

05;11;12

Магнитные свойства нанокристаллических пленок 3d-металлов

© Г.И. Фролов

Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН,
660036 Красноярск, Россия
e-mail: SVA@iph.krasn.ru

(Поступило в Редакцию 16 декабря 2003 г.)

Обсуждается проблема создания высокорезистивных магнитомягких материалов на базе нанокристаллических пленок 3d-металлов. Для увеличения электросопротивления предлагается использовать наногранулированные композиты, представляющие собой ансамбли суперпарамагнитных частиц, внедренных в диэлектрическую матрицу. Для получения требуемых магнитомягких свойств в этих композитах необходимо реализовать магнитное упорядочение за счет эффектов магнитного воздействия между наночастицами. Приведены примеры магнитопленочных материалов, которые показывают хорошие высокочастотные свойства в диапазоне до нескольких сотен мегагерц.

Введение

Нанокристаллическое состояние вещества является актуальной научной проблемой, лежащей на стыке материаловедения, физики и химии твердого тела [1–4]. В последние 15 лет интерес к этой теме существенно возрос, так как обнаружилось (в первую очередь на металлах), что уменьшение размера зерна до $D < 10$ nm приводит к значительному изменению свойств наночастиц. При этом изучение параметров нанокристаллических материалов требует учета не только особенностей свойств наночастиц, но также и эффектов взаимодействия между ними.

Нанокристаллические композиты находят применение в различных областях современной техники для создания магнитомягких и магнито жестких материалов [1,5] и сред-носителей для устройств магнитной памяти [6]. Проблема создания сред-носителей обсуждалась нами в работе [7], сегодня остановимся на вопросах, связанных с разработкой магнитомягких нанокристаллических материалов.

Может возникнуть вопрос: а зачем создавать новые материалы, если аморфные сплавы проявляют отличные магнитомягкие свойства? Дело в том, что аморфные сплавы на базе 3d-металлов имеют высокую электропроводность и не могут быть использованы на частотах выше килогерцового диапазона. В то же время структура наночастиц предполагает существование в частице „ядра“ и „оболочки“ — фаз с различными физическими характеристиками, что автоматически должно приводить к повышению электросопротивления нанокомпозитов, собранных на базе этих наноблоков. Поэтому магнитомягкие нанокристаллические материалы открывают возможности их использования в высокочастотных (ВЧ) устройствах.

Корреляция структура–коэрцитивность в нанокристаллических магнитных материалах

В середине 90-х годов вышел ряд обзоров, посвященных исследованию магнитомягких свойств в нанокристаллических материалах [5,8]. В [5] отмечалось, что пионерами в данной области являются авторы работ [9,10], которые изучали влияние отжига на магнитные свойства аморфных лент. Структура отожженных образцов представляла собой магнитные зерна, разделенные аморфной фазой, которая составляла $\sim 20\%$ объема композита. Чтобы уменьшить размеры магнитных частиц, в сплав добавляли Cu и Nb. Была обнаружена интересная зависимость коэрцитивной силы от диаметра магнитных частиц.

Однако если быть точным, то еще в середине 70-х годов было показано, что уменьшение размера кристаллитов в пермаллоевых пленках приводит к резкому снижению коэрцитивной силы [11]. Авторами были исследованы магнитные свойства пленок FeNi(SiO) в зависимости от концентрации диэлектрика (рис. 1, 2). Диэлектрик в данном случае является, с одной стороны, источником примесных состояний в зонной структуре металла, а с другой стороны, увеличивает количество центров зародышеобразования при формировании конденсата. В первом случае введение диэлектрической примеси ведет к модификации зонных спектров и, как следствие, к изменению фундаментальных свойств магнетика [12]. Во втором случае оно способствует образованию нанокристаллической структуры.

Эксперименты показали, что диапазон состава пермаллоевых сплавов, где относительные изменения намагниченности и фарадеевского вращения имеют положительные значения, приходится на область, где сплав обладает свойствами сильного ферромагнетика. Был

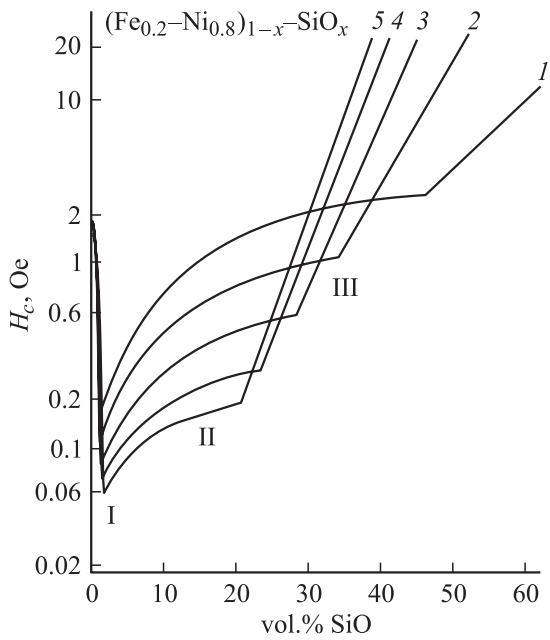


Рис. 1. Зависимость коэрцитивной силы в пленках (Fe-Ni)-SiO от объемного содержания монооксида кремния (параметр — толщина пленок): 1 — 100, 2 — 200, 3 — 300, 4 — 400, 5 — 500 nm.

проведен модельный расчет концентрационных зависимостей намагниченности насыщения и температуры Кюри [13]. В использованной модели предполагалось, что примесь (комплексы Si-O), внедряясь в кристаллическую решетку пермаллоя, создает вокруг себя кулоновский потенциал, обусловленный ненасыщенными валентными связями, отличный от потенциала невозмущенной матрицы. Экранирование этого заряда электронами d-полосы, имеющей более высокую плотность состояний на уровне Ферми, и приводит к изменению фундаментальных магнитных параметров. В то же время значительное уменьшение коэрцитивной силы (H_c) в диапазоне концентраций примеси ~ 2 объемных % (рис. 1) не нашло должного объяснения. Дело в том, что электронно-микроскопический анализ показал, что размер кристаллитов понижается до значений, когда в них формируется однодоменное состояние. В этом случае основным механизмом перемагничивания становятся процессы вращения магнитного момента, что должно приводить к увеличению пороговых полей перемагничивания [14].

Объяснение этих результатов, так же как и данных, полученных в работах [9,10], появилось в 1990 г. [15]. В предложенной модели ключевым фактором зависимости коэрцитивной силы от микроструктуры магнетика является понимание роли магнитной анизотропии и оценка возможности управления ее величиной. Основной вклад в величину анизотропии дает магнитокристаллическая анизотропия K_1 , задаваемая симметрией кристаллической решетки. Для 3d-металлов K_1 — слишком

большая величина для получения малых H_c . Однако эффективный вклад K_1 существенно понижается при уменьшении размера зерна и учете обменного взаимодействия между ними.

Согласно модели „случай анизотропии“, предложенный еще для описания свойств аморфных ферромагнетиков [16], эффективная анизотропия K_{ef} в ансамбле разориентированных магнитных частиц определяется соотношением размера зерна D к радиусу обменного взаимодействия

$$L_0 = \left(\frac{A}{K_1} \right)^{1/2},$$

где A — параметр обмена между частицами.

Для случая $D > L_0$ $K_{ef} = K_1 N^{1/2}$, где $N = (L_0/D)^3$. Для $D < L_0$ $K_{ef} = K_1 N^{-1/2}$. В связи с этим зависимость H_c от размера зерна имеет вид, показанный на рис. 3 [8]. На этой кривой можно видеть три участка: I — $D > L_0$ $H_c \sim 1/D$, т.е. с уменьшением размера зерна H_c растет; II — $D = L_0$ $H_c = 2K_1/M_s$, где M_s — намагниченность насыщения, III — $D < L_0$ $H_c \sim D^6$. На рис. 3 также приведены экспериментальные данные для нанокристаллических материалов на основе Fe, которые подтверждают результаты расчета.

Таким образом, можно считать, что предложенная модель правильно описывает экспериментальную зависимость коэрцитивной силы от размера частиц в нанокристаллических материалах, полученных при отжиге аморфных образцов. Особенностью этих материалов является тот факт, что минимальный размер частиц составляет ~ 10 nm. Эти материалы позволяют поднять высокочастотный порог их использования до сотен килогерц [5]. Для перехода на более высокие частоты необходимо дальнейшее увеличение удельного электросопротивления (ρ).

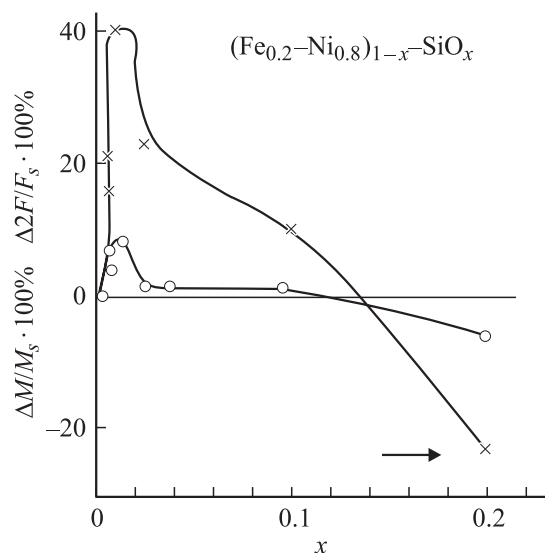


Рис. 2. Зависимость относительного изменения намагниченности насыщения (M_s) и эффекта Фарадея ($2F$) в пленках пермаллоя от объемного содержания монооксида кремния. \circ — M_s , \times — $2F$.

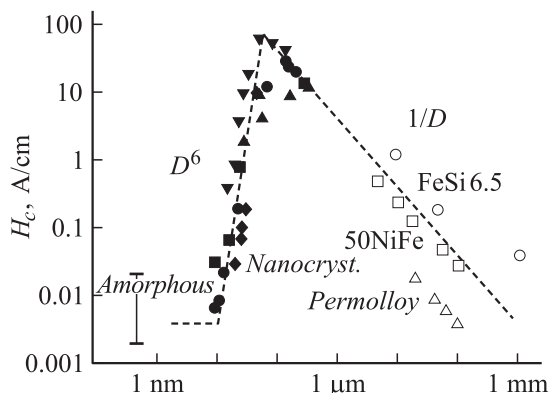


Рис. 3. Зависимость коэрцитивной силы от размера зерна (D) в нанокристаллических сплавах на основе Fe. $T = 300$ K [8].

Одним из путей решения этой задачи является переход к наногранулированным конденсатам, в которых магнитные наночастицы помещены в диэлектрическую матрицу. Однако для того чтобы сохранить хорошие магнитомягкие свойства (большое M_s), доля диэлектрической прослойки должна быть небольшой. Поэтому вероятность туннелирования электронов проводимости через межзеренную границу ограничивает возможности этого подхода [17]. Для дальнейшего увеличения ρ можно использовать зависимость плотности носителей от размера частицы. Авторы работы [18] показали, что, когда размеры частиц становятся меньше длины свободного пробега электронов, часть этих носителей локализуется. При этом локализация оказывает более сильное влияние на электропроводность, чем увеличение рассеяния на границах, дефектах, примесях. Размеры наночастиц $3d$ -металлов, когда наблюдается этот эффект, лежат в диапазоне $D < 7$ nm.

Таким образом, для создания высокорезистивных нанокристаллических материалов необходимо перейти к композитам, в которых размеры частиц < 10 nm. Исходя из описанной выше модели [8], коэрцитивность этих образцов должна быть $H_c \approx 10^{-3}$ Oe. Однако эксперименты показывают совсем другую величину H_c . В качестве примера сошлемся на работы [19,20], в которых авторы исследовали нанокристаллические пленки Fe размерами $D < 10$ nm. Для пленок с $D = 6$ nm величина $H_c = 30$ Oe [19], для пленок с $D < 4$ nm $H_c = 3-5$ Oe [20].

Такое значительное отклонение от расчетных данных может быть связано с тем фактом, что в предложенной модели сделано предположение о независимости основных магнитных параметров наночастиц от их размера. В то же время эксперименты показывают, что это не так. Перестройка структуры наночастиц при уменьшении D приводит к увеличению константы анизотропии и уменьшению M_s и A . Так, для пленок Fe с $D = 6$ nm $K = 2.5 \cdot 10^6$ erg/cm³, $M_s = 850$ Gs, $A = 10^{-7}$ erg/cm [19]. Таким образом, радиус обменного взаимодействия в этих образцах уменьшается по сравнению с конденсатами с размером частиц $D > 10$ nm и равен $L_0 = 5$ nm,

т.е. $L_0 \approx D$. В этом случае для вычисления H_c мы должны использовать формулу $H_c = 2K/M_s$ и получаем $H_c > 10^3$ Oe. Опять получается результат, не соответствующий экспериментальным данным. Это отличие говорит о том, что в пленках $3d$ -металлов, в которых размеры наночастиц < 10 nm, формируется особый магнитный порядок.

Магнитный гистерезис в наногранулированных системах с суперпарамагнитными частицами

Для анализа магнитного состояния нанокристаллических пленок $3d$ -металлов обратимся к результатам работы [21], в которой авторы исследовали эффекты тепловой релаксации намагниченности в ансамбле невзаимодействующих однодоменных частиц, обладающих одноосной анизотропией. Если такую систему намагнитить в поле H , а затем поле выключить, что остаточная намагниченность будет изменяться по закону

$$M_r = M_s \exp(-t/\tau), \quad (1)$$

где t — время после выключения поля, τ — время релаксации системы в состояние термодинамического равновесия.

Время релаксации описывается выражением

$$\tau = f_0 \exp(-KV/k_B T), \quad (2)$$

где K — константа одноосной анизотропии; V — объем частицы; f_0 — частотный фактор, который в первом приближении равен частоте прецессии магнитного момента частицы ($f_0 = 10^9$ s⁻¹); k_B — постоянная Больцмана; T — температура. Источник этой экспоненциальной зависимости следует из того факта, что энергия одноосной анизотропии частицы зависит от угла между направлением намагниченности и легкой осью. При $\tau/t \leq 1$ система переходит в суперпарамагнитное состояние ($M_r = 0$, $H_c = 0$).

Из уравнения (2) может быть определен критический размер частицы (V_{cr}), при котором она переходит в суперпарамагнитное состояние при $T = \text{const}$, или температура перехода частицы в суперпарамагнитное состояние (T_B) при $V = \text{const}$.

Полагая $\tau = 100$ s (время релаксации характерное для индукционных методов измерения M_r), находим

$$V_{cr} = \frac{25k_B T}{K}, \quad T_B = \frac{KV}{25k_B}. \quad (3), (4)$$

Для $H = 0$ порог перехода системы в суперпарамагнитное состояние равен $E = KV$. При $H \neq 0$ порог понижается и определяется выражением

$$\Delta E(H) = KV \left[1 - \frac{HM_s}{2K} \right]^2. \quad (5)$$

Коэрцитивная сила частицы при $T \neq 0$ равна полю, при котором порог перемагничивания $E(H)$ понижается

до значения, когда перемагничивание происходит за счет тепловых эффектов в течение времени проведения эксперимента (t). Из уравнений (3)–(5) получаем [22]

$$H_c = H_{c_0} \left[1 - \left(\frac{V_{cr}}{V} \right)^{1/2} \right] = H_{c_0} \left[1 - \left(\frac{D_{cr}}{D} \right)^{3/2} \right], \quad (6)$$

$$H_c = H_{c_0} \left[1 - \left(\frac{T}{T_B} \right)^{1/2} \right], \quad (7)$$

где H_{c_0} — коэрцитивная сила частицы при $T = 0$.

Как показывает уравнение (6), при приближении размера наночастиц к D_{cr} наблюдается значительное понижение величины H_c . Эту зависимость можно использовать для получения нанокристаллических материалов с низкой коэрцитивной силой. При этом возникает задача определения D_{cr} для наночастиц 3d-металлов.

Используя параметры объемных материалов, авторы работы [21] получили для частиц α -Fe величину $D_{cr} \approx 20$ nm при $T = 300$ K. Однако более поздние исследования показали, что при уменьшении размера частиц происходит перестройка их структуры (образование системы ядро-оболочка). Эта перестройка приводит к увеличению энергии одноосной анизотропии и соответственно к уменьшению D_{cr} . В работе [23] приведена экспериментальная зависимость H_c от диаметра ядра наночастиц α -Fe. Установлено, что при $T = 300$ K частицы с диаметром ядра ≤ 4 nm переходят в суперпарамагнитное состояние ($H_c = 0$). Общий размер частиц также включает оксидную оболочку ~ 2 nm. Поэтому для частиц α -Fe критический диаметр перехода в суперпарамагнитное состояние при комнатной температуре понижается до $D_{cr} \approx 6$ nm.

Таким образом, приведенные данные показывают, что термоэффекты приводят к сильной зависимости коэрцитивной силы от размера магнитных частиц. В то же время следует отметить, что многочисленные экспериментальные результаты, полученные при исследовании свойств наногранулированных магнитных материалов, сформированных из суперпарамагнитных частиц, еще не получили достаточно полной интерпретации. К ним можно отнести, например, появление магнитного гистерезиса и магнитного упорядочения в ансамбле суперпарамагнитных частиц в высокотемпературном пределе ($T > T_B$) [24]. Для объяснения этих эффектов используют комплекс причин: большой разброс частиц по размерам, наличие набора различных структурных или магнитных фаз, локальная анизотропия, магнитное взаимодействие между частицами [25].

В связи с этим возникает задача определения, какой фактор в том или ином случае играет доминирующую роль в магнитном поведении наногранулированной системы. В этом плане интересны эксперименты по изучению влияния расстояния между наночастицами на магнитные свойства ансамбля кластеров 3d-металлов, помещенных в немагнитную матрицу [26]. Четко контролируя постоянство размера и структуры наночастиц, авторы показали, что при уменьшении концентрации

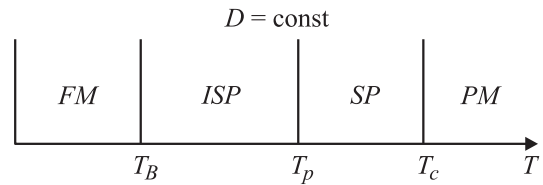


Рис. 4. Температурная зависимость диаграммы магнитного состояния ансамбля наночастиц ($D = \text{const}$).

магнитной фазы система переходит из магнитоупорядоченного в суперпарамагнитное состояние. Этот эксперимент указывает на существенную роль взаимодействия между частицами на магнитное состояние системы.

На основе изучения влияния эффектов взаимодействия между частицами была предложена диаграмма магнитного состояния ансамбля наночастиц в зависимости от размера частиц и температуры [27]. Температурная зависимость этой диаграммы представлена на рис. 4.

При $T < T_B$ система находится в ферромагнитном состоянии. При $T > T_B$ частицы переходят в суперпарамагнитное состояние, но магнитное упорядочение сохраняется (область ISP). Следуя работе [27], магнитную энергию частицы (i), которая взаимодействует со своими соседями, можно записать в виде

$$E = KV \sin^2 \alpha + \sum K_m^{ij} M_i(T) M_j(T), \quad (8)$$

где первый член в правой части характеризует энергию одноосной анизотропии частицы, а второй член описывает энергию взаимодействия частицы с ближайшими соседями; M_i и M_j — векторы намагниченности частиц i и j и суммирование ведется по всем соседним частицам (j); K_m^{ij} — константа магнитной связи между частицами.

Используя для расчета теорию среднего поля, можно записать

$$E = KV + K_m M^2(T) V. \quad (9)$$

Температура перехода из области FM в область ISP $T_B = KV/25k_B$ (рис. 5). При $T > T_B$ магнитное упорядочение в системе создается за счет эффектов магнитного взаимодействия между частицами. В этом случае

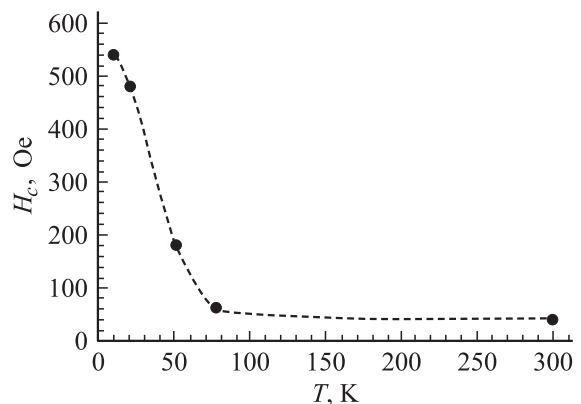


Рис. 5. Температурная зависимость коэрцитивной силы нанокристаллических пленок Fe [19].

PO ₂ , %	Состав	Намагниченность насыщения, Gs	Коэрцитивность, Oe	Магнитная проницаемость ($f = 100$ MHz)	Удельное электросопротивление, $\mu\Omega \cdot \text{cm}$
0	Fe ₉₃ Sm _{3.5} O _{3.5}	1570	13.7	153	40
2	Fe ₈₇ Sm ₄ O ₉	1520	9	285	70
5	Fe _{83.5} Sm _{3.5} O ₁₃	1430	0.8	2600	130
8	Fe ₈₁ Sm _{3.5} O _{15.5}	1330	8.5	550	170
10	Fe ₅₆ Sm ₃ O ₄₁	310	24	44	240

температура перехода в область суперпарамагнитного состояния (SP)

$$T_p = \frac{K_m M^2(T)}{3k_B}. \quad (10)$$

Для области II диаграммы ($T_B < T < T_p$) используют различные названия: область взаимодействующих суперпарамагнитных частиц — ISP [27], область „суперферромагнитного упорядочения“ [28]. Так как в настоящее время нет точной оценки вкладов диполь-дипольного и обменного взаимодействий, мы полагаем, что название ISP предпочтительней. При $T > T_p$ система переходит в суперпарамагнитное состояние, а при $T > T_c$ — в парамагнитное (T_c — температура Кюри).

Теперь рассмотрим поведение коэрцитивной силы для описанных выше переходов. На рис. 5 представлена экспериментальная зависимость $H_c = f(T)$ для нанокристаллических пленок α -Fe с размером частиц $D = 6$ nm [19]. Напомним, что наночастицы такого диаметра при $T = 300$ K должны быть в суперпарамагнитном состоянии. Как видно из рис. 5, в широкой температурной области ($T = 70 - 300$ K) $H_c = \text{const}$, а при $T < 70$ K эта зависимость подчиняется уравнению (7), т. е. для данных пленок $T_B = 70$ K. Аналогичные результаты получены в работе [29] при исследовании нанокристаллических пленок состава Fe-SiO₂ с размером частиц $D = 6$ nm.

Для объяснения необычного поведения зависимости $H_c = f(T)$ в области ISP ($T > T_B$) можно предположить, что в этой области намагниченность слабо зависит от температуры и, следовательно, энергия магнитного взаимодействия между частицами — величина постоянная. Поэтому $H_c(T) = \text{const}$.

Таким образом, в системе взаимодействующих суперпарамагнитных частиц можно создать магнитный порядок, который характеризуется малой величиной коэрцитивной силы и ее слабой температурной зависимостью, а так как размеры $3d$ -частиц в этой системе $D < 7$ nm, то в ней можно реализовать большое электросопротивление.

Магнитные свойства высокорезистивных наногранулированных пленок

Идея повышения электросопротивления в нанокристаллических материалах за счет создания диэлектрической прослойки между магнитными наночастицами

была реализована в работе [30]. Авторы исследовали структуру и магнитные свойства пленок состава Fe-Sm-O. Образцы получались методом реактивного радиочастотного распыления мишени Fe, на которую были помещены таблетки Sm₂O₃, в атмосфере Ar + O₂. Варьируя давление кислорода в диапазоне 0–10%, получили набор пленок различного состава. На образцах были проведены исследования структуры и фазового состава, а также магнитных и электрических свойств. Эти данные приведены в таблице.

Толщина пленок $d = 1 \mu\text{m}$. Электронно-микроскопический анализ структуры показал, что пленки содержат две фазы: нанокристаллиты α -Fe ($D = 10$ nm) и частицы оксида самария ($D = 3$ nm). Наиболее интересные результаты получены для состава Fe_{83.5}Sm_{3.5}O₁₃. Исследование частотной зависимости фактора качества ($Q = \mu_1/\mu_2$ — отношение реальной и мнимой составляющих магнитной проницаемости) показало, что Q остается высоким вплоть до $f = 40$ MHz.

В работе [31] исследовались высокочастотные магнитные свойства в гранулированных пленках состава Co-Al-O. Метод получения пленок такой же, как и в работе [30]. Структура пленок представляет собой частицы ГЦК Co с $D = 5$ nm, окруженные диэлектрической прослойкой Al-O. Параметры исследованных пленок: $d = 1.7 \mu\text{m}$, $M_s = 800$ Gs, $H_c = 5$ Oe, $\rho = 1100 \mu\Omega \cdot \text{cm}$. На пленках были проведены исследования частотной зависимости магнитной проницаемости. Реальная часть магнитной проницаемости (μ_1) остается практически постоянной до $f = 500$ MHz и показывает хорошее совпадение с расчетными данными. Высокое электросопротивление в данных образцах создано за счет понижения размеров магнитных наночастиц ($D < 7$ nm) и использования диэлектрической прослойки между ними. Полученные пленки представляют новый тип высокочастотных магнитных материалов, которые имеют в диапазоне до 200 MHz высокое μ_1 и низкое μ_2 .

Более высокое удельное электросопротивление было реализовано в наногранулированных пленках сплавов Co-Sm-O [32], полученных методом импульсно-плазменного испарения мишени Co₅Sm при рабочем вакууме 10^{-6} Торр. Этот метод получения пленочных конденсатов описан в работе [7].

В исходном состоянии пленки показывают суперпарамагнитное поведение ($T_B \approx 80$ K), структура образцов представляет собой частицы Co (размером ~ 2 nm),

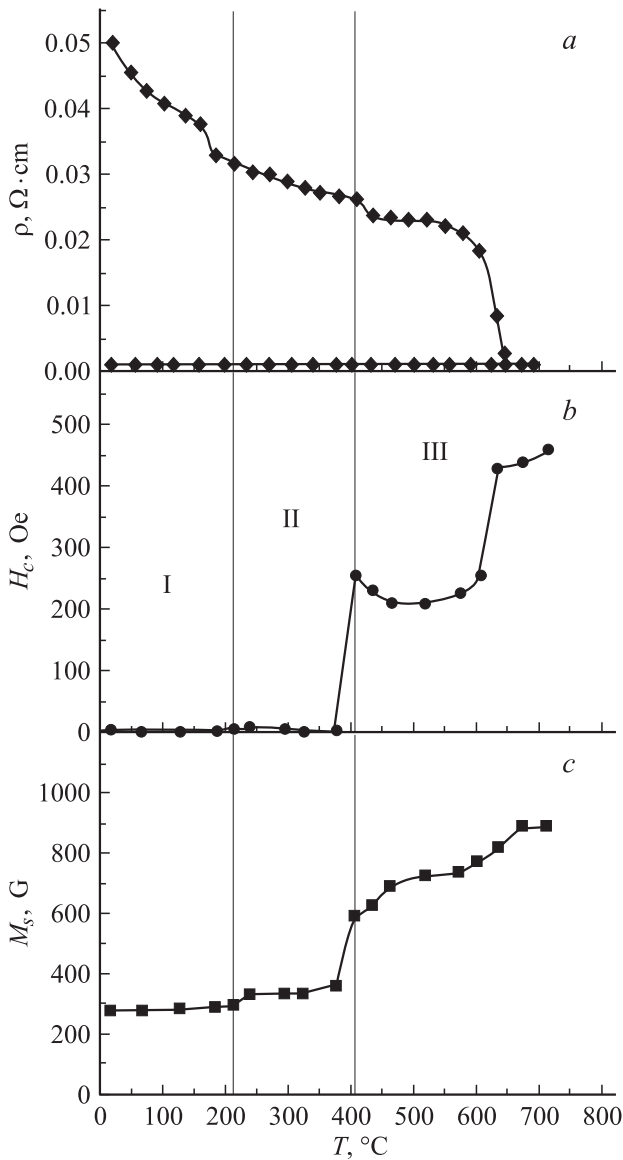


Рис. 6. Зависимость удельного электросопротивления (a), коэрцитивной силы (b) и намагниченности насыщения (c) от температуры (T) отжига для пленок Co-Sm-O.

окруженные прослойками Sm_2O_3 . Отжиг, проведенный в вакууме 10^{-6} Torr, приводит к изменению структуры и свойств образцов. На рис. 6 представлены зависимости удельного электросопротивления, коэрцитивной силы и намагниченности насыщения от температуры отжига. В исходном состоянии ρ пленок равно $5 \cdot 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$, что примерно на 4 порядка превышает значения, характерные для металлических образцов с поликристаллической структурой. Резкое падение ρ при $T_{\text{ан}} > 600^\circ\text{C}$ связано с разрушением разделяющих диэлектрических прослоек из Sm_2O_3 и образованием гальванического контакта между металлическими частицами.

При изменении температуры отжига коэрцитивная сила ведет себя сложным образом (рис. 6, b). На кривой

этой зависимости можно выделить три участка с различной величиной H_c . Характерные для данных участков формы петли гистерезиса представлены на рис. 7. На участке I петля раскрывается только при $T < 80 \text{ K}$, что говорит о суперпарамагнитном состоянии образцов. На участке II ($T_{\text{ан}} = 200 \div 350^\circ\text{C}$) петля раскрывается при комнатной температуре и имеет малые значения $H_c = 0.1 - 2 \text{ Oe}$ (рис. 7, b). При $T_{\text{ан}} > 400^\circ\text{C}$ наблюдается две особенности в поведении H_c : вначале ее величина скачком повышается до 250 Oe, а в результате второго скачка возрастает до 450 Oe. Электронно-микроскопический анализ показал, что при этих температурах отжига в пленках формируется поликристаллическая структура и размеры частиц Co увеличиваются на порядок.

Отметим, во всем исследуемом диапазоне температур отжига наблюдается увеличение намагниченности насыщения практически в 3 раза (рис. 6, c). Возможно, причина этого эффекта лежит не только в структурных, но также и в фазовых превращениях [32].

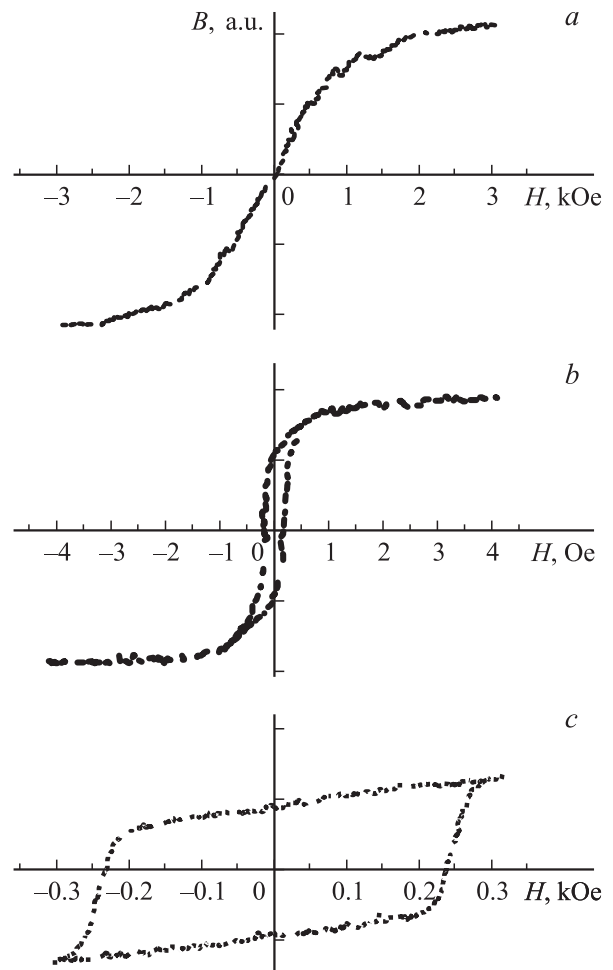


Рис. 7. Характерные формы петель гистерезиса для пленок Co-Sm-O ($T = 300 \text{ K}$) в исходном состоянии (a) и после отжигов при $T_{\text{ан}} = 300$ (b) и 480°C (c).

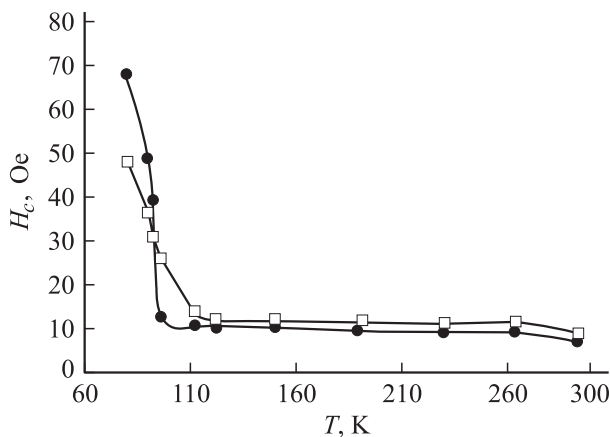


Рис. 8. Температурная зависимость коэрцитивной силы пленок Co-Sm-O, отожженных при $T_{\text{ан}} = 250$ (●) и 350°C (□).

На рис. 8 представлена температурная зависимость коэрцитивной силы для двух пленок, отожженных при $T_{\text{ан}} = 250$ и 350°C в постоянном магнитном поле. На этих кривых наблюдаются два участка: в области низких температур H_c проявляет сильную зависимость, а при высоких температурах практически не меняется. Из измерений $dM/dH = f(T)$ была определена температура блокировки [33]. Наблюдаемый на рис. 8 переход между первым и вторым участком зависимости $H_c = f(T)$ совпадает с температурой T_B . Этот результат повторяет данные, приведенные на рис. 5. Это позволяет утверждать, что в наших пленках, отожженных при $T_{\text{ан}} = 250 - 350^\circ\text{C}$, имеет место переход из суперпарамагнитного состояния в область магнитного упорядочения суперпарамагнитных частиц — *ISP*.

Эти исследования показывают, что действительно в ансамбле взаимодействующих суперпарамагнитных частиц можно получить хорошие магнитные свойства при высоком удельном электросопротивлении.

Заключение

Анализ корреляции между микроструктурой и физическими свойствами нанокристаллических материалов показал, что в гранулированных пленках 3d-металлов с размером зерна < 10 нм, можно реализовать высокое электросопротивление, что позволяет говорить о возможности их использования в устройствах СВЧ диапазона. Необходимые магнитомягкие свойства в этих материалах можно обеспечить за счет эффектов магнитного взаимодействия между наночастицами. В технологическом плане наиболее интересен подход, когда вначале получают пленочный конденсат с большим содержанием магнитной фазы, находящийся при $T = 300$ К в суперпарамагнитном состоянии. Дальнейший термоотжиг переводит исходный композит в область, где реализуется магнитное упорядочение, но сами частицы остаются в

суперпарамагнитном состоянии. Варьирование при отжиге температуры, давления остаточных газов и использование постоянного магнитного поля создают условия для регулирования в широком диапазоне физическими свойствами нанокристаллических пленок.

Список литературы

- [1] McHenry M.E., Laughlin D.E. // Acta mater. 2000. N 1. P. 223–238.
- [2] Помогайло А.Д., Розенберг А.С., Уфлянд И.Е. Наночастицы металлов в полимерах. М.: Химия, 2000. 672 с.
- [3] Гусев А.И., Ремпель А.А. Нанокристаллические материалы. М.: Физматлит, 2001. 224 с.
- [4] Губин С.П., Кошкаров Ю.А. // Неорган. материалы. 2002. Т. 38. № 11. С. 1287–1304.
- [5] Vincent J.H., Sangha S.P.S. // GEC J. Res. 1996. Vol. 13. N 1. P. 2–11.
- [6] Kryder M.H., Messner W., Garley L.K. // J. Appl. Phys. 1996. Vol. 79. N 8. P. 2271–2275.
- [7] Фролов Г.И. // ЖТФ. 2001. Т. 71. Вып. 12. С. 50–57.
- [8] Herzer G. // Scripta Met. Mater. 1995. Vol. 33. N 10/11. P. 1741–1756.
- [9] Yoshizawa S.Y., Oguma S., Yamauchi K. // J. Appl. Phys. 1988. Vol. 64. N 10. P. 6044–6046.
- [10] Yoshizawa S.Y., Yamauchi K., Yamane T., Sugihara H. // J. Appl. Phys. 1988. Vol. 64. N 10. P. 6047–6049.
- [11] Фролов Г.И., Жигалов В.С. // ФММ. 1975. Т. 40. № 3. С. 518–523.
- [12] Жигалов В.С., Федоров Ю.М., Фролов Г.И. // ФММ. 1977. Т. 44. № 6. С. 1303–1305.
- [13] Ерухимов М.Ш., Жигалов В.С., Фролов Г.И. // ФММ. 1980. Т. 49. № 6. С. 1210–1215.
- [14] Stoner E.C., Wohlfarth E.P. // Philos. Trans. R. Soc. 1948. Vol. A240. P. 559–564.
- [15] Herzer G. // IEEE Trans. Mag. 1990. Vol. 26. N 25. P. 1397–2001.
- [16] Alben R., Becker J.J., Chi M.C. // J. Appl. Phys. 1978. Vol. 49. N 4. P. 1653–1658.
- [17] Reiss G., Vancea J., Hoffmann H. // Phys. Rev. Lett. 1986. Vol. 56. N 19. P. 2100–2104.
- [18] Vancea J., Hoffmann H. // Thin. Sol. Films. 1982. Vol. 92. N 3. P. 219–225.
- [19] Perez J.P., Dupuis V., Tuaille J. et al. // J. Magn. Mater. 1995. Vol. 145. N 1–2. P. 709–721.
- [20] Фролов Г.И., Жигалов В.С., Квезлиц Л.И. и др. // ФММ. 1999. Т. 88. № 2. С. 85–89.
- [21] Bean C.P., Livingston J.D. // J. Appl. Phys. 1959. Vol. 30. N 4. P. 120s–129s.
- [22] Kneller E.F., Luborsky F.E. // J. Appl. Phys. 1963. Vol. 34. N 2. P. 656–662.
- [23] Gandopadhyay S., Hadjipanayis G.C., Dale B. et al. // Phys. Rev. B 1992. Vol. 45. N 17. P. 9778–9787.
- [24] Allia P., Coisson M., Knobel M. et al. // Phys. Rev. B 1999. Vol. 60. N 17. P. 12207–12218.
- [25] Proceeding of NMP Conference, Spain 1998 // J. Magn. Mater. 1999. Vol. 203.
- [26] Dupuis V., Tuaille J., Prevel B. et al. // J. Magn. Mater. 1997. Vol. 165. P. 42–45.
- [27] Allia P., Coisson M., Tiberto P. et al. // Phys. Rev. B 2001. Vol. 64. P. 144420-1-144420-12.

- [28] *Morup S.* // *Europhys. Lett.* 1994. Vol. 28. N 9. P. 671–676.
- [29] *Jonsson B.J., Turrki T., Strom V.* et al. // *J. Appl. Phys.* 1996. Vol. 79. N 8. P. 5063–5065.
- [30] *Yoon T.-S., Li Y., Cho W.-S., Kim C.-O.* // *J. Magn. Magn. Mater.* 2001. Vol. 237. N 8. P. 288–292.
- [31] *Fujimori H., Mitani S., Matsumoto T.* // *J. Appl. Phys.* 1996. Vol. 79. N 8. P. 5130–5135.
- [32] *Фролов Г.И., Жигалов В.С., Жарков С.М.* и др. // *ФТТ.* 2003. Т. 45. Вып. 12. С. 2198–2203.
- [33] *Zhao B., Chow J.Y., Yan X.* // *J. Appl. Phys.* 1996. Vol. 79. N 8. P. 6022–6024.