05,13

Влияние толщины и легирования вольфрамом антиферромагнитных слоев Cr−Mn на микроструктуру и гистерезисные свойства пленок типа Cr−Mn/FM (FM = Fe, $Fe_{20}Ni_{80}$, $Fe_{10}Co_{90}$, $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$)

© А.А. Фещенко[1], М.Е. Москалев[1], А.А. Юшков[1], С.В. Семенова[1], В.Н. Лепаловский[1]
Е.А. Кравцов[1,2] В.О. Васьковский[1,2]

[1] Уральский федеральный университет,
Екатеринбург, Россия
[2] Институт физики металлов УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

E-mail: a.a.feshchenko@urfu.ru

Поступила в Редакцию 6 марта 2025 г.
В окончательной редакции 6 марта 2025 г.
Принята к публикации 5 мая 2025 г.

Определены закономерности изменения коэрцитивной силы и поля обменного смещения ряда железосодержащих ферромагнитных слоев FM = Fe, $Fe_{20}Ni_{80}$, $Fe_{10}Co_{90}$, $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$ в составе пленок типа $Cr_{70}Mn_{30}/FM$ при варьировании толщины антиферромагнитного слоя $Cr_{70}Mn_{30}$ и легировании его W. Дана интерпретация полученных результатов, исходящая из низкой стабильности магнитного состояния кристаллитов, составляющих антиферромагнитный слой. Показано, что она может быть повышена за счет роста объема кристаллитов при увеличении толщины антиферромагнитного слоя. При этом конечный результат во многом зависит от специфики межслойного обменного взаимодействия между антиферромагнитным слоем и ферромагнитными слоями различного состава. Найдено также, что введение W ослабляет магнитную анизотропию антиферромагнитного слоя Cr−Mn, но положительно сказывается на воспроизводимости гистерезисных свойств пленочных композитов.

Ключевые слова: антиферромагнетик, ферромагнетик, слоистость, состав, легирование, текстура, толщина, температура, коэрцитивная сила, обменное смещение.

DOI: 10.61011/FTT.2025.06.60962.19HH-25

1. Введение

Пленочные структуры типа ферромагнетик/антиферромагнетик относятся к числу современных функциональных сред, востребованных в сферах сенсорики и спинтроники [1,2]. В такие структурах антиферромагнетик служит источником обменного закрепления магнитного момента в прилежащем ферромагнитном слое, то есть стабилизации его однородно намагниченного состояния. Оно проявляется в виде сдвига петли гистерезиса по оси магнитного поля на величину H_{ex}, называемую полем обменного смещения [3,4]. При этом важно, чтобы данный эффект сохранялся в широком диапазоне температур, включающем комнатную температуру, а вещество обладало высоким удельным электросопротивлением, когда речь идет о магниторезистивных преобразователях, и хорошей коррозионной стойкостью [5,6]. Ярким примером антиферромагнетиков, удовлетворяющих указанным требованиям, являются сплавы Mn с рядом металлов платиновой группы, в частности система Ir−Mn [7,8]. Однако высокозатратная экономика этих сплавов стимулирует поиск альтернативных вариантов пленочных структур на основе антиферромагнетиков с высокой температурой Нееля. К числу таких антиферромагнетиков, в частности, относятся сплавы системы Cr−Mn, в которых температура Нееля может превышать 600 K [9,10]. Вместе с тем исследования, выполненные ранее на многослойных пленка, включающих слои Cr−Mn, указывают на слабую магнитную анизотропию данного материала [11–15]. Это накладывает серьезное ограничение на использование его в пленочных средах с обменным смещением, так как оно предполагает наличие значительной устойчивости вектора антиферромагнетизма закрепляющего слоя по отношению к опрокидывающему действию со стороны обменносвязанного с ним ферромагнитного слоя. Как правило, антиферромагнитный слой в многослойных пленках, полученных ионным распылением, имеет поликристаллическую микроструктуру, в которой устойчивость магнитного состояния индивидуальна для каждого кристаллита и определяется величиной его энергии магнитной анизотропии [16]:

$$\varepsilon_a = K_a \cdot V, \tag{1}$$

где K_a — константа кристаллической магнитной анизотропии, а V — объем кристаллита.

Таким образом, усилить устойчивость антиферромагнитных кристаллитов, то есть повысить ε_a можно за счет увеличения объема кристаллитов или изменяя константу анизотропии, например, путем легирования. Последнее, согласно литературным данным [17–19],

достаточно эффективно при допировании бинарного сплава Pt, а также дает положительный эффект при использовании в качестве легирующих добавок Cu, Pd, Rh, Ir [20]. Целью данной работы являлось изучение влияния обоих факторов на структуру и гистерезисные свойства пленочных систем типа Cr−Mn/FM, являющихся индикаторами магнитной устойчивости антиферромагнитного слоя. Для ее достижения варьировалась толщина антиферромагнитного слоя, с которой, как правило, связан объем кристаллитов, и осуществлялось легирование пленок Cr−Mn вольфрамом. Последний экономически более привлекателен по сравнению с металлами платиновой группы, и в то же время по данным [21,22] может усиливать кристаллическую анизотропию сплавов 3d-металлов. Кроме того, в круг варьируемых факторов была добавлена структурная характеристика ферромагнитного (ФМ, FM) слоя. Для этого использовался следующий набор ФМ материалов: Fe, обладающее ОЦК-кристаллической решеткой; сплавы $Fe_{20}Ni_{80}$ и $Fe_{10}Co_{90}$ с ГЦК-кристаллической решеткой; аморфный сплав $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$.

2. Методика эксперимента

Эксперимент выполнен на пленках со следующей слоистой структурой:

glass/Ta(5)/$Cr_{70}Mn_{30}(L)/FM(10)$/Ta(5),
glass/Ta(5)/$Cr_{70}Mn_{30}(L)$/Ta(5),
glass/Ta(5)/$(Cr_{70}Mn_{30})_{100-x}W_x(L)/Fe_{20}Ni_{80}(10)$/Ta(5),
glass/Ta/$(Cr_{70}Mn_{30})_{100-x}W_x(L)$/Ta(5).

В приведенных структурных формулах в скобках указаны толщины слоев в нанометрах, в том числе и ее варьируемое значение L. Для получения образцов применялся метод магнетронного распыления, реализованный на установке AJA ATC Orion-8. Давление остаточных газов в вакуумной камере установки не превышало $5 \cdot 10^{-7}$ mm Hg. Процесс распыления металлов осуществлялся в атмосфере Ar (99.999%) при давлении $2 \cdot 10^{-3}$ mm Hg. Подложками служили покровные стекла Corning размерами $25 \times 25 \times 0.2\,\mathrm{mm}^3$ или кристаллы NaCl площадью $5 \times 5\,\mathrm{mm}^2$. Держатель подложек находился под высокочастотным электрическим смещением мощностью 14 W, а в его плоскости присутствовало постоянное однородное магнитное поле напряженностью 250 Oe (технологическое поле). Формирование слоистых составляющих пленочных структур в большинстве случаев осуществлялось с использованием сплавных мишеней. Исключение составили слои $Cr_{70}Mn_{30}$ и $(Cr_{70}Mn_{30})_{100-x}W_x(L)$, которые осаждались в режиме сораспыления однокомпонентных мишеней.

Для контроля химического состава пленок использовался рентгенофлуоресцентный спектрометр Nanohunter. Для определения общей толщины многослойных пленок использовался стилусный профилометр Dektak 150. Парциальные толщины слоев задавались расчетным путем по времени и заранее установленным скоростям осаждения различных материалов. Аттестация кристаллической структуры исследуемых пленок проводилась на рентгеновском дифрактометр PANalytical Empyrean series 2 в излучении CoK_a, а также на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JAM-2100 при ускоряющем напряжении 200 kV. Магнитные свойства образцов измерялись с помощью Керр-магнитометра EvicoMagnetics и вибромагнитометра LakeShore.

3. Свойства пленок системы $Cr_{70}Mn_{30}/FM$ с варьируемой толщиной антиферромагнитного слоя

Ранее в нашей работе [12] было установлено, что эффект обменного смещения в пленках, содержащих слои сплава Cr−Mn, наблюдается при концентрации Mn в диапазоне от 20 до 40 at.%. С учетом этого данное исследование выполнено с использованием композиции $Cr_{70}Mn_{30}$. На рис. 1 представлены зависимости коэрцитивной силы H_c и поля обменного смещения H_{ex} от толщины антиферромагнитного слоя указанного состава. Они определены из магнитооптических петель гистерезиса, имеющих вид близкий к прямоугольному, как полуширина петель и поле смещения центров петель по оси магнитного поля, соответственно. По этим характеристикам образцы с разными ФМ слоями можно условно разбить на две группы. Пленкам первой группы ($FM = Fe_{20}Ni_{80}$, Fe) свойственен почти пороговый характер зависимости $H_{\mathrm{ex}}(L)$, представляющий собой резкое увеличение поля обменного смещения в области толщин, превышающих некоторое критическое значение L_c (рис. 1, a, b). В области L_c наблюдается и быстрое нарастание коэрцитивной силы. Это типичная ситуация для сред с обменным смещением [13]. Она отражает факт роста с толщиной антиферромагнитных кристаллитов и одновременно свидетельствует о дисперсии в их размерах. По нашим данным, полученным на электронном микроскопе на тестовых образцах, не содержащих ФМ слоя, для пленок Cr−Mn характерна столбчатая микроструктура. При этом основания столбчатых образований параллельны плоскости подложки и имеют средний диаметр 35−40 nm, практически не зависящий от толщины слоев (по крайней мере, до $L \sim 100$ nm). Таким образом, увеличение толщины антиферромагнитных слоев приводит к росту объема кристаллитов, который практически пропорционален L. Возвращаясь к описанию зависимостей $H_{\mathrm{ex}}(L)$ и $H_c(L)$, можно полагать, что при $L > L_c$ значительная часть антиферромагнитных кристаллитов достигает объема, обеспечивающего им стабильность в условиях перемагничивания ферромагнитного слоя (см. формулу (1)). Они и формируют обменное смещение. Кристаллиты меньшего размера не обладают такой устойчивостью и переключаются вместе с ферромагнитным слоем, но затрудняют процесс его перемагничивания и, соответственно, повышают коэрцитивную силу. Именно этим объясняется наблюдающееся

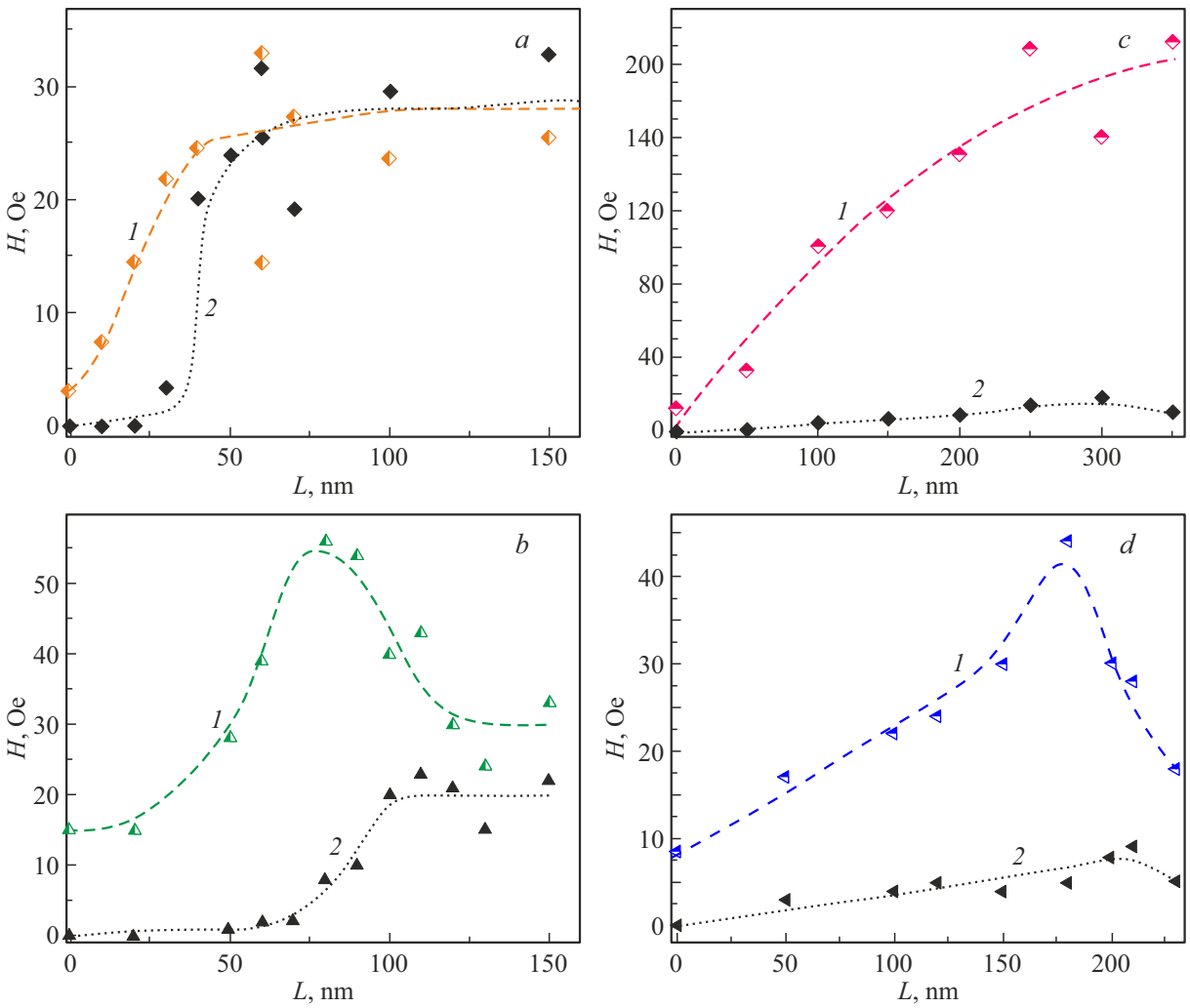

Рис. 1. Зависимости коэрцитивной силы H_c (кривые *1*) и поля обменного смещения H_{ex} (кривые *2*) от толщины L слоя Cr–Mn для пленок с различным ферромагнитными слоями: $Fe_{20}Ni_{80}$ (*a*), Fe (*b*), $Fe_{10}Co_{90}$ (*c*), $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$ (*d*).

большое различие в величинах коэрцитивной силы свободных пленок исследуемых составов H_c^* и аналогичных слоев в пленочных композитах H_c (см. таблицу).

Из графиков, представленных на рис. 1, также следует, что L_c для пленок, содержащих слои Fe, вдвое больше, чем для пленок со слоями пермаллоя. Этот факт можно трактовать как отражение более сильного обменного взаимодействия на интерфейсе Cr–Mn/Fe, чем на Cr–Mn/$Fe_{20}Ni_{80}$. Оно вовлекает в процесс переключения значительно более крупные антиферромагнитные кристаллиты, чем это имеет место в случае со слоем пермаллоя. Стабилизация магнитного состояния антиферромагнитных кристаллитов происходит при относительно большем объеме, что и приводит к сдвигу зависимости $H_{ex}(L)$ в сторону больших толщин. Наряду с этим взаимодействие с большими, но еще не стабильными кристаллитами является причиной сравнительно большой коэрцитивной силы слоев Fe в области L_c.

Оценку эффективности межслойной связи можно сделать по величине поля обменного смещения H_{ex} с использованием известного соотношения [23]

$$K_e = M_s \cdot H_{ex} \cdot l, \tag{2}$$

где K_e — константа связи, M_s и l — спонтанная намагниченность и толщина ферромагнитного слоя соответственно. Результаты такой оценки, полученные с использованием табличных значений спонтанной намагниченности соответствующих сплавов и величины $l = 10$ nm, приведены в таблице. Как видно, они подтверждают высказанное выше суждение о большей эффективности обменной связи антиферромагнитного слоя Cr–Mn именно со слоем Fe. Возможно, в этом проявляется более „жесткий“ магнетизм Fe по сравнению с пермаллоем. Не исключено также, что определенную роль играет сродство кристаллических структур ферромагнитного и антиферромагнитного слоев. В варианте Cr–Mn/Fe оба слоя характеризуются ОЦК-решеткой с близкими параметрами.

Ко второй группе можно отнести пленки с ферромагнитными слоями $Fe_{10}Co_{90}$ и $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$, для ко-

Свойства ферромагнитных сплавов в массивном (a, M_s) и пленочном (H_c^*) состояниях. Характеристики эффекта обменного смещения $(H_c,\ H_{\text{ex}},\ K_e,\ T_b)$ пленочных структур типа $Cr_{70}Mn_{30}/FM$

FM	Features			
	Fe	$Fe_{20}Ni_{80}$	$Fe_{10}Co_{90}$	$Fe_{60}Co_{20}B_{20}$
Type of structure	bcc	fcc	fcc	amorphous
a, nm	0.286	0.355	0.356	–
Ms, Гс	1710	810	1500	1200
H_c^*, Oe (film)	15	1	12	3
H_c, Oe (composite)	55	25	170	40
H_{ex}, Oe	20	23	17	9
K_e, erg/cm^3	0.035	0.02	0.025	0.01
T_b, K	540	510	560	600

торых характерны более плавное изменение величины поля обменного смещения в широком интервале L и меньший максимальный уровень H_{ex}. В логике, представленной выше, можно предположить, что на интерфейсе $Cr-Mn/Fe_{10}Co_{90}$ обменная связь еще более сильная, чем в случаях, рассмотренных выше. Она вовлекает в число переключаемых антиферромагнитные кристаллиты еще большего объема. Поэтому основной эффект от межслойного взаимодействия выливается в рост коэрцитивной силы, а поле обменного смещения оказывается невелико, так как его формирует относительно небольшое число самых крупных кристаллитов.

Изложенную качественную трактовку результатов можно перефразировать, если представить площадь межслойного контакта как сумму двух слагаемых $S = s_c + s_e$, первое из которых обеспечивается относительно малыми кристаллитами и отвечает за гистерезис, а второе, образуемое более крупными кристаллитами, отвечает за обменное смещение. Соотношение между s_c и s_e, зависит от устойчивости антиферромагнитных кристаллитов и от эффективности межслойного обменного взаимодействия. Увеличение константы анизотропии и объема антиферромагнитных кристаллитов ведут к росту s_e, а усиление межслойного обмена — к росту s_c. Баланс между этими величинами влияет на соотношение между H_c и H_{ex}, но не определяет их уровень исчерпывающим образом. Он в большой мере зависит и от энергетических затрат со стороны внешнего магнитного поля на образование межслойного магнитного интерфейса. Изложенные обстоятельства можно резюмировать, детализировав содержание константы связи в форме $K_e = \lambda s_e / S$, где λ — параметр межслойного обмена. Тогда изменение состава ферромагнитных слоев функционально представляется как варьирование и λ и s_e. Отсюда следует, что K_e является обобщающей величиной, и его относительно небольшое значение для слоя $Fe_{10}Co_{90}$ (см. таблицу) не противоречит тезису о наиболее сильном межслойном обмене, реализующемся с его участием. Отметим также, что ферромагнетик $Fe_{10}Co_{90}$ имеет кристаллическую решетку близкую к решетке пермаллоя и, соответственно, отличающуюся от решетки $Cr-Mn$. Поэтому положительная роль сродства кристаллических решеток антиферромагнитного и ферромагнитного слоев, на которую указывалось выше, может состоять в увеличении площади s_e, а собственно межслойное обменное взаимодействие, описываемое λ, в первую очередь, зависит от элементного состава сопрягающихся слоев.

Другой представитель второй группы — композит с аморфным ферромагнетиком $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$ — демонстрирует сходную с $Cr-Mn/Fe_{10}Co_{90}$ зависимость $H_{\text{ex}}(L)$, но максимальные значения поля обменного смещения и коэрцитивной силы для него ниже (см. рис. 1, c и таблицу). Этим фактам затруднительно дать однозначную трактовку. С одной стороны, понижение уровня гистерезисных свойств можно связать с тем, что добавление к ферромагнитной композиции $Fe-Co$ значительной части бора ослабляет межслойное обменное взаимодействие (уменьшает параметр λ). Но этому несколько противоречит монотонное увеличение H_{ex} в столь же широком диапазоне L, как и в случае со слоем $Fe_{10}Co_{90}$. С другой стороны, аморфный характер структуры, по-видимому, неблагоприятен для эффективного магнитного контакта между ферромагнитным и антиферромагнитным слоями. Это может быть причиной уменьшения общего количества антиферромагнитных кристаллитов, участвующих в формировании гистерезисных свойств ферромагнитного слоя, то есть имеет место уменьшение и s_c и s_e.

Пороговые зависимости $H_{\text{ex}}(L)$, наблюдающиеся для $FM = Fe_{20}Ni_{80}$, Fe можно также использовать для оценки константы анизотропии антиферромагнитного слоя, исходя из соотношения

$$K_a \cdot V_e = K_e \cdot s_e, \tag{3}$$

где $V_e = L_c \cdot s_e$. Значения K_a, определенные по (3), для структур с ферромагнитными слоями Fe и $Fe_{20}Ni_{80}$ оказались близкими и составили около $6 \cdot 10^4$ erg/cm^3. Заметим, что полученная величина близка к той, которая в работе [15] была найдена по так называемому Йорк-протоколу [24] — $4 \cdot 10^4$ erg/cm^3. Таким образом, можно достаточно обоснованно констатировать, что $Cr-Mn$ является низкоанизотропным антиферромагнетиком и по этому свойству существенно уступает $Ir-Mn$, для которого $K_a \sim 5 \cdot 10^6$ erg/cm^3 [25] и который нашел техническое применение в спиновых клапанах.

На рис. 2 представлены зависимости гистерезисных свойств от температуры T пленочных структур с различными ферромагнитными слоями, полученные из магнитометрических петель гистерезиса. Выбранные образцы отличались по толщине антиферромагнитного слоя, которая в каждом случае соответствовала наибольшей величине поля H_{ex}, предварительно определенной

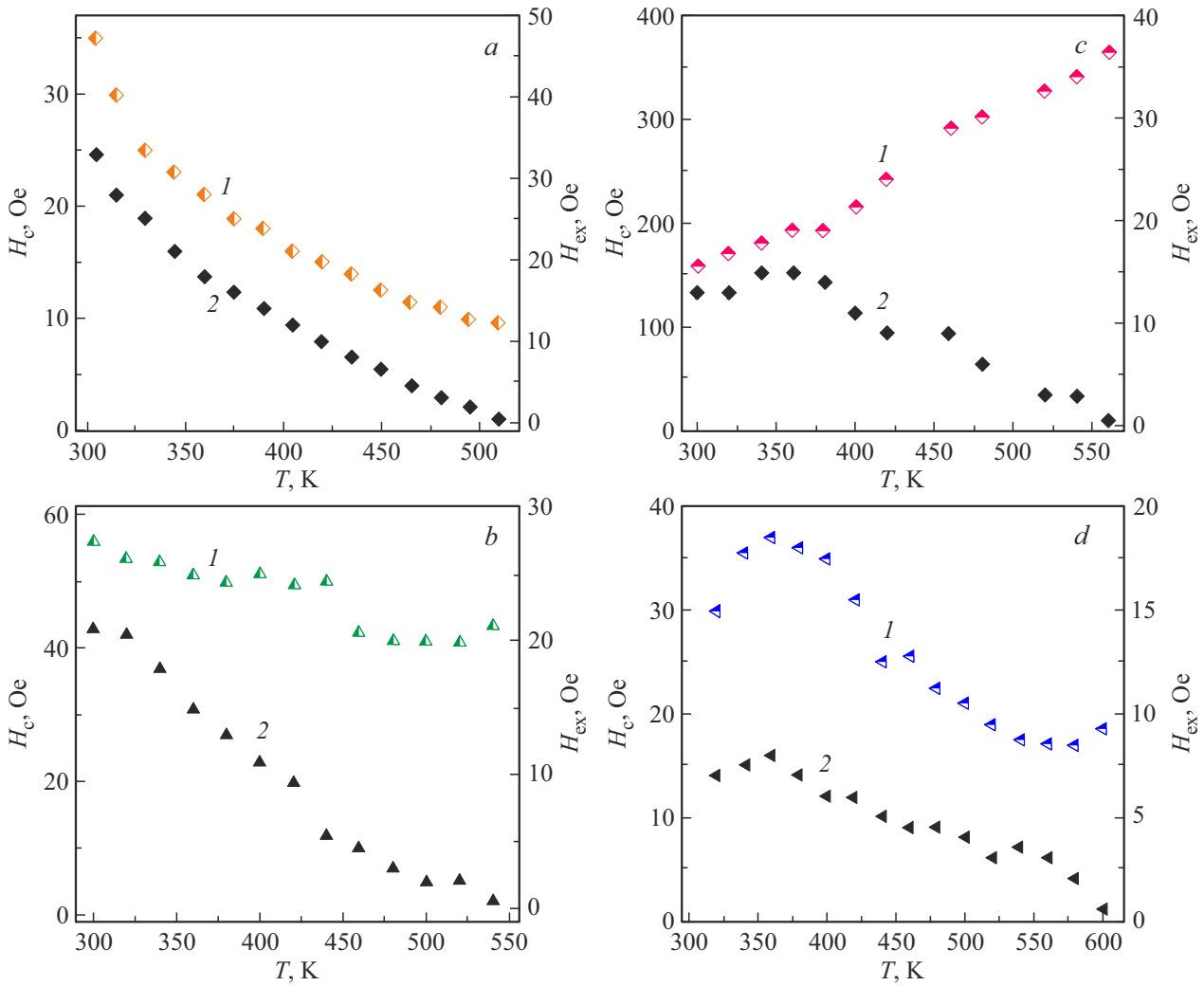

Рис. 2. Температурные зависимости коэрцитивной силы H_c (кривые *1*) и поля обменного смещения H_{ex} (кривые *2*) для пленок с различными ферромагнитными слоями: *a* — $Fe_{20}Ni_{80}$ ($L = 50$ nm); *b* — Fe ($L = 100$ nm); *c* — $Fe_{10}Co_{90}$ ($L = 300$ nm); *d* — $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$ ($L = 210$ nm).

при комнатной температуре. Приведенные данные демонстрируют общую тенденцию для пленок со всеми ФМ слоями, состоящую в уменьшении поля обменного смещения с увеличением T (рис. 2, кривые *2*). Она, прежде всего, отражает изменение соотношения между энергией магнитной анизотропии антиферромагнитных кристаллитов и энергией тепловых флуктуаций их вектора антиферромагнетизма. Значения температуры блокировки T_b, при которой смещение петель гистерезиса исчезает, хотя и попадают в относительно небольшой интервал 500–600 K (см. таблицу), но все же заметно отличаются. Причем в этом различии можно усмотреть определенную закономерность: наименьшее T_b у образца со слоем пермаллоя, среднее — со слоем Fe и большие для пленок с Co-содержащими слоями. Аналогичным образом соотносятся толщины антиферромагнитных слоев в данных образцах, с которыми связан средний размер антиферромагнитных кристаллитов. Отсюда можно сделать естественное заключение о том, что большие по размеру кристаллиты обеспечивают большую устойчивость своего магнитного состояния по отношению к тепловым флуктуациям и, соответственно, большую T_b.

Более специфично выглядят температурные зависимости коэрцитивной силы в пленках с разными ферромагнитными слоями (рис. 2, кривые *1*), демонстрируя и снижение ($FM = Fe_{20}Ni_{80}$), и немонотонное изменение ($FM = Fe_{10}Co_{90}$, $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$), и рост H_c при увеличении T. Два крайних случая можно трактовать следующим образом. При участии в межслойном взаимодействии крупных кристаллитов и достаточно сильной обменной связи (λ), как это имеет место для $FM = Fe_{10}Co_{90}$, часть из них с увеличением температуры переходит из разряда обеспечивающих обменное смещения в разряд влияющих на коэрцитивную силу, то есть происходит перераспределение $s_e \to s_c$. В итоге в рамках заданных условий испытания ($T < 650$ K) реализуются аномально высокий уровень коэрцитивной силы и зависимость $H_c(T)$ возрастающего характера.

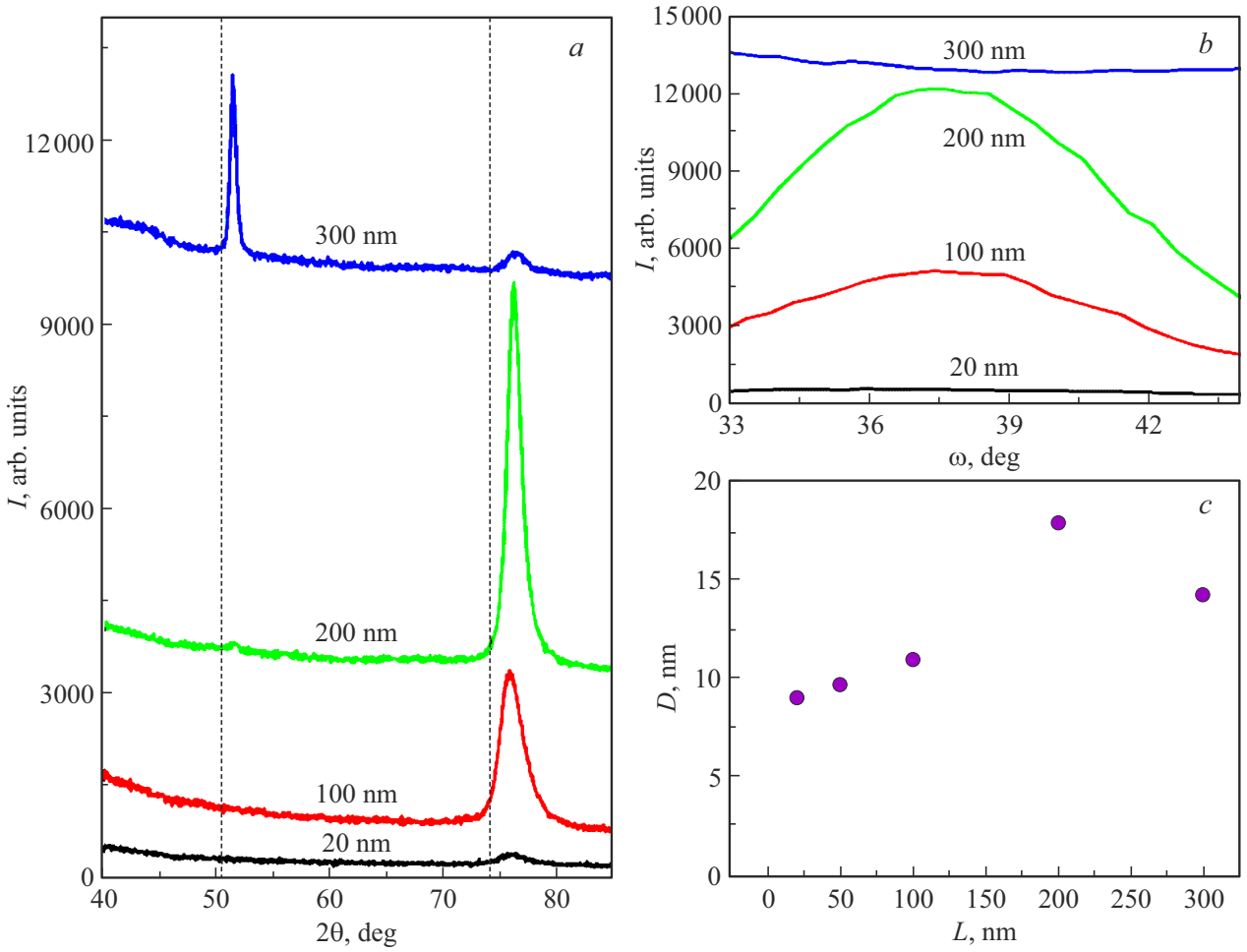

Рис. 3. *a* — Дифрактограммы пленок Ta/$Cr_{70}Mn_{30}(L)$/Ta с различной толщиной L слоя Cr–Mn. *b* — Кривые качания дифракционных линий вблизи угла дифракции $2\theta = 75.50^\circ$. *c* — Зависимость среднего диаметра кристаллитов, определенного по формуле Шерера, от толщины слоя Cr–Mn.

Если же антиферромагнитные кристаллиты малы и межслойный обмен относительно слаб ($FM = Fe_{20}Ni_{80}$), то переход $s_e \to s_c$ происходит при одновременном эффективном уменьшении s_c, и $H_c(T)$ имеет убывающий характер. Для образцов с двумя другими ФМ слоями, по-видимому, складывается промежуточная ситуация, определяемая соотношением энергий анизотропии антиферромагнитных кристаллитов и межслойного обмена. Температурное изменение их баланса может быть причиной немонотонности $H_c(T)$. При этом нельзя исключать увеличение среднего размера кристаллитов при достаточно сильном нагреве и наличие высокотемпературной межслойной диффузии, которые могут проявляться по-разному в зависимости от конкретного сочетания слоев [26].

Как следует из данных, приведенных выше, толщина антиферромагнитного слоя играет важную роль в формировании эффекта обменного смещения. Вышеприведенный анализ основан на том, что эта связь обусловлена толщинной зависимостью параметров микроструктуры, в частности размера и текстурированности кристаллитов. Для обоснования этого положения был выполнен рентгеноструктурный анализ и выборочное изучение пленок типа glass/Ta/$Cr_{70}Mn_{30}(L)$/Ta с помощью электронного микроскопа. Эти образцы не содержали ферромагнитных слоев из-за стремления упростить интерпретацию результатов дифрактометрии. Основываясь на имеющемся опыте, можно также констатировать, что слои Ta в силу своей малой толщины и, по-видимому, аморфного состояния не дают сколько-нибудь заметного вклада в дифракционную картину подобных пленок.

На рис. 3, *a* представлены дифрактограммы пленок, с разным L. Они показывают, что во всех исследованных образцах реализуется кристаллическая структура, близкая к структуре α-Cr. При этом отсутствие полного набора соответствующих дифракционных линий является указанием на кристаллическую текстуру. Измерение „кривых качания“ или так называемых ω-сканов (см. рис. 3, *b*), позволяющих достоверно установить факт текстурированности, в целом подтвердило наличие текстуры типа (200) в диапазоне толщин $20 < L \leq 250$ nm.

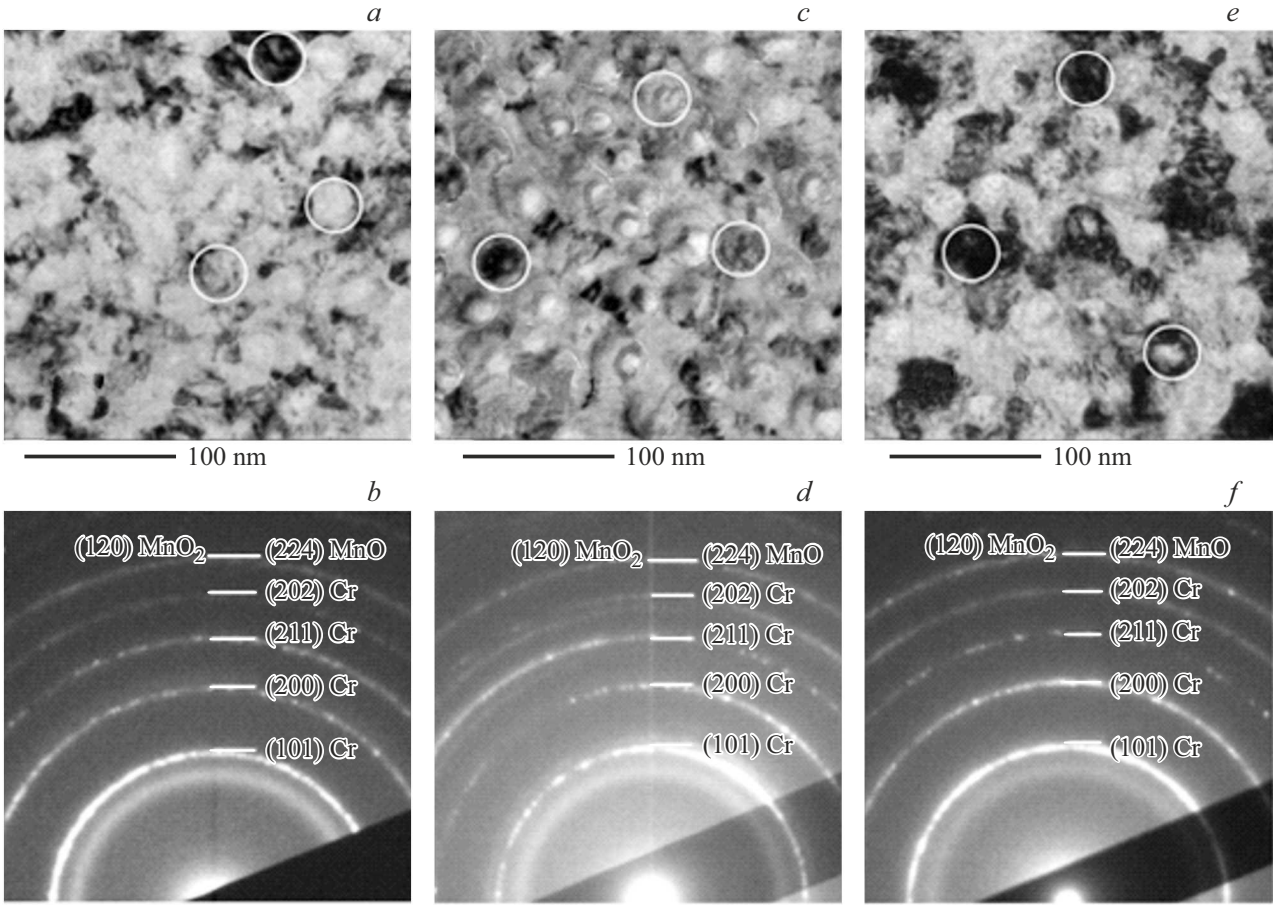

Рис. 4. ПЭМ-фотографии (a, c, e) и электронограммы (b, d, f) пленок $Ta/Cr_{70}Mn_{30}(L)/Ta$ с $L = 20\,nm$ (a, b) и $L = 50\,nm$ (e, f), а также пленки $Ta/Cr_{70}Mn_{30}(20)/Fe_{20}Ni_{80}/Ta$ (c, d). Белыми окружностями обозначены типичные элементы структуры, являющиеся отдельными кристаллами.

В то же время в образце толщиной $L = 300\,nm$ выраженной текстуры зафиксировано не было, что, вероятно, связано с нарушением регулярности столбчатой микроструктуры в пленках большой толщины. Факт определенной текстурированности пленок системы Cr–Mn сам по себе примечателен, но, как показано ранее в наших работах [12,14], определяющего значения для формирования обменного смещения не имеет.

Иное дело объем кристаллитов, от которого, как отмечалось выше, зависит их магнитная устойчивость. Результаты соответствующей оценки среднего размера кристаллитов D в пленках Cr–Mn, выполненной по формуле Шеррера [27] представлены на рис. 3, *c*. Сама по себе абсолютная величина D весьма условна, так как определяется по уширению дифракционных линий, являющихся обобщенной характеристикой структурного несовершенства поликристаллических объектов. Более адекватной характеристикой можно считать тенденцию в изменении D, которая однозначно указывает на увеличение размера кристаллитов с толщиной и, таким образом, подтверждает правомерность использование данного фактора при интерпретации гистерезисных свойств исследуемых пленочных структур.

Более детальные сведения о микроструктуре пленок Cr–Mn были получены с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), образцы для которой осаждались на растворимые подложки (NaCl). По данным ПЭМ пленки $Ta/Cr_{70}Mn_{30}/Ta$ имеют морфологию сплошного островкового замощения (рис. 4). Границы ограненных островков (выделены белыми окружностями) неплохо различимы на представленных снимках, а переменный контраст по сечению может свидетельствовать об их рельефности. Размер этих образований совпадает с размером кристаллитов и практически не зависит от толщины слоев Cr–Mn и наличия ферромагнитного слоя (сравни рис. 4, *a* и 4, *c*), что косвенно подтверждает столбчатый характер микроструктуры. Средний размер кристаллитов, оцененный по представленным фотографиям, составил около 40 nm. Анализ соответствующих электронограмм подтверждает данные рентгеновской дифрактометрии о преобладании в пленках фазы, идентифицируемой как α-Cr, и позволяет классифицировать бинарную композицию $Cr_{70}Mn_{30}$ как твердый раствор. В то же время на электронограммах присутствуют дополнительные рефлексы, указывающие на наличие в образцах некоторого количества оксидов MnO и MnO_2.

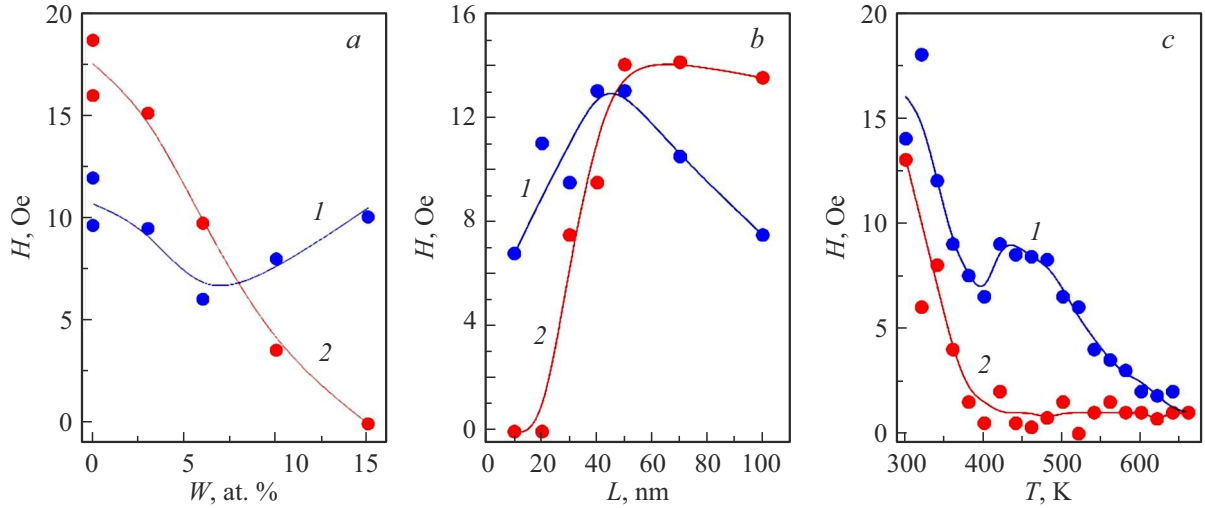

Рис. 5. Зависимости коэрцитивной силы (кривая *1*) и поля обменного смещения (кривая *2*) от концентрации W в пленках $(Cr_{70}Mn_{30})_{100-x}W_x(50\,nm)/Fe_{20}Ni_{80}$ (*a*), от толщины антиферромагнитного слоя в пленках $(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5(L)/Fe_{20}Ni_{80}$ (*b*), полученные при температуре 300 K, и от температуры в пленках $(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5(50\,m)/Fe_{20}Ni_{80}$ (*c*).

Судя по относительной интенсивности линий, их содержание невелико. Не исключено, что и возникли они в ходе ПЭМ-исследования, так как на рентгеновских дифрактограммах их присутствие не идентифицируется.

4. Свойства пленок системы $(Cr_{70}Mn_{30})_{100-x}W_x/Fe_{20}Ni_{80}$

Как указывалось выше (см. формулу (1)), магнитная устойчивость антиферромагнитных кристаллитов наряду с объемом зависит от константы анизотропии вещества, на которую можно влиять посредством легирования. На рис. 5, *a* представлены зависимости гистерезисных свойств слоя пермаллоя в составе пленочных композитов от концентрации W, которым легируется антиферромагнитный слой $Cr_{70}Mn_{30}$. Как видно, наличие легирующей добавки не способствует усилению закрепляющей способности антиферромагнитных кристаллитов. Напротив, имеет место довольно резкое и почти линейное уменьшение поля обменного смещения по мере увеличения содержания W. Исходя их модели формирования гистерезисных свойств исследуемых композитов, которая изложена в предыдущем разделе, можно заключить, что причинами такого поведения H_{ex} могут быть уменьшение среднего размера кристаллитов, снижение константы магнитной анизотропии антиферромагнетика или ослабление межслойного взаимодействия. Более определенное суждение о роли W позволили сделать целевые эксперименты.

На рис. 6 приведены ПЭМ-фотографии пленок $Ta/(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5$ $(L)/Ta$ двух толщин и соответствующие электронограммы. Из их сравнения с аналогичными данными для нелегированных пленок (см. рис. 4) следует, что введение W вызвало определенные структурные изменения. Они выразились в возникновении значительной структурной корреляции между элементами столбчатой микроструктуры. Об этом свидетельствуют так называемые зонно-осевые картины в виде пересекающихся темных линий, наблюдающихся на ПЭМ-изображениях и идентифицирующихся как изгибные экстинкционные контуры [28]. Соответствующие темнопольные изображения показывают, что легированные пленки представляют собой совокупность псевдомонокристаллических областей, латеральный размер которых в рамках указанных контуров на порядок превышает характерный поперечный размер исходных столбчатых кристаллитов. значительном росте областей когерентного рассеяния свидетельствует и фрагментация дифракционных колец, наблюдающаяся для легированных пленок. Отметим также, что толщина образцов, практически не влияет ни на характер, ни на количественные параметры выявленных элементов микроструктуры (сравним рис. 6, *a* и 6, *c*), по крайней мере, до $L \sim 100\,nm$.

Обнаруженные особенности в структурообразовании пленок Cr–Mn–W могут представлять самостоятельный интерес, но их изучение выходит за рамки данной работы. В то же время для понимания механизма формирования обменного смещения они, по-видимому, прямого значения не имеют. Но обращает на себя внимание субструктура псевдомонокристаллитов. Она близка к той, которая наблюдалась в нелегированных пленках, не имеющих зонно-осевой морфологии (сравним фото на рис. 4 и рис. 6). Отсюда можно заключить, что столбчатость микроструктуры, которая, возможно, проявляется и через соответствующий рельеф поверхности, при легировании сохраняется и имеет близкие размерные характеристики. Представляется, что магнитная стабильность именно этих образований и влияет на величину поля обменного смещения. В противном случае резкое укрупнение активных структурных элементов антиферромагнетика должно было бы приводить к соответству-

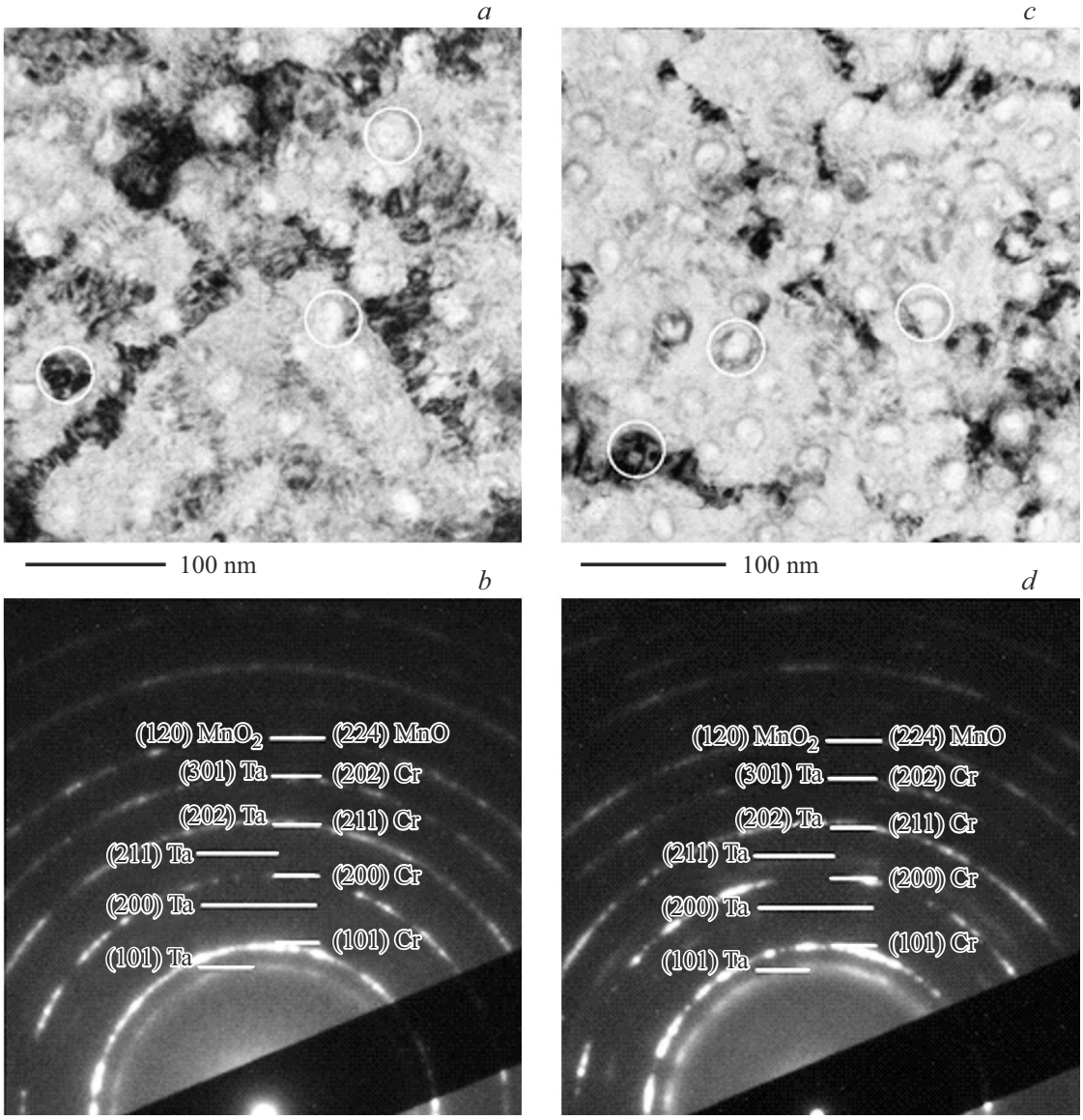

Рис. 6. ПЭМ-фотографии (a, c) и электронограммы (b, d) пленок $Ta/(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5(L)/Ta$ с $L = 20$ nm (a, b) и $L = 50$ nm (c, d). Белыми окружностями обозначены типичные элементы структуры, являющиеся отдельными кристаллами.

ющему увеличению H_{ex}. Так или иначе, но отсутствие уменьшения в размере кристаллитов исключают данный фактор из числа объясняющих наблюдающееся на опыте снижение H_{ex} при легировании.

Другим фактором, подлежащим анализу, является магнитная анизотропия. Ее количественное описание в случае антиферромагнетиков является непростой задачей. Не решая ее напрямую, определенный вывод об изменениях в константе анизотропии при легировании можно сделать на основе сравнения толщинных зависимостей гистерезисных свойств композитов, имеющих одинаковые ферромагнитные слои. На рис. 5, b приведены зависимости $H_{ex}(L)$ и $H_c(L)$ для пленок $Ta/(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5(L)/Fe_{20}Ni_{80}(10)/Ta$. Как видно, изменение поля обменного смещения имеет характер близкий к пороговому, а коэрцитивная сила в области резкого изменения H_{ex} проходит через максимум. Как отмечалось выше, такие зависимости типичны для ферро-/антиферромагнитных композитов и подобны тем, которые показаны на рис. 1, a для пленок $Ta/(Cr_{70}Mn_{30}(L)/Fe_{20}Ni_{80}(10)/Ta$ с нелегированным ФМ слоями. Но между ними есть очевидные количественные различия. С одной стороны, 5% легирование привело к сдвигу толщины L_c в область меньших значений (с 40 до 30 nm). Принимая во внимание отсутствие существенных различий в параметрах структурных элементов, обеспечивающих обменное смещение в образцах разных серий и апеллируя к формуле (1), можно истолковать этот результат как следствие увеличения константы магнитной анизотропии при добавлении W. Однако, с другой стороны, характерные значения и поля обменного смещения и коэрцитивной силы в

образцах, содержащих слои Cr−Mn−W, заметно ниже, что находится в некотором противоречии с тезисом об усилении магнитной анизотропии антиферромагнетика. Для его разрешения нужно предположить, что легирование ведет к ослаблению межслойного обменного взаимодействия (λ) и соответственно энергетических затрат со стороны магнитного поля на образование магнитных интерфейсов (K_e). Оценки, выполненные по формулам (2) и (3), дают значения $0.012\,\mathrm{erg/cm^2}$ и $5\cdot10^{-4}\,\mathrm{erg/cm^3}$ для величин K_e и K_a соответственно. Их сравнение с аналогичными параметрами нелегированных пленок показывает, что основной эффект от введения W состоит не увеличении, как исходно полагалось, константы магнитной анизотропии, а, скорее всего, в ее уменьшении. Вероятно, этим объясняется и понижательный тренд в зависимостях $H_{\mathrm{ex}}(x)$ и $H_c(x)$ на начальном этапе легирования (см. рис. 5, *a*). Подъем, который испытывает H_c при $x > 5\%$, по-видимому, отражает изменения в микроструктуре антиферромагнитных слоев, обсуждавшиеся выше. Следует также отметить, что обсуждаемые зависимости в пленках с легированным антиферромагнитным слоем отличаются большей регулярностью и воспроизводимостью, что может быть следствием сдвига эффекта обменного смещения в область меньших размеров антиферромагнитных кристаллитов, более стабильно воспроизводящихся в рамках использованной технологии.

На рис. 5, *c* приведены также температурные зависимости гистерезисных свойств W-содержащей пленки $(Cr_{70}Mn_{30})_{95}W_5(50)/Fe_{20}Ni_{80}$. Сравнивая их со свойствами образца без W (см. рис. 2), можно констатировать, что легирование привело к значительному уменьшению температуры блокировки T_b и некоторой модификации зависимости $H_c(T)$. На последней в области T_b отчетливо проявился типичный для ферро-/антиферромагнитных сред максимум, тогда как на нелегированном образце в аналогичной температурной области наблюдался лишь небольшой перегиб. Характерно, что отмеченные особенности реализуются на фоне пониженного уровня гистерезисных параметров и находятся в согласии со сделанным выше заключением об ослаблении магнитной анизотропии антиферромагнитных пленок Cr−Ma при введении W.

5. Заключение

Представленные в работе результаты показывают, что важными характеристиками антиферромагнитной поликристаллической среды, используемой для реализации эффекта обменного смещения, наряду с высокой температурой Нееля является стабильность магнитного состояния ее кристаллитов по отношению к опрокидывающему действию обменносвязанного ферромагнитного слоя. На основе комбинированного исследования микроструктуры и гистерезисных свойств пленок типа $Cr_{70}Mn_{30}/FM$ ($FM = \mathrm{Fe}$, $Fe_{20}Ni_{80}$, $Fe_{10}Co_{90}$, $Fe_{60}Co_{20}B_{20}$) установлено, что указанной устойчивостью кристаллитов исходно низкоанизотропного антиферромагнетика Cr−Mn можно управлять за счет вариации объема кристаллитов, константы магнитной анизотропии материала или эффективности межслойного обмена. Такая вариация осуществляются путем изменения толщины антиферромагнитного слоя легирования его W или подбором материала ФМ слоя, соответственно.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ, проект № FEUZ-2024-0060.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] D. Xiong, Y. Jiang, K. Shi, A. Du, Y. Yao, Z. Guo, W. Zhao. Fundam. Res. **2**, *4*, 522 (2022).
[2] E.V. Gomonay, V.M. Loktev. Low Temp. Phys. **40**, *1*, 17 (2014).
[3] R.L. Stamps. J. Phys. D: Appl. Phys. **33**, *23*, 247 (2000).
[4] K. O'Grady, J. Sinclair, K. Elphick, R. Carpenter, G. Vallejo-Fernandez, M. I.J. Probert, A. Hirohata. J. Appl. Phys. **128**, *4*, 11 (2020).
[5] S. Soeya, H. Hoshiya, R. Arai, M. Fuyama. J. Appl. Phys. **81**, *9*, 6488 (1997).
[6] H. Chen, X. Ling, L. Ruiyu, L. Zicheng, L. Liu, H. Bingyang, L. Gongke, H. Yuling. Adv. Mater. **36**, *14*, 2310379 (2024).
[7] B.H. Rimmler, B. Pal, S.J. Parkin. Nat. Rev. Mater. **10**, 109 (2025).
[8] A. Kohn, A. Kovács, R. Fan, G.J. McIntyre, R.C. Ward, J.P. Goff. Sci. Rep. **3**, *1*, 1 (2013).
[9] A. Hirohata, T. Huminiuc, J. Sinclair, H. Wu, M. Samiepour, G.V. Fernandez, K. O'Grady, J. Balluf, M. Meinert, G. Reiss, E. Simon, S. Khmelevskyi, L. Szunyogh, R.Y. Díaz, U. Nowak, T. Tsuchiya, T. Sugiyama, T. Kubota, K. Takanashi, N. Inami, K. Ono. J. Phys. D: Appl. Phys. **50**, *44*, 443001 (2017).
[10] R. Aidun, S. Arajs, C.A. Moyer. Physica Status Solidi **128**, *1*, 133 (1985).
[11] Y. Hamaguchi, N. Kunitomi. J. Phys. Soc. Jpn. **19**, *10*, 1849 (1964).
[12] В.О. Васьковский, А.А. Фещенко, М.Е. Москалев, В.Н. Лепаловский, Е.А. Кравцов, А.Н. Горьковенко. ЖТФ **93**, *5*, 679 (2023).
[13] В.О. Васьковский, А.А. Быкова, А.Н. Горьковенко, М.Е. Москалев, В.Н. Лепаловский. ЖЭТФ **165**, *5*, 665 (2024).
[14] А.А. Фещенко, М.Е. Москалев, А.Н. Горьковенко, В.Н. Лепаловский, Е.А. Степанова, Е.А. Кравцов, В.О. Васьковский. ФТТ **65**, *6*, 961 (2023).
[15] А.А. Фещенко, М.Е. Москалев, С.В. Северова, А.Н. Горьковенко, В.Н. Лепаловский, Н.В. Селезнева, В.О. Васьковский. Физика металлов и материаловедение. **124**, *9*, 830 (2023).
[16] M.E. Moskalev, A.A. Feshchenco, E.A. Kravtsov, E.V. Kudyukov, A.A. Yushkov, V.N. Lepalovskij, V.O. Vas'kovskiy. J. Magn. Magn. Mater. **596**, 171958 (2024).

[17] R. Yanes, O. Chubykalo-Fesenko, H. Kachkachi, D.A. Garanin, R. Evans, R.W. Chantrell. Phys. Rev. B. **76**, *6*, 064416 (2007).
[18] K. Nishioka, S. Shigematsu, T. Imagawa, S. Narishhige. J. Appl. Phys. **83**, *6*, 3233 (1998).
[19] H. Xia, R.M. White. J. Appl. Phys. **87**, *1*, 410 (2000).
[20] S. Soeya, H. Hoshiya, K. Meguro, H. Fukui. Appl. Phys. Lett. **71**, *23*, 3424 (1997).
[21] S. Soeya, H. Hoshiya, R. Arai, M. Fuyama. J. Appl. Phys. **81**, *9*, 6488 (1997).
[22] A. Kashyap, P. Manchanda, P.K. Sahota, R. Skomski, J.E. Shield, D.J. Sellmyer. IEEE Trans. Magn. **47**, *10*, 3336 (2011).
[23] A.A. Feshchenko, E.A. Stepanova, V.N. Lepalovskij, E.A. Kravtsov, V.O. Vas'kovskiy. AIP Publishing **2313**, *1*, ??? (2020).
[24] Z. Shi, J. Du, S. Zhou. Chin. Phys. B. **23**, *2*, 027503 (2013).
[25] K. O'Grady, L.E. Fernandez-Outon, G. Vallejo-Fernandez. J. Magn. Magn. Mater. **322**, *8*, 883 (2010).
[26] K.Y. Tsai, M.H. Tsai, J.W. Yeh. Acta Mater. **61**, *1*, 4887 (2013).
[27] Д.Г. Камерон, А.Л. Паттерсон. УФН **22**, *8*, 442 (1939).
[28] V.Y. Kolosov, A.R. Thölen. Acta Mater. **48**, *8*, 1829 (2000).

Редактор А.Н. Смирнов