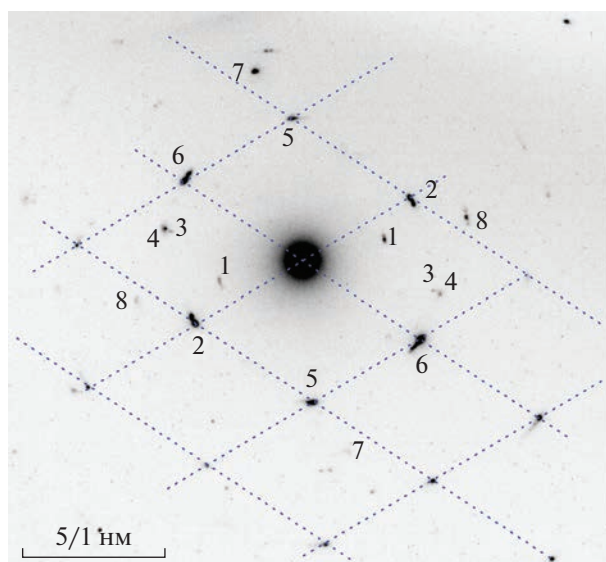


Рис. 7. Электронограмма образца $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ta}$ (5 нм)/Dy(80 нм)/Ta(6 нм). Рефлексы от Al_2O_3 образуют сетку. Цифрами обозначены рефлексы от следующих семейств плоскостей: 1 – Ta{310}; 2 – Al_2O_3 {110}, Ta{202}; 3 – Ta{222}; 4 – Ta{312}; 5 – Al_2O_3 {113}, Ta{302}, Dy{102}; 6 – Al_2O_3 {202}, Ta{430}; 7 – Dy{210}; 8 – Ta{441}. Межплоскостные расстояния Al_2O_3 рассчитаны по описанию с гексагональными осями.

ложению локального минимума на температурной зависимости dR/dT . На рис. 8б показаны результаты, полученные для слоя диспрозия толщиной 80 нм, напыленного на БС ниобия. Наклон зависимости изменяется при $T = T_h$, на кривой $R(T)$ виден характерный излом, а на температурной зависимости производной имеется соответствующий локальный минимум. Близкие результаты были получены для образцов с $t_{\text{Dy}} = 20$ и 40 нм. Для монокристаллов диспрозия такая форма кривой $R(T)$ появляется при протекании тока в базисной плоскости. Можно предположить, что при $t_{\text{Dy}} \geq 20$ нм в поликристаллической пленке диспрозия, напыленной на БС ниобия, преобладают кристаллиты у которых базисная плоскость лежит в плоскости пленки, а ось c направлена вдоль нормали к ней.

Это предположение полностью согласуется со структурными данными.

При $t_{\text{Dy}} = 10$ нм наклон $R(T)$ изменяется плавно, а на $dR/dT(T)$ отсутствует локальный минимум (рис. 8а). По-видимому, изменение электросопротивления, обусловленное формированием антиферромагнитного упорядочения, происходит по-разному в областях с текстурой $\langle 002 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$, которые были выявлены в данном образце. В результате аномалии $R(T)$ зависимости, свойственные монокристаллам диспрозия, не проявляются в данном случае.

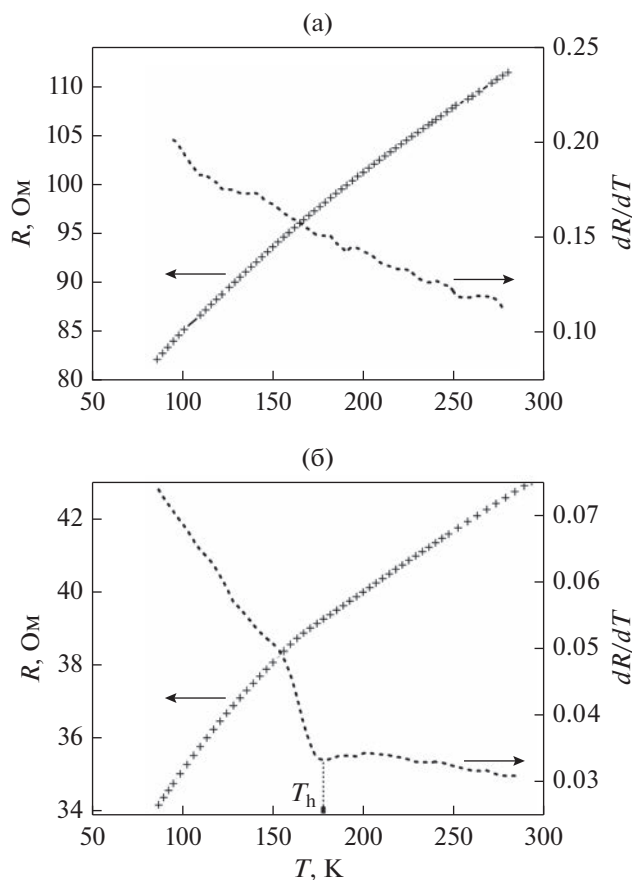


Рис. 8. Температурные зависимости сопротивления и производной сопротивления для образцов $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Nb}/\text{Dy}(t_{\text{Dy}})/\text{Ta}$ с толщинами слоя диспрозия: а) 10 и б) 80 нм.

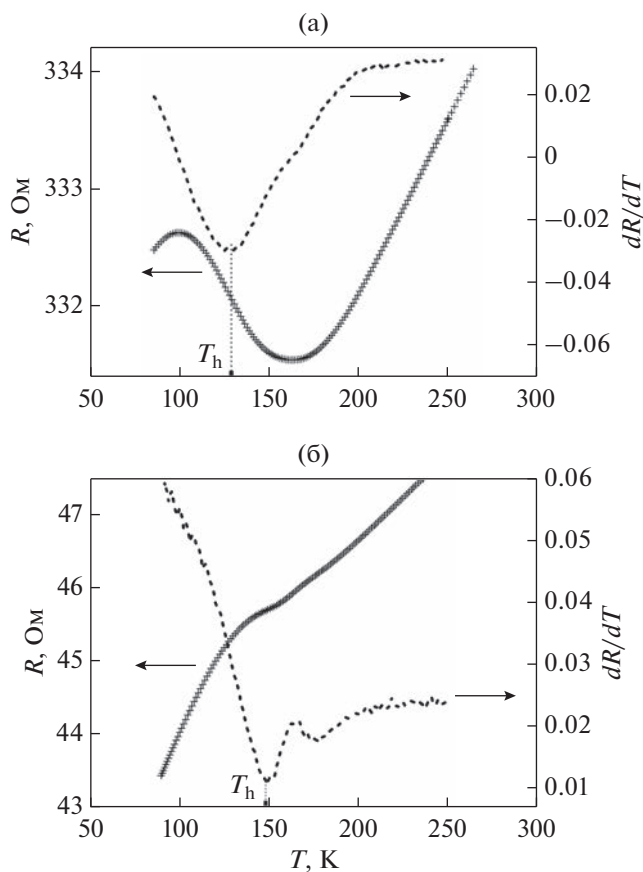


Рис. 9. Температурные зависимости сопротивления и производной сопротивления для образцов $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ta}/\text{Dy}(t_{\text{Dy}})/\text{Ta}$ с толщинами слоя диспрозия: а) 10 и б) 80 нм.

На рис. 9 показаны данные для слоев диспрозия, напыленных на буферный слой Ta. При $t_{\text{Dy}} = 10$ нм на кривой $R(T)$ имеется область, соответствующая отрицательному температурному коэффициенту сопротивления. Для монокристаллов диспрозия такой вид аномалии появляется при протекании тока вдоль оси c . При увеличении t_{Dy} характер аномалии на $R(T)$ изменяется (рис. 9б и 10). Область, соответствующая отрицательному температурному коэффициенту сопротивления, минимизируется, а на $dR/dT(T)$ появляется второй локальный минимум.

При малых толщинах t_{Dy} вид аномалии на $R(T)$ для поликристаллической пленки аналогичен зависимостям, полученными для монокристаллов при протекании тока вдоль оси c [14–17], следовательно, в пленке преобладают кристаллиты, в которых ось c отклонена на малый угол или лежит в плоскости пленки. Это предположение согласуется с данными исследования структуры. При толщинах $t_{\text{Dy}} = 5$ и 10 нм помимо компоненты текстуры $\langle 002 \rangle$, в слое диспрозия присутствует

компонента $\langle 101 \rangle$ (ось c отклонена от плоскости пленки на угол ≈ 28 градусов), а с увеличением t_{Dy} появляется компонента $\langle 100 \rangle$ (ось c лежит в плоскости пленки). При $t_{\text{Dy}} \geq 20$ нм формируется двухкомпонентная текстура $\langle 002 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$. Угол рассеяния γ обеих компонент уменьшается с увеличением толщины слоя. Тем не менее при $t_{\text{Dy}} = 80$ нм, исходя из формы аномалии на $R(T)$, можно предположить преобладание в поликристаллическом слое диспрозия компоненты текстуры $\langle 002 \rangle$, в которой ось геликоиды c ориентирована вдоль нормали к пленке. На рис. 10ж, 10з видно, что на температурных зависимостях.

dR/dT , полученных для образцов с $t_{\text{Dy}} = 40$ и 80 нм, имеется не один, а два локальных минимума.

Известно, что вдоль гексагональной оси монокристалла РЗМ магнитострикция больше, чем в базисной плоскости [28–30]. Механические напряжения могут неодинаково изменять магнитные свойства в областях диспрозия с компонен-

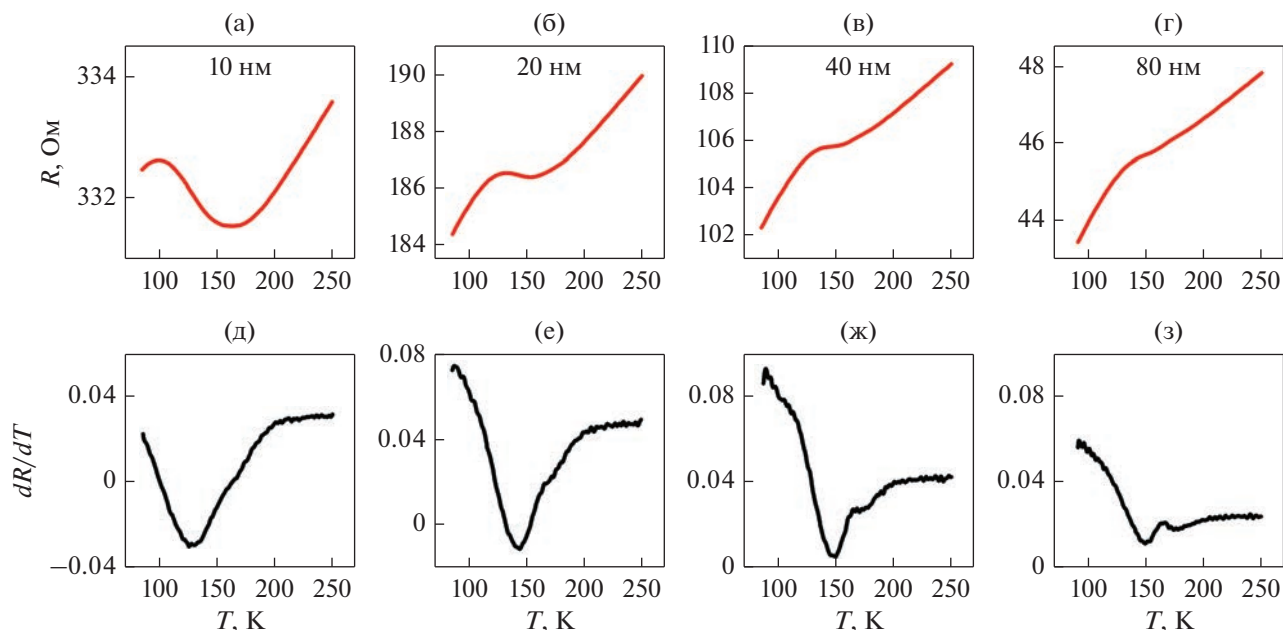


Рис. 10. Температурные зависимости сопротивления (а–г) и производной сопротивления по температуре (д–з) для образцов $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ta}$ (5 нм)/ $\text{Dy}(t_{\text{Dy}})/\text{Ta}$ (6 нм) с разной толщиной слоя Dy, а, д – 10, б, е – 20, в, ж – 40, г, з – 80 нм.

тами текстуры $\langle 100 \rangle$ и $\langle 002 \rangle$. Ранее [31, 32] было показано, что T_N диспрозия и сплавов на основе тербия [33] изменяется при воздействии давления. В работе [34] проведены исследования эпитаксиальных пленок диспрозия и обнаружено, что температура Кюри возрастает с увеличением эпитаксиальных напряжений, приложенных вдоль оси c . В нашем случае из-за различия в распределении механических напряжений, переход из парамагнитного в антиферромагнитное состояние в областях диспрозия с компонентами текстуры $\langle 100 \rangle$ и $\langle 002 \rangle$ происходит при разных температурах, что приводит к появлению двух локальных минимумов на $dR/dT(T)$.

Для слоев диспрозия, напыленных непосредственно на Al_2O_3 и на БС сплава CoFe, характер зависимостей $R(T)$ и $dR/dT(T)$, а также изменения их формы с увеличением t_{Dy} , аналогичны тем, которые показаны для образцов с БС тантала. На рис. 11 показаны зависимости температуры T_h от толщины слоя диспрозия для образцов с разным материалом буферного слоя. Для всех образцов уменьшение толщины слоя диспрозия приводит к снижению T_h . Для слоя диспрозия, напыленного на БС ниобия, при всех t_{Dy} температура T_h выше, чем при использовании других буферных слоев. Этот результат представляется закономерным, с учетом структурных различий, обусловленных разным материалом буферного слоя.

МИКРОСТРУКТУРА ПЛЕНОК ДИСПРОЗИЯ, ВЫРАЩЕННЫХ НА Al_2O_3 И БУФЕРНЫХ СЛОЯХ $\beta\text{-Ta}$, СПЛАВА CoFe и Nb

Сформированное на основе совместного анализа данных представление о текстуре и ориентации гексагональной оси в пленках диспрозия показано на рис. 12.

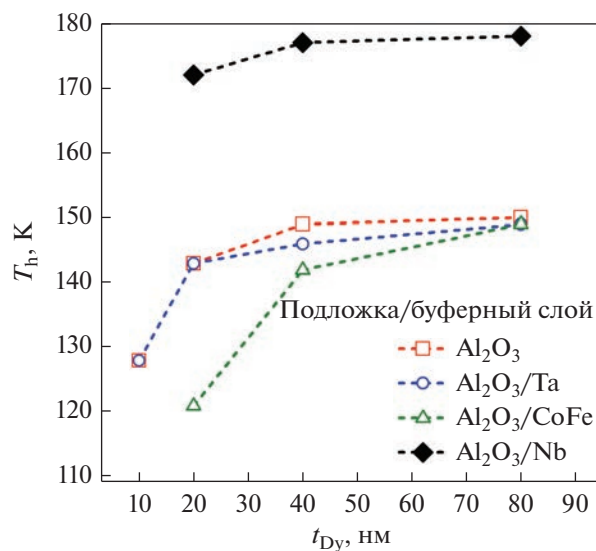


Рис. 11. Зависимости температуры, при которой происходит переход парамагнетик–антиферромагнетик, от толщины слоя диспрозия в образцах композиции $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{БС}/\text{Dy}(t_{\text{Dy}})/\text{Ta}$. Материал буферного слоя указан в правой нижней части рисунка.

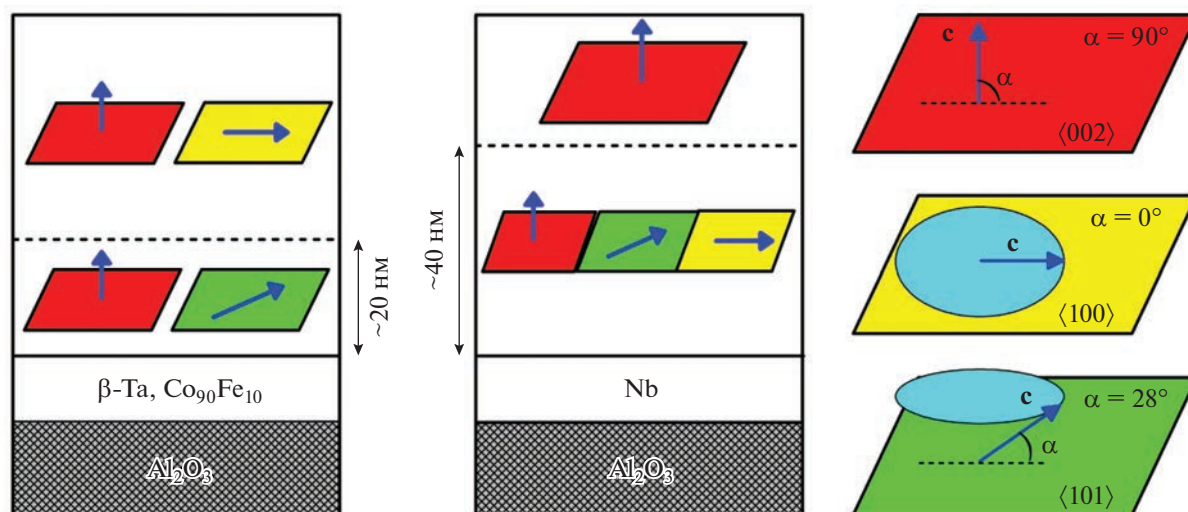


Рис. 12. Схема распределения областей, обладающих текстурой $\langle 101 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 002 \rangle$, по толщине пленки диспрозия и соответствующие ориентации гексагональной оси c для разных материалов буферного слоя.

При напылении непосредственно на Al_2O_3 и Al_2O_3 с буферным слоем β -Ta в пленке диспрозия вначале формируются текстуры $\langle 002 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$, в которых ось c , соответственно, перпендикулярна пленке и отклонена от ее поверхности на угол ≈ 28 градусов. При увеличении t_{Dy} рост кристаллитов ориентации $\langle 101 \rangle$ прекращается и происходит замещение их кристаллитами с ориентацией $\langle 100 \rangle$, в которой ось c лежит в плоскости пленки. При $t_{\text{Dy}} \geq 20$ нм пленка диспрозия содержит две компоненты текстуры $\langle 002 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$, которые обладают низким углом рассеяния. При переходе парамагнетик-антиферромагнетик изменение магнитного упорядочения в областях с разными компонентами текстуры происходит при разных температурах. Близкие данные были получены для слоя диспрозия, напыленного на БС сплава CoFe .

При напылении на Al_2O_3 с буферным слоем ниобия в пленке диспрозия при малых толщинах имеются компоненты текстуры $\langle 101 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 002 \rangle$. При $t_{\text{Dy}} \geq 40$ нм компонента $\langle 002 \rangle$ становится преобладающей. Тем не менее в слоях диспрозия, напыленных на буферный слой β -Ta, текстура $\langle 002 \rangle$ выявлена уже при $t_{\text{Dy}} = 5$ нм, и угол рассеяния ее при всех толщинах слоя диспрозия примерно в 1.5–2 раза меньше, чем при использовании БС ниобия.

Таким образом, двухкомпонентная текстура формируется при напылении непосредственно на подложку Al_2O_3 или на буферный слой бета тантала. В последнем случае, по результатам просвечивающей электронной микроскопии, происходит согласование микроструктур Al_2O_3 и Dy через бу-

ферный слой β -Ta. Это согласование и высокая степень совершенства обеих компонент текстуры позволяет предположить, что на начальной стадии роста слоя диспрозия происходит зарождение кристаллитов двух разных ориентировок. Каждая из них наследует структуру Al_2O_3 , но ориентационные соотношения разные. Возможно, выбор комбинации подложки и буферного слоя является эффективным способом получения однокомпонентной совершенной текстуры $\langle 002 \rangle$ в нанослоях диспрозия.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исходя из совместного анализа данных исследования микроструктуры и температурных зависимостей сопротивления пленок диспрозия, полученных магнетронным напылением непосредственно на Al_2O_3 ориентации R и с использованием буферных слоев Nb, β -Ta и сплава $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, можно сделать следующие выводы об ориентации гексагональной оси c и, соответственно, оси магнитной геликоиды в нанослоях диспрозия.

Использование подложек Al_2O_3 ориентации R без буферного слоя приводит к формированию двухкомпонентной текстуры, причем в одной из компонент ($\langle 002 \rangle$) ось магнитной геликоиды нормальна к плоскости пленки, а в другой ($\langle 101 \rangle$) отклонена от нее, а с увеличением толщины слоя диспрозия укладывается в плоскость пленки ($\langle 100 \rangle$). Совершенство всех компонент текстуры незначительно снижается при использовании буферного слоя $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, и возрастает при использовании буферного слоя β -Ta.

Показано, что происходит согласование микроструктур Al_2O_3 и Dy через буферный слой β -Ta.

В пленках диспрозия, напыленных непосредственно на Al_2O_3 и на буферные слои β -Ta и $\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$, в областях с разной ориентацией гексагональной оси формирование антиферромагнитного упорядочения происходит при разных температурах из-за различия в распределении микронапряжений.

При использовании буферного слоя Nb на начальном этапе напыления в слое диспрозия формируются три компонента текстуры: $\langle 101 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ и $\langle 002 \rangle$. При увеличении толщины слоя до 40 нм и более компонента $\langle 002 \rangle$ становится преобладающей, а текстура однокомпонентной. Тем не менее средний угол отклонения гексагональной оси с от нормали к плоскости пленки почти в два раза больше, чем в слоях диспрозия, напыленных на буферный слой β -Ta.

Использование буферных слоев β -Ta при напылении на Al_2O_3 (R) приводит к формированию поликристаллических пленок диспрозия, в которых даже при малой толщине (5–10 нм) имеются кристаллиты с осью магнитного геликоида перпендикулярной плоскости пленки.

Работа выполнена при поддержке проекта РНФ № 22-22-00220 в части исследования температурных зависимостей электросопротивления и в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема “Спин”, № 122021000036-3) в части проведения структурных исследований.

Электронно-микроскопические исследования проведены в отделе электронной микроскопии ЦКП ИФМ УрО РАН.

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. 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.
3. Svalov A.V., Kurlyanskaya G.V., Vas'kovskiy V.O. Thermo-sensitive spin valve based on layered artificial ferromagnet // *Appl. Phys. Lett.* 2016. V. 108. P. 063504.
4. Svalov A.V., Vas'kovskiy V.O., Kurlyanskaya G.V. Influence of the Size and Structural Factors on the Magnetism of Multilayer Films Based on 3d and 4f Metals // *Phys. Met. Metal.* 2017. V. 118. № 13. P. 1263–1299.
5. Ali Akbar, Murtaza Saleem, Shahid Atiq, Muhammad Sabieh Anwar. Magnetic Dynamics and All-Optical Switching in 5 nm Dy–Fe Nanostructures // *IEEE Trans. on Magn.* 2018. V. 54. P. 2–11.
6. Kim M., Hupalo M., Tringides M.C., Thiel P.A., Hoand K.-M., Wang C.-Z. Controlling selective nucleation and growth of dysprosium islands on graphene by metal intercalation // *Phys. Rev. Mater.* 2022. V. 6. P. 094003 (1–8).
7. Белов К.П., Левитин Р.З., Никитин С.А. Ферро- и антиферромагнетизм редкоземельных металлов // *УФН*. 1964. Т. 82. № 3. С. 449–498.
8. Wilkinson M.K., Koehler W.C., Wollan E.O., Cable J.W. Neutron diffraction investigation of magnetic ordering in dysprosium // *J. Appl. Phys.* 1961. V. 32. P. 48–49.
9. 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. P. 6407–6420.
10. Заворницын Р.С., Наумова Л.И., Милев М.А., Макарова М.В., Криницина Т.П., Проглядо В.В., Устинов В.В. Неколлинеарное магнитное упорядочение в слое диспрозия и магнитотранспортные свойства спинового клапана, содержащего структуру CoFe/Dy/CoFe // *ФММ*. 2020. Т. 121. С. 688–694.
11. Scheunert G., Ward C., Hendren W.R., Lapicki A.A., Hardeman R., Mooney M., Gubbins M. and Bowman R.M. Influence of strain and polycrystalline ordering on magnetic properties of high moment rare earth metals and alloys // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2014. V. 47. № 1. P. 415005 (13 pp.).
12. Девятериков Д.И., Кравцов Е.А., Проглядо В.В., Жакетов В.Д., Никитенко Ю.В. Исследование гелимагнетизма в тонких пленках Dy и Ho методом нейтронной рефлектометрии // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2021. Т. 6. С. 3–9.
13. Девятериков Д.И., Васковский В.О., Жакетов В.Д., Кравцов Е.А., Макарова М.В., Проглядо В.В., Степанова Е.А., Устинов В.В. Магнитные свойства тонких пленок Dy, выращенных на подложках Al_2O_3 с различной кристаллографической ориентацией // *ФММ*. 2020. Т. 121. С. 1229–1233.
14. Rhyne J.J., McGuire T.R. Magnetism of Rare-Earth Elements, Alloys, and Compounds // *IEEE Trans. on Magn.* 1972. V. Mag-8. P. 105–130.
15. Hall P.M., Legvold S. and Spedding F.H. Electrical Resistivity of Dysprosium Single Crystals // *Phys. Rev.* 1960. V. 117. P. 971–973.
16. Boys D.W., Legvold S. Thermal Conductivities and Lorenz Functions of Dy, Er, and Lu Single Crystals // *Phys. Rev.* 1968. V. 174. P. 377–384.
17. Вонсовский С.В., Изюмов Ю.А. Электронная теория переходных металлов I // *УФН*. 1962. Т. LXXVII. С. 377–446.
18. 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 Appl. Phys.* 2019. V. 19. P. 1252–1258.
19. Ustinov V.V., Bebenin N.G., Yasyulevich I.A. Spin current polarization and electrical conductivity in metal helimagnets // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2019. V. 1389. P. 012151.
20. Ustinov V.V., Yasyulevich I.A. Electrical magnetochiral effect and kinetic magnetoelectric effect induced by chiral exchange field in helical magnetism // *Phys. Rev. B*. 2020. V. 102. P. 134421.

21. *Ustinov V.V., Yasyulevich I.A.* Chirality-dependent spin-transfer torque and current-induced spin rotation in helimagnets // *Phys. Rev. B.* 2022. V. 106. P. 64417–64428.
22. *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: App. Phys.* 2013. V. 46. P. 152001.
23. *Наумова Л.И., Миляев М.А., Заворницын Р.С., Криницина Т.П., Чернышова Т.А., Проглядо В.В., Устинов В.В.* Магнитотранспортные свойства псевдоспиновых клапанов в условиях интердиффузии слоев диспрозия и ферромагнитного сплава CoFe // *ФММ.* 2019. Т. 120. № 5. С. 464–470.
24. *Zuo J.D., Wang Y.Q., Wu K., Zhang J.Y., Liu G., Sun J.* Phase tailoring of Ta films via buffer layer-thicknesses controlling // *Scripta Mater.* 2022. V. 212. P. 114582.
25. *Magnuson M., Greczynski G., Eriksson F., Hultman L., Högborg H.* Electronic Structure of b-Ta Films from X-ray Photoelectron Spectroscopy and First-principles Calculations // *Appl. Surf. Sci.* 2019. V. 470. P. 607–612.
26. *Ellis Elizabeth A.I., Chmielus M., Baker Shefford P.* Effect of sputter pressure on Ta thin films: Beta phase formation, texture, and stresses // *Acta Mater.* 2018. V. 150. P. 317–326.
27. *Никитин С.А.* Магнитные свойства редкоземельных металлов и их сплавов. М.: Изд-во МГУ, 1989. 248 с.
28. *Белов К.П., Катаев Г.И., Левитин Р.З., Никитин С.А., Соколов В.И.* Гигантская магнитострикция // *УФН.* 1983. Т. 140. № 2. С. 271–313.
29. *Lee E.W., Alberts L.* The Magnetostriction of Dysprosium Metal // *Proc. Phys. Soc.* 1962. V. 79. P. 977–980.
30. *Legvold S., Alstad J., and Rhyne J.* Giant magnetostriction in dysprosium and holmium single crystals // *Phys. Rev. Lett.* 1963. V. 10. P. 509–511.
31. *Samudrala G.K., Tsoi G.M., Weir S.T., Vohra Y.K.* Magnetic ordering temperatures in rare earth metal dysprosium under ultrahigh pressures // *High Pressure Research: An International J.* 2014. V. 34. P. 266–272.
32. *Greenough R.D., Isci C., Palmer S.B.* The influence of internal strain on the neel temperature of rare earth metals // *Physica.* 1977. V. 86–88B. P. 61–62.
33. *Yoshida H., Abe S., Kaneko T. and Kamigaki K.* Pressure effect on the Neel temperature of GdCu, GdAg, TbCu and TbAg // *JMMM.* 1987. V. 70. P. 275–276.
34. *Dumesnil K., Dufour C., Mangin P., Marchal G., Hennion M.* Magnetoelastic and Exchange Contributions to the Helical-Ferromagnetic Transition in Dysprosium Epitaxial Films // *Europhys. Lett.* 1995. V. 31. P. 43–48.