МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ имени М.В. ЛОМОНОСОВА ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

На правах рукописи

Гаршин Владимир Валентинович

Исследование магнитооптических и магнитных свойств наноразмерных структур на основе аморфных сплавов и металлов, распределенных в диэлектрических и полупроводниковых матрицах

Специальность 1.3.12. Физика магнитных явлений

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

> Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор Е. А. Ганьшина

Содержание

Введение	5
Глава 1	14
§ 1.1. Магнитные нанокомпозиты	14
1.1.1. Описание и свойства нанокомпозитов	14
1.1.2. Структура и понятие перколяции в нанокомпозитах	15
§ 1.2. Получение нанокомпозитов	17
1.2.1. Основные методы изготовления нанокомпозитов	17
1.2.2. Модели роста нанокомпозиционных систем	18
§ 1.3. Магнитные состояния нанокомпозитов	20
1.3.1. Критические концентрации ферромагнитной ф	þазы в 20
1.3.2. Суперферромагнетизм и его место среди других маг состояний нанокомпозитов	тнитных 21
§ 1.4. Исследования магнитооптических свойств нанокомпозитов	24
§ 1.5. Постановка задачи	27
Глава 2	
§ 2.1. Магнитооптические эффекты и магнитооптические свойств	a
нанокомпозитов	29
2.1.1. Описание магнитооптических эффектов	29
2.1.2. Теоретическое описание ЭЭК	32
2.1.3. Теоретическое описание магнитооптических нанокомпозитов	свойств 36
§ 2.2. Методика измерения магнитооптических свойств	40
2.2.1. Экспериментальная установка	40
2.2.2. Источники ошибок	42
§ 2.3. Методика измерения магнитных свойств	43
§ 2.4. Методика получения исследуемых нанокомпозитов	44
§ 2.5. Описание исследуемых нанокомпозитов	47

	2.5.1. Системы нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$ 47
	2.5.2. Системы нанокомпозитов $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_xC_{100-x}$, Co_xC_{100-x} и $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$
Глава 3	
§ 3.1.	Структурные, транспортные и магнитные свойства
наног	композитов CoFeZr-(Al-O) 50
	3.1.1. Структурные свойства нанокомпозитов (Co45Fe45Zr10)x(Al2O3)100-x 50
	3.1.2. Магнитные свойства нанокомпозитов (Co45Fe45Zr10)x(Al2O3)100-x 52
	3.1.3. Рентгенодифрактометрический анализ нанокомпозитов (Co ₄₅ Fe ₄₅ Zr ₁₀) _x (Al ₂ O ₃) _{100-x} 53
	3.1.4. Транспортные свойства нанокомпозитов (Co ₄₅ Fe ₄₅ Zr ₁₀) _x (Al ₂ O ₃) _{100-x} 54
§ 3.2.	Результаты исследования магнитных и МО свойств системы
CoFe	Zr-(Al-O)-[Ar] – 969
	3.2.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969.56
	3.2.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969
	3.2.3. Суперферромагнетизм и магнитно-неоднородные состояния в НК системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969
	3.2.4. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969
§ 3.3.	Результаты исследования магнитных и МО свойств системы
CoFe	$Zr-(Al-O)-[Ar+N_2]-970$
	3.3.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N ₂] – 970 77
	3.3.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N ₂] – 970
	3.3.3. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N ₂] – 970
§ 3.4.	Результаты исследования магнитных и МО свойств системы
МНОГ	ослойных структур CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N ₂] – 971 86

3.4.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N ₂] – 971		
3.4.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N ₂] – 971		
3.4.3. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N ₂] – 971		
§ 3.5. Заключение к Главе 3 96		
Глава 4100		
§ 4.1. Структурные и транспортные свойства систем нанокомпозитов		
$(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x} - 1429$, $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_xC_{100-x} - 1436$ и $Co_xC_{100-x} - 140$		
1148		
4.1.1.Структурныесвойствананокомпозитов(Co40Fe40B20)x(SiO2)100-x, (Co40Fe40B20)xC100-x и CoxC100-x100		
4.1.2.Транспортныесвойствананокомпозитов(Co40Fe40B20)x(SiO2)100-x, (Co40Fe40B20)x(C)100-x и CoxC100-x		
§ 4.2. Результаты исследования магнитооптических свойств системы		
$(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x} - 1429$		
§ 4.3. Результаты исследования магнитооптических свойств системы		
$(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x} - 1436107$		
§ 4.4. Результаты исследования магнитооптических свойств системы		
$(Co)_x(C)_{100-x} - 1148109$		
§ 4.5. Обсуждение результатов Главы 4 112		
§ 4.6. Заключение к Главе 4 122		
Основные результаты		
Список сокращений и условных обозначений 127		
Список печатных работ по теме диссертации 128		
Список использованной литературы131		

Введение

Общая характеристика работы

Актуальность темы

Получение и исследование многофункциональных материалов, которые в перспективе могут быть широко использованы в науке и технике, являются одними из актуальных задач материаловедения и других областей современной физики.

Наногетерогенные системы и, в частности, магнитные нанокомпозиты, относятся именно к таким материалами и являются перспективными для применения в таких направлениях, как спинтроника и многих других.

Нанокомпозиты(НК) — это бесконечный класс соединений, которые обладают самыми разными магнитными, магнитооптическими, электрическими и механическими свойствами, проявляющими большое разнообразие в зависимости от состава компонентов, от размера и формы гранул, а, следовательно, и от технологических параметров их изготовления и обработки[1].

Нанокомпозит — это материал, состоящий из двух или более фаз, отделенных друг от друга межфазными границами(интерфейсами), при этом размерность хотя бы одной из этих фаз составляет менее 100 нанометров. Интерес к подобным структурам, сохраняющийся последние несколько десятилетий, обусловлен тем, что различные физические свойства нанокомпозитов могут заметно отличаться от свойств компонентов фаз, составляющих нанокомпозит, позволяет получать ЧТО материалы С уникальными заданными характеристиками.

В данной работе рассматриваются магнитные гранулированные НК, которые представляют собой тонкие пленки, состоящие из магнитных гранул, распределенных в диэлектрической или полупроводниковой матрице.

Исследования наноразмерных магнитных материалов продемонстрировали целый ряд явлений и эффектов, наблюдаемый для подобных структур. Например гигантское И туннельное магнитосопротивление(ГМС и ТМС)[2], аномальный эффект Холла[3], необычное поведение оптических и магнитооптических(МО) свойств[4],[5]. Указанные явления и эффекты предполагают серьезные перспективы как для фундаментальных исследований данных материалов, так И ДЛЯ ИХ прикладного применения в промышленности.

С точки зрения широкого практического применения среди магнитных НК большой интерес представляют спин-туннельные магниторезистивные структуры. Они уже используются для создания магнитных сенсоров, регистрирующих поля порядка 10⁻⁶ Э[6]. Также они применяются в модулей разработке спиновых транзисторов И магниторезистивной оперативной памяти(MRAM — magnetoresistive random access memory), которая предполагает использование магнитных моментов, а не зарядов для хранения информации, что позволит обеспечить энергонезависимость от внешнего источника питания[7]. В [8] было показано, что НК являются перспективными компонентами для создания мемристоров. В [9] было предложено использовать НК с низким содержанием наночастиц в качестве прослойки-прокладки для туннельного перехода В спин-вентильных устройствах с целью снижения плотности тока перемагничивания.

Также одним из важных направлений для использования этих многофункциональных материалов является создание высокочастотных устройств, так как в определенном диапазоне концентраций металлической фазы они обладают высокими значениями, как электрического сопротивления, так и магнитной восприимчивости [10], [11].

Описанные свойства магнитных НК зависят от их морфологии и магнитной микроструктуры.

Исходя из этого, одной из главных задач экспериментальных и теоретических исследований является необходимость выявить влияние

состава фаз нанокомпозитов, их микроструктуры и морфологии, которые формируются в процессе изготовления, на их магнитные, магнитооптические и магнитотранспортные свойства[12].

При этом, несмотря на достаточно глубокую разработанность темы магнитных НК в области материаловедения и физики магнитных явлений, а также большое число работ, посвященных исследованиям НК, задача изучения физических свойств данного класса материалов в зависимости от различных параметров остается актуальной.

Также до сих пор нет однозначного понимания процессов самоорганизации наноразмерных структур при их изготовлении.

B особенно востребованными связи с ЭТИМ оказываются позволяющие информацию экспериментальные методы, получить 0 магнитной микроструктуре и морфологии образцов. В данном контексте именно магнитооптические(МО) методы исследования зарекомендовали себя одни из наиболее эффективных, информативных и простых в как применении для исследования магнитных нанокомпозитов. Также немаловажным достоинством МО методов состоит в том, что они являются неразрушающими по отношению к структуре образцов. Эффективность МО методов была доказана при систематическом исследовании различных магнитных наноструктур[13]-[20].

Таким образом, исследование МО свойств магнитных НК в зависимости от различных параметров изготовления и обработки является актуальной задачей физики магнитных явлений.

Цели и задачи работы:

Общая цель данной работы заключалась в комплексном исследовании влияния фазового состава и субструктуры, а также различных технологических параметров изготовления на МО и магнитные свойства двух

групп наноразмерных материалов – наногетероструктур CoFeZr-(Al-O); и систем НК состава CoFeB-C и Co-C.

Для достижения описанных целей были поставлены следующие задачи:

1. Получение экспериментальных данных по МО и магнитным свойствам для ряда систем нанокомпозитов на основе CoFeZr-(Al-O) в широкой области концентраций магнитной компоненты. Изучение влияния атмосферы напыления НК в виде чистого Ar либо Ar+N₂ на их МО и магнитные свойства. Исследование влияния термомагнитного отжига НК на их МО и магнитные свойства. Анализ полученных данных в сравнении с результатами структурных, магнитных и транспортных исследований, а также результатами теоретического моделирования МО спектров.

2. Получение экспериментальных данных по МО свойствам НК состава CoFeB-C и Co-C. Исследование влияния возможности частичного смешивания и образования метастабильных фаз между компонентами на МО свойства образцов. Анализ полученных данных в сравнении с результатами структурных и транспортных исследований.

Положения, выносимые на защиту

1. Переход ОТ суперпарамагнитного состояния гранул К ИХ ферромагнитному упорядочению в нанокомпозитах CoFeZr-(Al-O) при увеличении концентрации ферромагнитного металла происходит через образование магнитно-неоднородного состояния, в котором сосуществуют суперферромагнитные области И суперпарамагнитные гранулы. Формирование магнитно-неоднородного состояния В нанокомпозитах приводит к нелинейности МО отклика по намагниченности и аномальной полевой зависимости ЭЭК.

2. Термомагнитный отжиг нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O) для концентраций х<х_{рег} изменяет их морфологию и магнитную микроструктуру,

что приводит к росту МО отклика и расширяет область концентраций, в которой наблюдается аномальное поведение зависимостей ЭЭК.

3. Добавление реактивного газа N₂ В атмосферу напыления нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O) приводит к изменению вида магнитооптических спектров, величины магнитооптического отклика и смещению порога магнитной перколяции в область больших концентраций магнитной компоненты, что свидетельствует о появлении нитридных оболочек вокруг гранул CoFeZr.

4. Магнитооптическая спектроскопия демонстрирует более высокую чувствительность к изменениям морфологии нанокомпозитов, чем методы индукционной магнитометрии. Это позволяет использовать МО спектроскопию для бесконтактного контроля микроструктуры и процессов самоорганизации нанокомпозитов в процессе их изготовления.

5. Особенности МО свойств НК с углеродной матрицей связаны с образованием метастабильных фаз углерода с бором или ферромагнитными металлами в результате процессов самоорганизации при формировании НК $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x}$ и $(Co)_x(C)_{100-x}$.

Научная новизна результатов работы

Научная новизна определяется нанокомпозитами, выбранными для исследования с помощью методов магнитооптической спектроскопии и индукционной магнитометрии, исследований а также комплексных транспортных свойств образцов. Bce структурных И этих же результаты исследований, экспериментальные магнитооптических представленных в работе, были получены впервые.

Впервые методами магнитооптической спектроскопии для нанокомпозитов вида металл(сплав)-диэлектрик было продемонстрировано, что переход от суперпарамагнитного состояния к ферромагнитному происходит через образование смешанного магнитно-неоднородного

состояния, включающего суперпарамагнитные гранулы и суперферромагнитные кластеры.

Впервые было выявлено, что термомагнитный отжиг нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O) существенно расширяет область концентраций магнитной компоненты, в которой наблюдается аномальное поведение полевых зависимостей ЭЭК.

Впервые были исследованы особенности МО свойств НК CoFeZr-(Al-O) при добавлении реактивного газа в виде азота в атмосферу напыления.

Впервые продемонстрировано, что формирование МО отклика в новых НК с углеродной матрицей обусловлено особенностями процессов самоорганизации данного типа НК с возможностью частичного смешивания компонентов и образования новых метастабильных фаз.

Достоверность результатов

Достоверность экспериментальных результатов, представленных в работе, обеспечивалась использованием современного научного оборудования и общепринятых статистических методов обработки данных и воспроизводимостью результатов при многократных измерениях, корреляцией полученных зависимостей с данными, полученными ранее в магнитооптических исследованиях И приведенными в литературных корреляцией источниках, a также С результатами теоретического моделирования МО свойств для исследованных образцов. Результаты работы были опубликованы в российских и международных рецензируемых прошли апробацию журналах, a также на специализированных всероссийских и международных конференциях.

Научная и практическая значимость работы

Полученные в работе результаты магнитооптических исследований

существенно расширяют представления о магнитной микроструктуре, морфологии и их изменении в магнитных нанокомпозитах разного состава, полученных различными методами и подвергнутых различным способам обработки.

Также полученные результаты улучшают понимание процессов самоорганизации в ходе изготовления нанокомпозитов и могут быть использованы для развития технологий получения новых материалов с необходимыми заданными свойствами в различных областях науки и техники.

В работе была продемонстрирована эффективность МО спектроскопии как метода исследования при изучении тонких изменений в магнитной микроструктуре и морфологии нанокомпозитов.

Апробация работы

Материалы, вошедшие в диссертацию, были опубликованы в 14 работах, из которых 8 статей в российских и международных журналах и 6 тезисов в сборниках докладов и трудов конференций. Все указанные публикации соответствуют теме диссертации, а их список приведен в конце работы. Диссертация соответствует специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Основные результаты работы были представлены в виде 6 устных и стендовых докладов на всероссийских и международных конференциях: Moscow International Symposium on Magnetism(MISM 2017), Mockba (2017); International Baltic Conference on Magnetism 2017(IBCM 2017), Светлогорск (2017); XXIII Международная конференция "НОВОЕ в МАГНЕТИЗМЕ и МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛАХ", Москва (2018); VII Euro-Asian Symposium "Trends in Magnetism"(EASTMAG-2019), Екатеринбург (2019); Конференция "Ломоносов – 2020", Москва (2020);

Личный вклад автора

Формулировка цели и постановка задач проведены автором работы совместно с научным руководителем. Автором лично получена основная Измерены, часть экспериментальных результатов. описаны И проанализированы спектральные и полевые зависимости экваториального эффекта Keppa. Исследованы магнитные характеристики изучаемых нанокомпозитов индукционной магнитометрии. Анализ методами результатов, полученных из МО измерений, в контексте исследований структурных и транспортных свойств рассматриваемых образцов проводился совместно с научным руководителем и соавторами соответствующих работ.

Объём и структура работы

Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения и списков сокращений, публикаций и использованной литературы. В работе содержится 145 страниц машинописного текста, включая 60 рисунков, 5 таблиц и 125 библиографических ссылок.

Краткое содержание работы

Во *введении* обоснована актуальность работы и сформулирована её цель; раскрыты научная новизна и практическая ценность работы; представлена степень апробации работы, а так же ее объём и структура.

В первой главе представлен обзор литературы, посвященный магнитным нанокомпозитам и способам их изготовления. Приведена данной работы хронология важных лля этапов B изучении магнитооптических свойств различных наноразмерных систем. Описано явление суперферромагнетизма. В финале первой главы в развернутом виде сформулирована задача работы.

посвящена методике эксперимента и Вторая глава описанию исследуемых образцов. В ней изложена феноменология магнитооптических эффектов, в т.ч. экваториального эффекта Керра (ЭЭК), а так же методы эффективной среды для теоретического описания свойств наноразмерных структур. Приведены методика эксперимента и установка, позволяющая ЭЭК; методика измерять представлена эксперимента, позволяющая образцов. свойства Описаны исследовать магнитные системы нанокомпозитов, исследуемые в работе, а также методы и технологические параметры их получения.

В *третьей главе* представлены результаты исследования магнитных и магнитооптических свойств нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O), изготовленных различными методами, а также результаты исследований структурных, транспортных свойств этих же образцов и теоретического моделирования МО спектров. Исследовано влияние термомагнитного отжига на магнитные и МО свойства образцов. Проведен анализ полученных результатов, сформулированы основные выводы главы.

В *четвертой главе* представлены результаты исследования магнитооптических свойств нанокомпозитов CoFeB-C и Co-C, а также результаты исследований структурных, транспортных свойств этих же образцов. Исследовано влияние возможности частичного смешивания фаз НК на их МО свойства. Проведен анализ полученных результатов, сформулированы основные выводы главы.

В заключении сформулированы *основные результаты* диссертационной работы.

Глава 1 Обзор литературы

§ 1.1. Магнитные нанокомпозиты

1.1.1. Описание и свойства нанокомпозитов

За последние несколько десятилетий в науке и технике существенное развитие получила область изучения и применения низкоразмерных структур нанометрового масштаба, используя которые стало возможным получать материалы с уникальными заданными физическими свойствами[21]-[23].

Наноразмерные материалы впервые были описаны немецким физиком Гербертом Глейтером в 1981 году в работе [24]. Изначально он оперировал термином нанокристаллические материалы[25], [26], затем появились такие определения как наноструктурные и нанофазные материалы и нанокомпозиты.

В общем смысле нанокомпозитами называют материалы, состоящие из двух или более фаз с границами раздела(интерфейсами). Гранулированные нанокомпозиты представляют собой металлические гранулы, размещенные в представлять собой матрице, которая может как диэлектрик либо полупроводник, так и проводящий материал. В работах [27] и [28] при исследовании нанокомпозитов с размером гранул ≈1-100 нм был выявлен ряд особенностей для таких параметров как прочность, твердость, коэрцитивная сила и др. Таким образом, изменяя размер и материал гранул, можно влиять на физические свойства нанокомпозитов, существенно изменяя их.

Настоящая работа посвящена исследованию магнитных гранулированных нанокомпозитов, исследование которых привело К обнаружению в них ряда интересных физических свойств, таких как электропереноса параметров с изменением изменение концентрации магнитной фазы[29], нелинейное изменение оптических[30] И магнитооптических[31] гигантский магниторефрактивный параметров,

эффект[5], связь МО и магнитотранспортных свойств[32] и т.д.

Эти и другие свойства НК дают возможность широкого практического применения этих структур: в сфере хранения информации для получения магнитных головок и новых квантовых магнитных дисков[33]-[35]; для производства высокочувствительных магниторезистивных сенсоров[33]; пространственных модуляторов света[36]; тепловых приемников излучения[37]-[44]; т.н. умных или электрохромных стекол[45], [46]; применение в технике ВЧ и СВЧ диапазона[47], [48] и т.д.

1.1.2. Структура и понятие перколяции в нанокомпозитах

Выделяют ΗК два основных вида структуры магнитных металлокерамическая и агрегатная. Для агрегатной структуры допускается соприкосновение отдельных фаз с другом(Рис. 1.1). друг Металлокерамическая структура представляет собой магнитные гранулы, окруженные материалом матрицы, при этом свойства нанокомпозита зависят от концентрации магнитной компоненты.



Рисунок 1.1. Агрегатный и металлокерамический виды структуры нанокомпозитов.

Для нанокомпозитов одним из важнейших понятий, определяющих их свойства, является понятие о пороге перколяции х_{рег}. Это такая концентрация металлической фазы, при которой в нанокомпозите происходит переход диэлектрик-металл и способ проводимости меняется с туннельного на

металлический.

В образцах с малым содержанием металлической фазы гранулы небольшого размера распределены в диэлектрической матрице. С увеличением концентрации происходит рост металлических гранул в НК. Достигая соответствующего размера, они начинают соприкасаться, в конечном итоге образуя проводящую сеть из гранул, также называемую перколяционный кластер.

Также немаловажным является понятие концентрационной области перколяции как промежуточного диапазона концентраций при переходе между диэлектрическим и проводящим состояниями. В области перколяции наблюдаются различные уникальные физические свойства нанокомпозитов[49], поэтому она представляет наибольший интерес для изучения. При этом данная область концентраций в зависимости от особенностей конкретной системы нанокомпозитов может существенно различаться от 1-2 до 10 и более ат. % металлической компоненты.

Существуют различные методы определения концентрации порога перколяции в нанокомпозитах. Метод измерения транспортных свойств нанокомпозитов ДО И после отжига[29] предполагает получение концентрационных зависимостей удельного электрического сопротивления образцов до и после отжига при различных температурах. Концентрация металлической фазы, в которой полученные зависимости пересекаются, является концентрацией перколяционного перехода. Суть данного метода различном влиянии отжига транспортные свойства состоит В на диэлектриков и проводников. Отжиг уменьшает число дефектов в образце, таких как вакансии и др. При этом для образцов с металлическим типом дефекты являются рассеивающим фактором проводимости ДЛЯ электропереноса, в то время как для диэлектриков они увеличивают туннелирования. Таким образом, вероятность отжиг при разных температурах позволит получить несколько зависимостей, которые будут пересекаться при концентрации перехода металл-диэлектрик[29].

Концентрацию порога перколяции также определяют из магнитных и магнитооптических измерений. Например по появлению коэрцитивной силы H_c, изменению магнитных свойств(характера намагничивания), изменению величины магнитосопротивления и особенностям МО отклика образцов, который претерпевает наибольшие изменения именно в области перколяции[19], [31], [50]-[53].

Помимо этого, существует метод определения порога перколяции по величине ЭДС Баркгаузена[54].

Из экспериментальных исследований нанокомпозитов установлено, что для большинства из них значения x_{per} лежат в диапазоне 40-60 ат.% металлической фазы. Однако эта оценка несколько не совпадает со значениями теоретического численного моделирования, полученными в работе [55]. Также в указанной работе при попытке интерпретации таких различий экспериментальных и теоретических результатов было показано, что величина x_{per} зависит от распределения гранул по размерам.

Порог перколяции в реальных нанокомпозитах зависит от целого ряда параметров: концентрации составляющих фаз, морфологии и микроструктуры образцов, размеров и формы гранул, взаимной растворимости компонентов и т.д.

Далее рассмотрим основные элементы процесса получения НК.

§ 1.2. Получение нанокомпозитов

1.2.1. Основные методы изготовления нанокомпозитов

Основными методами для получения нанокомпозиционных систем являются термическое, катодное и ионно-плазменное напыление. Выбор конкретной методики напыления зависит от особенностей используемых материалов и требований к свойствам получаемых образцов[56].

Например, для получения структур, изготовление которых подразумевает распыление атомов для формирования ферромагнитных

металлов и сплавов, наиболее эффективным методом является ионно-лучевое распыление, при котором ионы инертного газа направляются потоком высокой энергии на мишень с атомами, которые будут формировать получаемый нанокомпозит. Важным фактором для распыления именно ферромагнитных материалов является взаимонезависимое расположение источника ионов инертного газа и распыляемой мишени. Именно ионнолучевое распыление использовалась для изготовления всех образцов, изучаемых в данной работе.

Важно отметить, ЧТО одним ИЗ критериев получения ДЛЯ гранулированных композитных систем является отсутствие растворимости компонентов друг в друге и невозможность химических соединений между ними[54], таким образом состав получаемых НК будет зависеть от возможности растворения металлической фазы(гранул) в диэлектрической или полупроводниковой фазе(матрице). К примеру, проведенные ранее исследования помощью методов рентгеновской спектроскопии[57] С показали, что небольшая часть атомов меди может находиться в диэлектрической фазе структур Cu-SiO₂[58].

1.2.2. Модели роста нанокомпозиционных систем

В ходе напыления нанокомпозита в вакуумной камере возможны два вида процессов самоорганизации – гетерогенный и гомогенный. В первом случае получаемый образец формируется в виде двух фаз с четкой границей раздела(интерфейсами). Во втором случае композит формируется одновременно из всех типов атомов, осаждаемых на подложку.

В случае гетерогенного формирования пленок во время осаждения элементов диэлектрической(Al₂O₃, SiO₂) и металлической(Fe, Co, Ni) фаз происходит их обособление[59]-[61]. Полученные в ходе осаждения структуры являются в зависимости от концентрации металлической фазы либо металлическими гранулами, распределенными в диэлектрической

матрице, либо областями диэлектрика, распределенными в металлическом проводящем кластере[62].

Механизм самоорганизации нанокомпозитов в случае гетерогенного зародышеобразования при напылении представлен на рисунке 1.2[63]. Элементы каждой фазы при распылении присоединяются к кластеру, состоящему из этих же элементов. При этом в случае осаждения к кластеру из элементов другой фазы, они будут перемещаться в сторону кластера своей фазы, не проявляя химического взаимодействия и растворимости по отношению к элементам этой фазы.



Рисунок 1.2. а – схема процесса осаждения элементов напыляемого нанокомпозита на подложку при гетерогенной самоорганизации фаз; б – схема гетерогенной самоорганизации фаз при формировании нанокомпозитов в зависимости от температуры подложки[63].

В ходе описанного процесса формируется нанокристаллическая структура из двух фаз. Важно отметить, что процессы самоорганизации зависят, в том числе и от температуры подложки[64]. Например, при повышении температуры подложки фазы могут формировать колончатую структуру, направленную перпендикулярно плоскости пленки.

Второй вид самоорганизации напыляемых пленок – гомогенное зародышеобразование(Рис. 1.3). Он реализуется в случае НК, для которых допускается химическое взаимодействие и растворимость между фазами. Отличительной особенностью данного вида является формирование пленки, одновременно включающее все элементы обеих фаз, поступающих на подложку.



Рисунок 1.3. Схема процесса осаждения элементов напыляемого нанокомпозита Со-С на подложку при гомогенной самоорганизации фаз.

Более подробно модель формирования гомогенных зародышей в тонких пленках будет рассмотрена при обсуждении результатов в Главе 4.

§ 1.3. Магнитные состояния нанокомпозитов

1.3.1. Критические концентрации ферромагнитной фазы в нанокомпозитах

Как было отмечено ранее, магнитные свойства НК сильно зависят от концентрации магнитной составляющей. В области концентраций значительно меньшей х_{рег} композит состоит из отдельных невзаимодействующих частиц и является суперпарамагнетиком(SPM), в то

время как в области выше х_{рег}, после формирования единого металлического кластера НК становится ферромагнетиком(FM).

В предыдущих исследованиях[19], [31], [51], [52], [55], [65] при изучении наноразмерных структур рассматривалась лишь одна критическая концентрация перколяции – x_{per}, описанная ранее. При этом подразумевалось, при прохождении данной концентрации происходят критические ЧТО изменения как для транспортных (переход металл-изолятор – ПМИ), так и для магнитных (переход от FM- к SPM-упорядочению) свойств образцов. Однако и концентрация появления дальнего магнитного порядка x_{FM}, и переход металл-изолятор х_{МI} могут различаться как между собой, так и не совпадать с порогом транспортной перколяции х_{рег}. Одними из причин таких различий в критических перколяционных параметрах могут быть возможность туннелирования между гранулами, а также наличие в структуре ионов металла, которые во время процессов самоорганизации нанокомпозита могут оказаться распределенными в матрице соединения[66].

Также различие критических концентраций х_{FM} и х_{per} обусловлено тем, что для формирования дальнего магнитного порядка в отличие от проводящего кластера не нужен контакт между гранулами, так как существует возможность обмена через диэлектрическую прослойку[66].

Значения критических параметров для каждой реальной системы НК зависят от тех процессов самоорганизации, которые происходят при формировании НК во время осаждения, и сильно зависят от технологических параметров их получения.

1.3.2. Суперферромагнетизм и его место среди других магнитных состояний нанокомпозитов

В работах [67] и [11] впервые для нанокомпозитных систем были описаны различные магнитные состояния, такие как суперферромагнитное(SFM)[68], [69] и состояние спинового стекла или

"superspinglass" (SSG) [70], [71], которые обнаруживались в области концентраций магнитной компоненты до порога перколяции.

SFM-состояние характерно наличием ферромагнитного порядка в области концентраций, где физическая перколяция, приводящая к металлической проводимости(x_{per}) еще отсутствует. Суперферромагнитные домены, представляющие из себя ферромагнитные частицы и кластеры, находящиеся в образце, в котором еще не образовалась проводящая сеть из металлических частиц, являются аналогом ферромагнитных доменов в ферромагнитных образцах. При этом вместо атомных спинов для FM состояния, в случае SFM состояния за магнитное взаимодействие будут отвечать т.н. "суперспины" однодоменных частиц.

Важно отметить, что SFM состояние не возникнет, если между частицами имеется лишь диполь-дипольное взаимодействие. В этом случае они, как правило, будут формировать другое, неупорядоченное дипольное состояние, называемое спиновыми стеклами(SSG), в то время как SFMупорядочение требует дополнительного взаимодействия между частицами, аналогичного обменному[72], [73].

Таким образом, в зависимости от морфологии наночастиц и взаимодействия между частицами в доперколяционной области могут возникать SPM(суперпарамагнитное), SSG и SFM магнитные состояния, которые образуют область супермагнетизма("supermagnetism")[67].

При этом, как было сказано ранее, атомные спины для супермагнетиков заменяются мезоскопическими магнитными моментами наночастиц, называемых суперспинами.

Полная последовательность критических концентраций и изменения магнитных состояний в НК с ростом концентрации ферромагнитной компоненты будет иметь вид x_{SPM}<x_{SSG}<x_{SFM}<x_{FM}<x_{MI}<x_{per}<x_{phy}[74].

Возможность появления суперферромагнитного состояния, как одного из магнитных состояний в НК, важна для понимания и обсуждения

процессов, которые наблюдались в ряде НК, исследуемых в настоящей работе.

При исследовании МО свойств нанокомпозитов (CoFeB)_x-(Al-O)_{100-x} в работе [75] было показано, что в области концентраций металлической компоненты до порога перколяции в непроводящем образце возможно одновременное существование как крупных ферромагнитных гранул и кластеров(SFM), так и отдельных суперпарамагнитных частиц, что приводит аномальному поведению МО отклика при определенных энергиях К падающего света для нанокомпозитов В окрестности критической Подобное концентрации поведение полевых спектральных X_{MI}. И зависимостей МО эффектов свидетельствует о возможном формировании магнитно-неоднородного упорядочения в исследованных образцах, при котором наряду с SFM-доменами в НК присутствуют SPM-частицы.

В заключение стоит отметить, что как видно из приведенных данных, при изготовлении НК могут возникать самые различные сценарии получаемой морфологии и магнитной микроструктуры, размеров и формы гранул и их расположения в матрице образцов. Это в свою очередь делает возможным появление различных сценариев магнитного упорядочения в НК: ферромагнитного(FM), антиферромагнитного(AFM), ферримагнитного, суперферромагнитного(SFM), состояния спинового стекла(SSG), а также различных магнитно-неоднородных состояний, таких как (SFM+SPM), (SSG+SPM) и других.

При этом именно МО методы исследования являются наиболее информативными и чувствительными к тонким изменениям магнитной микроструктуры и морфологии НК, и поэтому являются эффективными при изучении их эволюции.

§ 1.4. Исследования магнитооптических свойств нанокомпозитов

Первым исследованием в области изучения магнитооптических свойств гранулированных структур была работа Г. С. Кринчика, Л. В. Никитина и О. В. Касаткиной[76] 1984 года. В данной работе было продемонстрировано, что МО отклик поверхностной структуры ультрадисперсных сред отличается от МО отклика для объемных кристаллов.

В работе [15] были выявлены существенные различия в поведении МО отклика для нанокомпозитов $Co_x(Al_2O_3)_{100-x}$ и образцов из чистого кобальта. При этом величина отклика в НК достигала значений, значительно больших, чем для однородных структур Со.

Из результатов МО исследований [15] и [77] следует, что характер поведения МО отклика зависит как от состава металлической фазы, так и от материала матрицы НК. Спектральные зависимости НК Co_x(Al₂O₃)_{100-x}[15] и Co_x(CuO)_{100-x}[77] аналогичны в диапазоне видимого света, но значительно отличаются в ближнем ИК-диапазоне электромагнитного излучения.

Подобные различия в МО свойствах в ИК диапазоне спектров наблюдались работе [19] $(CoFeB)_x(SiO_2)_{100-x}$ В для систем И (CoFeB)_x(Al₂O₃)_{100-x}. Результаты данного исследования показали, что в ультрафиолетовой части спектра вид зависимостей и величина ЭЭК для обоих типов НК идентичны. В то время как в ближнем инфракрасном диапазоне наблюдается заметное несоответствие. Важно отметить, что значение концентрации Xper, определенное ПО изменению величины магнитосопротивления, совпадало с концентрацией максимального МОотклика, что подтвердило корреляцию различных методов определения х_{рег} из магнитных и МО измерений.

Варианты теоретического расчета параметров МО свойств гранулированных сред впервые были разработаны в исследованиях [78] и

[79] с помощью методов эффективной среды, а именно приближений Бруггемана(ПБ) и Максвелла-Гарнетта(МГ).

Сравнение экспериментальных и теоретических результатов в рамках исследования гранулированных структур впервые было проведено в МГУ им. М. В. Ломоносова на кафедре магнетизма в работе [15]. В ней при сравнении экспериментальных данных, полученных путем измерения экваториального эффекта Керра в образцах (Co₇₀Fe₃₀)₃₀Ag₇₀, и теоретических расчетов МО свойств в рамках приближения Бруггемана был сделан ряд выводов о связи магнитной микроструктуры гранулированных сред с их МО свойствами.

Влияние отжига на МО свойства нанокомпозитов было исследовано в работе [80], в которой было установлено, что для образцов на основе Со наибольшие изменения МО отклика после термомагнитной обработки наблюдались в ИК области спектра. При этом влияние термической обработки на МО свойства образцов зависело от материала матрицы.

Важно отметить, что структурные исследования образцов Co-Sm-O[81] не выявили каких-либо изменений картины дифракции электронов в результате отжига при температурах до 400⁰C. При этом величина MO отклика для систем Co_x(TiO₂)_{100-х} после термомагнитной обработки изменялась в несколько раз, что свидетельствует об изменении морфологии и магнитной микроструктуры под действием отжига при 200⁰C.

В работе [82] было изучено влияние технологии получения нанокомпозитов на их МО свойства. Обнаружено существенное отличие МО отклика объемных "bulk" композитов от послойно напыляемых(Puc. 1.4), что объяснялось значительными отличиями микроструктуры послойно напыляемых композитов от микроструктуры объемных, так как размер и форма гранул в нанокомпозитном слое зависят от его толщины(Puc. 1.5).



Рисунок 1.4. Сравнение спектральных(А) и полевых(В) зависимостей ЭЭК для объемного и мультислойных НК состава (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x} с различными толщинами слоёв для образцов с концентрацией ферромагнитной компоненты в окрестности 41 ат.%.



Рисунок 1.5. Модель микроструктуры объемных и мультислойных НК.

В работе [83] исследовалось влияние состава подложки пленочных НК, а также возможность структурных фазовых переходов с изменением концентрации магнитной компоненты на их МО свойства. В данном исследовании было установлено, что процессы самоорганизации в НК CoFeZr(MgF₂) с подложками из стекла и ситалла различаются, и это влияет на получаемый МО отклик, а также были продемонстрированы особенности МО свойств, связанные со структурным перестроением НК при изменении концентрации магнитного сплава. Из описанных выше результатов видно, что на свойства НК сильно влияет целый ряд параметров. Это и составы, как гранул НК, так и их матрицы. Это и распределение гранул в НК по форме и размеру. Также это и технологические параметры изготовления и обработки образцов. Поэтому актуальной задачей на сегодня является исследование новых нанокомпозитов и зависимости их свойств от составов фаз и различных методов получения образцов.

§ 1.5. Постановка задачи

Несмотря на большое количество работ и значительный прогресс в области изучения магнитных гранулированных нанокомпозитов до сих пор нет полного понимания процессов и механизмов, которые определяют магнитные свойства этого класса материалов.

Поэтому для дальнейшего изучения магнитной микроструктуры гранулированных нанокомпозитов, особенностей ее формирования в зависимости от составов гранул и матрицы НК, а также от различных технологических параметров изготовления и обработки получаемых образцов, в *настоящей работе* была поставлена задача исследования магнитных и магнитооптических свойств ряда нанокомпозиционных систем.

Во-первых, для выявления влияния технологических параметров изготовления, а также термомагнитной обработки на магнитные и магнитооптические свойства НК были исследованы системы образцов состава ($Co_{45}Fe_{45}Zr_{10}$)_x(Al_2O_3)_{100-x}, в которых гранулы в виде ферромагнитного сплава CoFeZr распределены в оксидной диэлектрической матрице Al_2O_3 . Первая из исследованных систем напылялась в атмосфере чистого Ar, вторая в атмосфере Ar с добавлением реактивного газа в виде N₂. Также была получена многослойная система, в которой чередовались слои, полученные в атмосфере чистого Ar и в атмосфере Ar с добавлением N₂. При этом в каждой из полученных систем часть образцов была подвергнута термомагнитному

отжигу. Выбор составов исследуемых НК был обусловлен сравнительно большими значениями МО отклика для нанокмпозитов с гранулами CoFeZr.

Так как МО-методы чувствительны к форме и размеру гранул, а также к концентрации магнитной фазы, была поставлена задача провести МО исследования указанных систем НК и проанализировать их, учитывая результаты различных структурных и транспортных исследований, проведенных на этих же образцах.

Во-вторых, учитывая, что МО свойства НК, в которых допускается частичное смешивание фаз, ранее не изучались, было принято решение исследовать системы НК состава CoFeB-C и Co-C, в которых магнитные гранулы распределены в полупроводниковой бескислородной матрице в виде Проведенные углерода. ранее структурные исследования[84] продемонстрировали возможность частичного смешивания фаз в НК Вполне логично предположить, что подобные указанных составов. структурные изменения в образцах должны существенным образом влиять на их МО свойства.

Таким образом, была поставлена задача изучить МО свойства указанных систем, сравнить их со свойствами системы НК CoFeB(SiO₂), идентичной по методу изготовления и составу гранул, но с диэлектрической матрицей в виде оксида кремния, и выявить влияние возможности частичного смешивания фаз на МО свойства НК, а также проанализировать полученные результаты с учетом результатов структурных и транспортных исследований указанных систем.

Глава 2 Методика эксперимента и исследуемые образцы

§ 2.1. Магнитооптические эффекты и магнитооптические свойства нанокомпозитов

2.1.1. Описание магнитооптических эффектов

Явления, в результате которых свет изменяет свои свойства при взаимодействии с намагниченным веществом, называются магнитооптическими эффектами. МО эффекты обусловлены тем, что в веществах, которые обладают спонтанным магнитным моментом, либо веществах, помещенных во внешнее намагничивающее поле, проявляются свойства двойного кругового и линейного двулучепреломления и дихроизма, взаимодействие света с такими веществами сопровождается изменением его интенсивности, поляризации или фазы[85].

В основе МО эффектов лежит эффект Зеемана, который заключается в расщеплении под действием внешнего магнитного поля энергетических уровней электронов в веществе.

Впервые взаимодействие электромагнитной волны с намагниченными средами наблюдал и исследовал английский физик Майкл Фарадей в 1845 году. К тому моменту из работ Френеля, Малюса и других было достоверно материалы способны изменять известно, что различные параметры поляризации света при их соответствующей ориентации[86]. При этом Фарадей твердо полагал, что видимый свет имеет электромагнитную природу, и, таким образом, явления, связанные с электричеством и магнетизмом должны оказывать определенное влияние на его свойства. Проведя ряд экспериментов, он обнаружил, что при прохождении линейно наблюдается поляризованного через намагниченное вещество света вращение плоскости поляризации.

Впоследствии его открытие привело к обнаружению большого количества МО эффектов с линейной либо нелинейной зависимостью от намагниченности, прямых и обратных, наблюдаемых в видимой, инфракрасной, ультрафиолетовой и рентгеновской областях спектра, а появившиеся МО методы исследования стали широко применяться в физике и технике.

Магнитооптические эффекты можно классифицировать по различным параметрам. Их можно разделить на две группы в зависимости от метода наблюдения: наблюдаемые в проходящем через образец свете – эффект Фарадея, эффект Коттона-Мутона, эффект Фохта, обратный эффект Фарадея(эффект Питаевского); и наблюдаемые в отраженном от образца свете – эффекты Керра, ориентационный МО эффект, интенсивностные МО эффекты, магниторефрактивный эффект[85].

Также можно разделить эффекты в зависимости от четности по намагниченности на линейные и квадратичные, а в зависимости от расположения плоскости света относительно вектора намагниченности на продольные и поперечные[85].

МО эффекты зависят от характера поляризации падающего света[87], [88]. В случае продольной конфигурации, собственными модами в среде являются право и лево поляризованные по кругу(либо эллиптически) волны. В поперечной конфигурации собственными модами в среде являются линейно-поляризованные p- и s- волны. При этом p-компонентой падающего света называют составляющую, у которой вектор напряженности электрического поля параллелен плоскости падения света, а s-компонентой составляющую, у которой он перпендикулярен ей.

В настоящей работе все МО исследования заключались в измерении эффекта Керра, который был открыт в 1876 году шотландским физиком Джоном Керром. Он наблюдал вращение плоскости поляризации света, отраженного от полюса железного магнита[89]. В данной геометрии эффект получил название Полярного эффекта Керра(ПЭК). Впоследствии в

зависимости от конфигурации расположения намагничивающего поля, плоскости падения света и плоскости образца были открыты Меридиональный(МЭК) и Экваториальный(ЭЭК)[90] эффекты Керра.

На рисунке 2.1 представлена конфигурация расположения плоскости падения света, вектора намагниченности **М** и плоскости образца для различных видов геометрии эффекта Керра[85].



Рис. 2.1. Геометрия расположения плоскости образца, плоскости падения и отражения света и вектора намагниченности **M** в случае полярного, меридионального и экваториального эффектов Керра.

Экваториальный эффект Керра состоит в изменении интенсивности отраженного от образца света и сдвиге фазы р-компоненты поляризации. ЭЭК наблюдается только для р-компоненты падающего света. При этом для s-компоненты можно зафиксировать лишь более слабый эффект, квадратичный по намагниченности[85].

Причиной изменения интенсивности света является изменение коэффициента отражения образца при его намагничивании. Это изменение пропорционально компоненте намагниченности, которая является перпендикулярной к плоскости падения света[85].

В зависимости от целей и задач конкретного исследования или практической разработки можно выбрать соответствующую геометрию эффекта Керра. Например, в случае, когда необходимо получить большие

углы вращения поляризации, предпочтительной будет геометрия полярного эффекта Керра[91]. ПЭК широко применяется для считывания информации с МО дисков. При этом для МО исследований тонких пленок такая конфигурация не подходит из-за невозможности намагничивания в малых полях. Для подобных целей эффективно использовать экваториальную геометрию эффекта Керра, которая и применялась для измерений МО свойств в данной работе.

В контексте рассмотрения MO эффектов важно отметить магнитооптический эффект(ОМЭ), ориентационный обнаруженный В отраженном свете на кафедре магнетизма МГУ Кринчиком Г. С. и Гущиным В. С. в 1971 году[92]. Он является квадратичным по намагниченности и заключается в изменении интенсивности отраженного света при повороте вектора намагниченности в плоскости образца.

Также на кафедре магнетизма МГУ в 1999 году при исследовании композитов был открыт магниторефрактивный эффект[93], заключающийся в изменении коэффициентов отражения, пропускания и поглощения света при намагничивании образцов с гигантским магнетосопротивлением.

Теоретическое обоснование МО эффектов впервые было дано Петросом Аргиресом в 1955 году. Он опубликовал работу[94], в которой объяснил возникновение МО эффектов Фарадея и Керра за счет спиновой поляризации электронов и спин-орбитального взаимодействия.

2.1.2. Теоретическое описание ЭЭК

Рассмотрим подробнее эффект Керра в экваториальной геометрии. В теории взаимодействие электромагнитной волны с намагниченной средой определяется видом тензоров диэлектрической и магнитной проницаемостей этой среды $\hat{\varepsilon}$ и $\hat{\mu}$ [85]. Если в тензорах $\hat{\varepsilon}$ или $\hat{\mu}$ появляются недиагональные члены, отличные от нуля, то такие среды называют гироэлектрическими или гиромагнитными соответственно. Также выделяют

понятие бигиротропной среды, для которой отличными от нуля являются недиагональные компоненты, как в тензоре $\hat{\mathcal{E}}$, так и в тензоре $\hat{\mu}$.

Пусть гироэлектрическая среда, намагниченная вдоль оси *z* (рис. 2.1*в*), характеризуется тензором диэлектрической проницаемости вида

$$\hat{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon & -i\varepsilon' & 0\\ i\varepsilon' & \varepsilon & 0\\ 0 & 0 & \varepsilon_0 \end{pmatrix}, \qquad (2.1)$$

где $\varepsilon' = \varepsilon'_1 - i\varepsilon'_2$ (также обозначаемый γ) — комплексный магнитооптический параметр среды, пропорциональный её намагниченности, а $\varepsilon = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2$. Тогда при решении уравнений Максвелла

$$\begin{cases} \operatorname{rot} \mathbf{E} = -\frac{1}{c} \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \\ \operatorname{rot} \mathbf{H} = \frac{1}{c} \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} \\ \operatorname{div} \mathbf{D} = 0 \\ \operatorname{div} \mathbf{B} = 0 \end{cases}$$
(2.2)

и тензорного уравнения

$$\mathbf{D} = \hat{\boldsymbol{\varepsilon}} \mathbf{E} \tag{2.3}$$

можно получить[85] следующую формулу для величины экваториального эффекта Keppa(TKE – Transversal Kerr Effect):

$$TKE = a\varepsilon_1' + b\varepsilon_2', \qquad (2.4)$$

Где

$$a = 2\sin 2\varphi \frac{A_1}{A_1^2 + B_1^2}, \quad b = 2\sin 2\varphi \frac{B_1}{A_1^2 + B_1^2},$$

$$A_1 = \varepsilon_2 (2\varepsilon_1 \cos^2 \varphi - 1), \quad B_1 = (\varepsilon_2^2 - \varepsilon_1^2) \cos^2 \varphi + \varepsilon_1 - \sin^2 \varphi,$$

(2.5)

а *φ* — угол падения света.

Из приведенных выражений, зная величину ЭЭК, возможно рассчитать значения недиагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости ε_1' и ε_2' . Для этого можно, используя значения диагональных компонент ε_1 и ε_2 , а также зная величину ЭЭК для двух различных углов падения света φ , получить систему уравнений вида (2.4)[85].

Для описания МО эффектов в твердых телах необходимо отметить, что в них под воздействием электромагнитного излучения видимого и инфракрасного диапазонов в зависимости от энергии фотонов могут происходить внутризонные и межзонные оптические переходы электронов. Внутризонные переходы вносят основной вклад в формирование МО отклика в ближней инфракрасной и ИК области излучения. Вклад внутризонных переходов уменьшается с ростом энергии фотонов ~ $1/\omega^2$. При этом вклад межзонных переходов напротив растет с увеличением энергии фотонов, и в видимой области спектра основной вклад в формирование МО отклика

Следуя Аргиресу[94], вклад в компоненты тензора диэлектрической проницаемости за счёт межзонных переходов можно записать в виде:

$$\varepsilon_{2} \sim \sum_{\sigma,m,n} \int |P_{mn}|^{2} \delta(\omega - \omega_{mn}) d^{3}k,$$

$$\varepsilon_{2}^{\prime} \sim \pm \sum_{\sigma,m,n} \int Q_{mn} \delta(\omega - \omega_{mn}) d^{3}k,$$
(2.6)

где σ - спин(«+» и «-» указывают направление спина); *m* и *n*- свободные и занятые состояния; P_{mn} – матричные элементы оператора импульса, относящиеся к диагональным членам; Q_{mn} – матричные элементы оператора импульса, относящиеся к недиагональным членам и учитывающие влияние спин-орбитального взаимодействия(СОВ) на волновые функции.

Таким образом, поведение компонент тензора определяется величиной матричных элементов и межзонной плотностью состояний:

$$\varepsilon_2 \sim \varepsilon_2' \sim \sum_{m,n} f_{mn} \int \frac{dS}{\nabla_k (E_m - E_n)},$$
 (2.7)

где *f*_{mn}— межзонная сила осциллятора, а *S*- изоэнергетическая поверхность, определяемая условием:

$$\hbar\omega = E_m(\mathbf{k}) - E_n(\mathbf{k}) \,. \tag{2.8}$$

В критических точках, где

$$\nabla_{k}[E_{m}(k) - E_{n}(k)] \approx 0, \qquad (2.9)$$

в непрерывных оптических и МО спектрах должны наблюдаться особенности. Наличие таких особенностей в электронном энергетическом спектре приводит к особенностям на кривых ε_2 и ε'_2 , а значит, они будут проявляться и в МО-спектрах, в том числе для дисперсионных зависимостей ЭЭК[95].

Помимо особенностей в спектрах, обусловленных критическими точками типа (2.9), в металлах также есть дополнительная причина возникновения аномального поведения. Возможно существование такой локализации уровня Ферми и такой топологии изоэнергетических

поверхностей в некоторых областях зоны Бриллюэна, не обязательно связанных с критическими точками, где становятся возможными межзонные переходы между занятыми и свободными зонами, таким образом, в спектрах появятся аномалии, связанные с переходами к уровню Ферми. Такие особенности наиболее сильно будут проявляться в МО эффектах[96].

Вклады межзонных оптических переходов от подзон левых и правых спинов в ε'_2 противоположны по знаку. Изломы на графиках МО-эффектов можно интерпретировать как появление или прекращение переходов из какой-либо зоны относительно уже имевшихся переходов.

2.1.3. Теоретическое описание магнитооптических свойств нанокомпозитов

Расчет комплексного магнитооптического параметра у из первых принципов, подобно способу, продемонстрированному в п. 2.1.2, возможен образцов. для однородных И массивных Однако для магнитных гранулированных нанокомпозитов, которые являются магнитнонеоднородными средами, расчет у из первых принципов в настоящее время представляется возможным. Поэтому единственным подходом для не описания МО явлений в НК являются методы эффективной среды(МЭС)[97].

МЭС заключаются значений В нахождении комплексного магнитооптического параметра у и элементов тензора диэлектрической проницаемости ε с использованием величин γ^M и ε^M для металлической составляющей композита, а $\gamma^D \varepsilon^D$ для диэлектрической. Разработано несколько видов методов эффективной среды. Прежде всего стоит отметить приближение Бруггемана(ПБ) и симметризованное приближение Максвелла Гарнетта(СМГ)[19], [98], [99]. Приближение Бруггемана обычно используют средних концентраций металлической компоненты. При ДЛЯ малых ΠБ приближением Максвеллазначениях концентрации заменяют Гарнетта(МГ), которое неприменимо в области перколяции.
Выражения для получения эффективных значений комплексного магнитооптического параметра γ и элементов тензора ε для ПБ выглядят следующим образом:

$$f\frac{\varepsilon^{M}-\varepsilon}{\varepsilon+L^{M}(\varepsilon^{M}-\varepsilon)}+(1-f)\frac{\varepsilon^{D}-\varepsilon}{\varepsilon+L^{D}(\varepsilon^{D}-\varepsilon)}=0$$
(2.10)

$$f \frac{\gamma - \gamma^{M}}{\left[\varepsilon + L^{M}(\varepsilon^{M} - \varepsilon)\right]^{2}} + (1 - f) \frac{\gamma}{\left[\varepsilon + L^{D}(\varepsilon^{D} - \varepsilon)\right]^{2}} = 0$$
(2.11),

где *f* – объемная доля металла, *L* –форм-факторы гранул для металла и диэлектрика[19].

Важно отметить, что в рамках ПБ учитывается только наличие в образце двух отдельных фаз, но не уточняется возможность существования отдельных гранул. Данный фактор учитывается в приближении СМГ, однако это усложняет процесс расчета[19],[100].

Метод симметризованного Максвелла-Гарнетта подразумевает учёт двух типов частиц(металлических и диэлектрических), которые описываются вероятностной моделью Шенга[101]. При этом в ходе расчета используются как методы МГ, так и ПБ. Приближение Максвелла-Гарнетта используется для описания эффективной диэлектрической проницаемости ε_{eff} металлических и диэлектрических частиц, окруженных диэлектрической и металлической средой соответственно, а затем в рамках приближения Бруггемана рассчитывается ε_{eff} для всего композита, состоящего из этих частиц.

СМГ позволяет получать более точное описание МО свойств, чем ПБ, что было продемонстрировано в работе [19], в которой исследовались системы (CoFeZr)_x(SiO₂)_{100-x} и (CoFeB)_x(SiO₂)_{100-x} и было установлено, что

приближение СМГ дает хорошее совпадение теоретически смоделированных и экспериментальных кривых.

Для учета размерных эффектов вместо исходных значений ε^{M} , γ^{M} для объемных образцов в работах [97], [100] предложено использовать модифицированные выражения ε_{r}^{M} , γ_{r}^{M} :

$$\varepsilon_r^M = \varepsilon^M + \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i/\tau_{bulk})} - \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i/\tau_{gr})}$$
(2.12)

$$\gamma_r^M = \gamma^M + \frac{4\pi\sigma_{xy}^{bulk} / \tau_{bulk}^2}{\omega(\omega + i / \tau_{bulk})^2} - \frac{4\pi\sigma_{xy}^{gr} / \tau_{gr}^2}{\omega(\omega + i / \tau_{gr})^2}$$
(2.13)

$$\frac{1}{\tau_{gr}} = \frac{1}{\tau_{bulk}} + \frac{\nu_F}{r}$$
(2.14)

$$\sigma_{xy}^{bulk} = 4\pi M_s R_{bulk} / \rho_{bulk}^2, \ \sigma_{xy}^{gr} = 4\pi M_s R_{gr} / \rho_{gr}^2$$
(2.15)

$$R_{gr} = R_{bulk} + 0.2R_{surf} \frac{l}{r} (1 + \frac{l}{r})$$
(2.16)

$$\rho_{gr} = \rho_{bulk} (1 + \frac{l}{r})$$
(2.17).

Здесь l - длина свободного пробега; v_F - фермиевская скорость; ω_p - плазменная частота; r - средний размер гранул; M_s - намагниченность насыщения; σ_{xy} - недиагональная(Холловская) проводимость; ρ - удельное сопротивление; R – коэффициент аномального эффекта Холла(АЭХ); R_{surf} - коэффициент АЭХ поверхностного(surface) слоя гранулы, τ – время релаксации. Индексы *bulk* и *gr* показывают, характеризует ли величина

свойства объемного материала либо свойства гранул из этого материала соответственно.

В отличие от методов МГ и ПБ, приближение СМГ подходит для описания МО свойств образцов при произвольных значениях концентрации металлической компоненты.

Важно отметить, что при описании МО свойств образцов с помощью методов эффективной среды возникают некоторые сложности. Прежде всего, с помощью МЭС невозможно рассчитать МО параметры в области перколяции[102], [103], т.к. расчеты МЭС не учитывают эффекты флуктуации частиц.

Также МЭС не учитывают возможность наличия туннельного эффекта, который может вносить ощутимый вклад в МО свойства именно в области перколяции.

Еще одной проблемой, которая возникает при использовании методов эффективной среды, оказывается возможность учесть лишь один порог перколяции, соответствующий изменению транспортных свойств. При этом как было описано в Главе 1, порог перколяции, наблюдаемый при измерении транспортных свойств(x_{per}), не совпадает с концентрациями появления ферромагнитного порядка(x_{FM}) и перехода металл-диэлектрик(x_{MI})[66]. И, хотя значения этих критических концентраций металлической компоненты для систем металл-диэлектрик в большинстве случаев довольно близки, их отличия сильно отражаются на зависимостях МО свойств образцов.

В заключение рассмотрения МЭС необходимо указать еще одну трудность, возникающую при их использовании. В работе [66], в которой исследовались системы CoFe-B-Al-O, при низких температурах было обнаружено, что в матрице нестехиометрического соединения могут находиться до 10²² см⁻³ ионов Co²⁺ и Fe³⁺. Подобные особенности микроструктуры могут существенным образом повлиять на МО свойства нанокомпозитов. Однако методы эффективной среды не позволяют учесть возможность нахождения подобных атомов или ионов в образцах. Помимо

этого не получится учесть возможность структурных фазовых переходов, в частности кристаллизации аморфных гранул в композитах, которые могут происходить при изменении концентрации металлической компоненты, так как это повлечет за собой изменение основных параметров для МЭС.

§ 2.2. Методика измерения магнитооптических свойств

2.2.1. Экспериментальная установка

В настоящей работе для магнитооптических исследований использовался эффект Керра в экваториальной геометрии(ЭЭК).

Для измерения величины эффекта использовался динамический метод, при котором исследуемый образец находится в переменном магнитном поле частотой 40 Гц.

Принципиальная схема установки[104], которая была использована в работе, приведена на рис. 2.2.



Рис. 2.2. Принципиальная схема установки для измерения экваториального эффекта Керра[104].

Где 1 – галогенная лампа; 2 – монохроматор; 3 – поляризатор; 4, 8 – линзы; 5 – образец; 6 – электромагнит; 7 – зеркало; 9 – фотоприёмник(ФЭУ или PbS); 10 – селективный усилитель-преобразователь; 11 – АЦП; 12 – ЭВМ; 13 – звуковой генератор; 14 – усилитель.

Свет от галогенной лампы 1 проходит через монохроматор 2 (ДМР-4), на котором можно установить определённую длину волны света. Далее с помощью поляризатора 3 (призмы Глана) выделяется *p*-компонента света. Свет проходит через линзу 4, фокусируясь тем самым на образце 5. Образец находится между полюсами электромагнита 6, создающего переменное магнитное поле частотой 40 $\Gamma \mu$. Отражённый свет направляется зеркалом 7 и линзой 8 в окошко фотоприёмника 9.

В зависимости от длины волны падающего света приёмником служит фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) Hamamatsu H8249-101 (для видимого и ближнего УФ диапазона) или фотосопротивление PbS (для измерений в ближней инфракрасной области).

На выходе фотоприёмника формируются две составляющие сигнала: постоянная *I*_{nocm.} и переменная *I*_{nep.}. Первая пропорциональна интенсивности отражённого света, вторая — изменению интенсивности при перемагничивании.

Переменная составляющая усиливается и преобразуется на селективном усилителе-преобразователе SR-530 *10*. Данные с фотоприёмника и селективного усилителя поступают через АЦП *11* на ЭВМ *12*.

Опорный сигнал подаётся на селективный усилитель-преобразователь от звукового генератора *13* (GAG-810). Этот же генератор через усилитель *14* (100У-101) питает электромагнит *6*.

Программа ЭВМ производит усреднение данных, полученных с фотоприёмника и селективного усилителя, и вычисляет величину ЭЭК, которая определяется соотношением:

$$TKE = \frac{I_{nep.}}{I_{nocm.}} 10^{-k}, \qquad (2.18)$$

где *k* — коэффициент усиления селективного усилителя. Количество измерений для одной точки и коэффициент *k* можно задавать вручную в зависимости от качества сигнала и сложности записываемой кривой.

Также для фиксации значений длины волны света и напряженности магнитного поля с ЭВМ через АЦП 11 связаны монохроматор 4 и усилитель 14.

Описанная установка позволяет получать спектральные зависимости ЭЭК в диапазоне энергий от 0,5 до 4,0 эВ и полевые зависимости ЭЭК в магнитных полях напряжённостью до 3,0 кЭ. Максимальная чувствительность установки составляет 2·10⁻⁵.

2.2.2. Источники ошибок

Проверка отсутствия наводок в установке проводилась измерением ЭЭК на *s*-компоненте света, для которой его величина равна нулю.

Ошибка установки угла падения составляла около 0,5°, угол падения определяется по шкале, на которую направляется отражённый пучок. Точность сходимости пучка падающего света 1,5°. Относительная немонохроматичность пучка, выходящего из монохроматора, составила $\frac{\Delta E}{E} = 3 \cdot 10^{-3}$. При установке монохроматора, положение *p*-компоненты определяется по минимуму интенсивности отражённого света, что может давать ошибку приблизительно 15', но не будет влиять на величину полученного MO отклика[104].

§ 2.3. Методика измерения магнитных свойств

Магнитные свойства образцов изучались на вибрационном магнитометре VSM(Vibrating Sample Magnetometer) 7407 фирмы LakeShore[105], в настоящее время использующимся на кафедре магнетизма МГУ им. М. В. Ломоносова. Общий вид установки представлен на рисунке 2.3.



Рисунок. 2.3. Принципиальная схема установки. 1 — электромагнит; 2 — блок вибрирующего держателя; 3 — вибрирующий пьезоэлемент с креплением для штока; 4 — шток с образцом; 5 — винт управление поворотом образца вдоль оси штока; 6 — винты позиционирования образца вдоль осей X, Y, Z; 7 — стойка измерительной аппаратуры; 8 — тумблер включения стойки аппаратуры; 9 — компьютер; 10 — источник тока.[105]

В основе работы данного магнитометра лежит явление электромагнитной индукции: образец помещен между полюсами магнита; вибрируя, он меняет магнитный поток в окружающем пространстве, что может быть зафиксировано считывающими катушками в виде возбуждаемого в них тока[105].

Ниже приведены основные технические характеристики описанной экспериментальной установки:

-величина максимального магнитного поля: 16,7-25,1 кЭ;

-дискретность изменения поля: 0,001 – 0,1 Э;

-точность измерения поля: до 0,1 Э;

-точность измерения величины магнитного момента: 10⁻⁷ Эрг/Гс.

§ 2.4. Методика получения исследуемых нанокомпозитов

Все исследованные в данной работе нанокомпозиты были получены методом ионно-лучевого напыления на оригинальной установке, спроектированной на кафедре физики твердого тела воронежского государственного технического университета (ВГТУ)[62], [106], [107], представленной на рисунке 2.4.



Рисунок 2.4. Многофункциональная установка ионно-лучевого напыления.

Где 1 – вакуумная камера, 2 – подложкодержатель, 3 – водоохлаждаемая мишень, 4 – источник ионно-лучевого распыления, 5 – источник ионного травления, 6 – компенсатор, 7 – подложка.

Для напыления элементов нанокомпозитов, расположенных на мишенях, использовалось шесть источников, а также один источник для очищения подложек. Размеры составной мишени составляли 270мм х 70мм х 14мм.

Данная методика, подробно описанная в работах [66], [108], [109], позволяет получать композиционные наноразмерные структуры типа аморфный металлический сплав(металл)-диэлектрик(полупроводник), а также композиты в виде многослойных пленок с прослойками различных составов на вращающуюся подложку.

Также важно отметить, что использованная методика напыления подразумевает одновременное напыление образцов всех концентраций в одном техническом процессе. Это обеспечивает дополнительную надежность в соблюдении критериев идентичности получения всех образцов. Для реализации такого способа изготовления металлические и диэлектрические вставки на распыляемой мишени установлены ассиметрично(Рис. 2.5), обеспечивая необходимый заданный градиент концентрации металлической фазы в процессе напыления[12].

Все образцы, исследуемые в работе, были получены в широком интервале номинальных значений концентраций магнитной компоненты х, ат. %, рассчитанных из геометрии напыления композита(Рис. 2.5), включающем порог перколяции[12].



Рисунок 2.5. Схема распределения концентраций распыляемых элементов композита на мишени(а) и общий вид составной мишени с основанием в виде металлической компоненты и диэлектрическими вставками(б).

Соотношение объемных долей металла(сплава) и материала матрицы(диэлектрик/полупроводник) можно оценить по формуле:

$$\frac{V_F}{V_D} = \frac{R_F}{R_D} \cdot \frac{S_F}{S_D} = \frac{R_F}{R_D} \cdot \frac{S - ns}{ns} = \frac{R_F}{R_D} \cdot \frac{L - nb}{nb},$$
 (2.11),

где R_F и R_D – коэффициенты распыления металлической и диэлектрической(полупроводниковой) составляющей, соответственно; S_F и S_D – площади распыления компонентов; S – площадь всей составной мишени; n – количество диэлектрических(полупроводниковых) вставок в мишень; s – площадь одной вставки; L – длина мишени; b – ширина диэлектрической вставки.

§ 2.5. Описание исследуемых нанокомпозитов

2.5.1. Системы нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$

Первая группа образцов представляет собой пленки гетерогенных систем в виде гранул аморфного ферромагнитного сплава Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀, хаотично распределенных в диэлектрической матрице в виде оксида алюминия Al₂O₃[110]. Всего в данной группе НК было изготовлено 3 системы.

Для изучения влияния фазового состава, субструктуры и атмосферы напыления на МО и магнитные свойства образцов были получены две системы объемных нанокомпозитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x}, рост одной из которых осуществлялся в среде Ar с $P_{Ar}=8\cdot10^{-4}$ Торр, а другой в среде Ar с добавлением 35 парциальных % N₂ с $P_{Ar}=8\cdot10^{-4}$ Торр и $P_{N2}=7,6\cdot10^{-5}$ Торр[111].

Также была изучена система, которая изготавливалась в виде многослойной гетерогенной структуры {[($Co_{45}Fe_{45}Zr_{10}$)_x(Al_2O_3)_{100-x} _x]/[($Co_{45}Fe_{45}Zr_{10}$)_x(Al_2O_3)_{100-x}+ N_2]}₃₀₀[111], в ходе получения которой чередовались слои, напыляемые в атмосферах аргона и аргона с добавлением азота. Толщина прослойки композита, осажденного в атмосфере аргона, составляла \approx 10 нм, а в атмосфере Ar+ $N_2 \approx$ 2,5 нм.

Для выявления влияния термомагнитной обработки на магнитные и магнитооптические свойства нанокомпозитов часть образцов в каждой из полученных систем была подвергнута термомагнитному отжигу при температуре 400 ⁰C в магнитном поле 2500 Э. Температура отжига была выбрана таким образом, чтобы отжиг не приводил к существенному изменению структуры образцов.

Соответствие составов и номеров описанных систем, которые будут использоваться для обозначения в работе, а также диапазоны концентраций магнитной фазы исследованных образцов представлены в таблице 2.1.

Номер системы, используемый	Состав полученного композита и условия атмосферы в вакуумной камере	Диапазон концентраций
для обозначения		магнитной фазы
в работе		образцов х, ат.%
969	$\begin{array}{c} (Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{x}(Al_{2}O_{3})_{100-x} \\ P_{Ar} = 8 \cdot 10^{-4}Topp \end{array}$	17,9-66,7
970	$(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{x}(Al_{2}O_{3})_{100-x}$ P _{N2} =7,6·10 ⁻⁵ Topp, P _{Ar} =8·10 ⁻⁴ Topp	18-67,2
971	$ \begin{array}{l} \{ [(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}] / \\ [(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x} + N_2] \}_{300} \\ P_{N2} = 6.5 \cdot 10^{-5} Topp \ P_{Ar} = 8 \cdot 10^{-4} Topp \end{array} $	19,3-65,6

Таблица 2.1. Составы нанокомпозитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-х}

Следует отметить, что составы НК были описаны исходя ИЗ содержания распыляемых мишеней, при этом в условиях получаемого нестехиометрического соединения нет однозначного понимания относительно атомов металлической фазы, которые доли могли диффундировать в диэлектрическую матрицу[62].

При этом важно подчеркнуть, что при измерениях концентрации химических элементов на сканирующем рентгеновском микроанализаторе методом электронно-зондового рентгеноспектрального микроанализа, отклонение значений х по сравнению с рассчитанными из геометрии осаждения(Рис. 2.5) не превышал 0,5–0,7 ат.%[62].

В дальнейшем для удобства обозначения этих систем в работе будет использоваться формула CoFeZr-(Al-O).

2.5.2. Системы нанокомпозитов $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_xC_{100-x}$, Co_xC_{100-x} и $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$

Для исследования МО свойств НК с углеродными матрицами, а также для изучения влияния возможности частичного смешивания и образования метастабильных фаз между компонентами на эти свойства, были получены три системы образцов.

собой Две системы представляли ферромагнитные гранулы, распределенные в полупроводниковой углеродной матрице. В первой системе находились гранулы в виде аморфного сплава CoFeB, а во второй в Образцы поликристаллического Co. послойно виде напылялись на вращающуюся подложку.

Для сравнения МО свойств была синтезирована третья система с гранулами CoFeB, распределенными в диэлектрической матрице оксида кремния SiO₂, которая в отличие от систем 969, 970, также напылялась послойно на вращающуюся подложку. Давление аргона в камере составляло 6·10⁻⁴ Торр. При этом образцы системы НК с гранулами в виде Со подвергались отжигу при температуре 300⁰C.

Соответствие составов и номеров описанных систем представлены в таблице 2.2.

Таблица 2.2. Составы нанокомпозитов (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x}, (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_xC_{100-x} и Co_xC_{100-x}

Номер системы, используемый для обозначения в работе	Состав полученного композита и условия атмосферы в вакуумной камере	Диапазон концентраций магнитной фазы исследуемых образцов х, ат.%
1429	$(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$ $P_{Ar}=6\cdot10^{-4}Topp$	15,6-40,7
1436	$\begin{array}{c} (Co_{40}Fe_{40}B_{20})_{x}C_{100-x} \\ P_{Ar} = 6 \cdot 10^{-4}Topp \end{array}$	17,3-55,5
1148	Со _х С _{100-х} Р _{Ar} =6·10 ⁻⁴ Торр	37,3-68,8

Глава 3 Магнитные и магнитооптические свойства нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O)

В третьей главе рассмотрены результаты исследования магнитооптических и магнитных свойств систем нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O)-969. 970 И 971(Глава 2), изготовленных с различными технологическими параметрами. Исследовано влияние отжига на МО и магнитные свойства НК. Рассмотрено аномальное поведение МО свойств образцов и связанное с ним явление суперферромагнетизма. Перед изложением результатов о МО и магнитных свойствах приведены результаты исследований структурных, магнитных и транспортных свойств этих же образцов.

§ 3.1. Структурные, транспортные и магнитные свойства нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O)

3.1.1. Структурные свойства нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$

Исследования полученных пленок с помощью электронного микроскопа[111], проведенные в воронежском государственном техническом университете, показали, что композит $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$ представляет собой металлические гранулы диаметром 3-6 нм, хаотически распределенные в диэлектрической матрице(Рис. 3.1).

Электронная микрофотография поперечного сечения многослойной структуры $\{[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{55}(Al_2O_3)_{45}]/[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{55}(Al_2O_3)_{45}+O_2]\}_{300}($ рис. 3.2) показывает структуру пленки с толщиной одного слоя около 14 нм.



Рисунок 3.1. Электронная микрофотография композита (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)₅₅(Al₂O₃)₄₅.



Рисунок 3.2. Электронная микрофотография поперечного сечения многослойной структуры

 $\{[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{55}(Al_2O_3)_{45}]/[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_{55}(Al_2O_3)_{45}+O_2]\}_{300}.$

В работе указывалось, что в ходе формирования нанокомпозитов, возможен рост структуры столбчатого характера, которая формируется перпендикулярно плоскости образцов и состоит из металлической фазы. При этом был предложен метод ограничения формирования этой структуры путем получения образцов в виде многослойных систем с прослойками в виде пленок, полученных в среде реактивного газа.

3.1.2. Магнитные свойства нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$

В ряде исследований процессов намагничивания различных НК[112]-[116] была обнаружена магнитная анизотропия, связанная со структурными неоднородностями, в направлении, перпендикулярном к плоскости пленки. В работе [111] были исследованы процессы намагничивания для ряда НК из систем 969, 970 и 971.

Для системы 969, которая напылялась в атмосфере чистого Ar, в области высоких концентраций металлической фазы были получены кривые намагничивания с петлями гистерезиса, характерными для случаев выхода вектора намагниченности из плоскости пленки.

Было высказано предположение, высокая перпендикулярная ЧТО формирования анизотропия могла возникнуть В результате перпендикулярной столбчатой формирования структуры В процессе нанокомпозитов.

Кривые намагничивания для образцов системы 970, полученных при распылении с добавлением реактивного газа N₂, были более магнитожесткими, чем для системы 969.

Для прерывания роста столбчатой структуры в нанакомпозитах авторы работы использовали метод послойного напыления, используя в качестве прослойки состав системы 970. Изучив магнитные свойства полученной многослойной системы, они обнаружили, что на кривых намагничивания этих образцов в области высоких концентраций уже отсутствовал участок с большими полями насыщения, характерный для систем 969 и 970.

Авторами работы был сделан вывод о том, что структуры, изготовленные методом послойного напыления, препятствуют формированию перпендикулярной магнитной анизотропии гетерогенных пленок.

3.1.3. Рентгенодифрактометрический анализ нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$

Рентгеноструктурные исследования образцов проводились на дифрактометре ДРОН 4-07 с СоКα-излучением в лаборатории кафедры физики твердого тела и наноструктур физического факультета Воронежского государственного университета Ивковым С.А.

На рис. 3.3 представлены дифрактограммы образцов, изготовленных на подложках из ситалла. В качестве эталонов в верхней части рисунка приведены дифрактограммы поликристаллического железа α-Fe кубической сингонии и поликристаллического кобальта α-Co гексагональной сингонии. В нижней части рисунка приведена дифрактограмма ситалловой подложки. Концентрации магнитной компонентых, ат. % для изученных исходных и отожженных образцов приведены справа от кривых.

фазы(26,7-36,4 Для концентраций металлической ат.%) малых формируется гало при 20=53°, соответствующее положению максимума самой интенсивной линии Fe (110) поликристаллического кубического С CoFeZr железа. ростом концентрации сплава В композите (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x}(образцы с 42 и 42,7 ат.%) дифракционные линии при 20=53° становятся более узкими и более интенсивными, что указывает на появление в композите нанокристаллов на основе железа.

При дальнейшем увеличении содержания металлической компоненты(51,7-63,8 ат.%) на дифрактограммах наблюдаются уже три рефлекса 20=52.65°, 20=77.80°, 20=99.50°, которые соответствуют линиям поликристаллического образца металлического железа α-Fe. При этом с дальнейшим увеличением содержания Fe(59,2-63,8 at.%) наблюдается интенсивностей перераспределение дифракционных линий И самым (200).(110), интенсивным становится отражение a не как В металлическом образце α -Fe, поликристаллическом что связано с преимущественной ориентацией нанокристаллов Fe в плоскости (110). Такое

наблюдается в тонких пленках.



Рис. 3.3. Дифрактограммы нанокомпозитов $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x}$ разного состава на ситалловой подложке.

Проведенный отжиг образцов приводил к росту интенсивности дифракционных линий в области х>42%.Гало при 2Θ=25° относится к рефлексу от кюветы и не несет какой-либо информации, а также во всех дифрактограммах на рис. 3.3 присутствуют рефлексы от ситалловой подложки.

3.1.4. Транспортные свойства нанокомпозитов ($Co_{45}Fe_{45}Zr_{10}$)_x(Al_2O_3)_{100-x}

Концентрационные зависимости удельного электрического сопротивления р композитов и многослойных гетерогенных структур были получены в работе[111] и являются(Рис. 3.4) характерными для

перколяционных систем с фазами, существенно различающимися по величине собственной проводимости.



Рис. 3.4. Концентрационные зависимости удельного электрического $(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100-x},$ полученных сопротивления нанокомпозитов В атмосфере Ar(a), атмосфере Ar+N₂(δ) многослойной В И структуры $\{[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_X(Al_2O_3)_{100\text{-}x}]/[(Co_{45}Fe_{45}Zr_{10})_x(Al_2O_3)_{100\text{-}x}+N_2]\}_{300}(\textbf{B})$ исходном состоянии(кривая 1) и после отжига 400°С в течение 30 минут(кривая 2).

При исследовании $\rho(x)$ многослойных гетерогенных структур было выявлено, что их зависимости $\rho(x)$ незначительно отличаются от результатов для композитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x}, полученных в атмосфере Ar и имеют существенно меньшие значения, чем $\rho(x)$ для композитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x}, полученных в атмосфере Ar с добавлением N₂. Это свидетельствует о том, что в процесс электропереноса в многослойных гетерогенных структурах основной вклад вносят слои композита полученного в отсутствие реактивного газа.

По концентрационным зависимостям удельного электрического сопротивления исходных и отожженных гетерогенных пленок была определена концентрация перколяционного перехода композитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x}, полученных в атмосфере чистого Ar, которая составила 42,6 ат.% металлической фазы.

В случае НК, полученных в атмосфере с добавлением N₂, определить порог перколяции данным методом не представляется возможным, что вероятно связано с изменением поведения транспортных свойств композитов в результате добавления реактивного газа и с релаксацией дефектов между гранулами.

В случае многослойной системы концентрация перколяционного перехода была определена в 46 ат.%.

§ 3.2. Результаты исследования магнитных и МО свойств системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969

В данном параграфе рассмотрены результаты исследования магнитных и магнитооптических(МО) свойств системы образцов 969, которые были получены в атмосфере чистого Ar.

3.2.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969

Объемные магнитные свойства НК были измерены с помощью вибрационного магнитометра.

Результаты измерения магнитных свойств для ряда исходных и отожженных образцов с различными концентрациями магнитной фазы х, ат.% представлены в таблице 3.1.



Таблица 3.1. Зависимости относительного магнитного момента исходных и отожженных образцов системы 969 от магнитного поля.



В таблице приведены графики зависимости относительного магнитного момента от магнитного поля для исходных и отожженных образцов с близкой концентрацией магнитной фазы. Величина магнитного момента была приведена к объему образцов. Намагничивающее поле было приложено в плоскости образца.

Для образцов, которые обладали коэрцитивной силой, приведены дополнительные графики увеличенного масштаба, демонстрирующие наличие и величину H_c. Прежде всего, важно обратить внимание на то, что как видно из таблицы 3.1, отжиг не влияет существенным образом на магнитные свойства нанокомпозитов в области исследованных концентраций х, ат.%.

На рисунке 3.5 приведены концентрационные зависимости коэрцитивной силы H_c . Из них можно установить, что H_c отсутствует приблизительно до области x=35-40 ат.% и появляется в окрестности этого значения концентрации магнитной фазы, как для исходных, так и для отожженных образцов. При этом H_c нанокомпозитов в данной области имеет сравнительно малые значения порядка 1-3 Э. Это возможно связано с тем, что металлические гранулы CoFeZr находятся в аморфном состоянии. Из полученных кривых следует, что порог магнитной перколяции, который связан с появлением H_c , находится в окрестности концентраций магнитой фазы х≈40 ат.% как для исходных, так и для отожженных образцов.



Рисунок 3.5. Концентрационные зависимости коэрцитивной силы H_c, Э для исходных и отожженных образцов системы 969.

При этом в приведенных ранее транспортных исследованиях НК системы 969 было установлено, что порог электрической перколяции находится в окрестности x=42,6 ат.%[111]. Подобная разница между

электрической и магнитной перколяцией была отмечена в Главе 1 при рассмотрении магнитных свойств НК и вполне ожидаема. Она объясняется следующим образом: для изменения режима проводимости от туннельного к металлическому необходима такая концентрация металлической компоненты, при которой гранулы смогут образовать проводящую область, которая требует контакта между гранулами, в то время как магнитная перколяция может наступить при несколько меньшей концентрации металлической компоненты, так как для образования ферромагнитного порядка не обязателен непосредственный контакт между гранулами.

Также стоит отметить, что из полученных в таблице 3.1 зависимостей видно, что после порога перколяции в области больших концентраций кривые становятся характерными для магнитожестких образцов, что коррелирует с особенностями, которые наблюдались в работе [111].

3.2.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969

Полевые зависимости экваториального эффекта Керра (ЭЭК), полученные для энергии фотонов 1,97 эВ, представлены на рис. 3.6 и рис. 3.7. Также для более наглядного представления некоторых особенностей изменения полевых зависимостей ЭЭК с ростом х, ат.% представлены графики для нормированных полевых зависимостей ЭЭК для данной системы, которые были нормированы на значение ЭЭК в максимальном намагничивающем поле ЭЭК(H)/ЭЭК(H_{max}). Концентрации образцов указаны в правой части рисунков.



Рисунок 3.6. Полевые зависимости ЭЭК(а) и полевые зависимости ЭЭК, нормированные на значение ЭЭК в максимальном намагничивающем поле(б)для исходных образцов системы 969 при х≤41,3%.



Рисунок 3.7. Полевые зависимости ЭЭК(а) и полевые зависимости ЭЭК, нормированные на значение ЭЭК в максимальном намагничивающем поле(б)для исходных образцов системы 969 при х≥39,9%.

Из анализа полученных зависимостей можно установить, что кривые для образцов с концентрациями магнитной фазы x≤28,7 ат.%, имеют вид,

характерный для суперпарамагнетиков. С ростом концентрации магнитной фазы, начиная с образца с x=32,9 ат.% и далее, вид кривых изменяется, и впоследствии они становятся характерными для ферромагнетиков.

Также из полевых зависимостей ЭЭК рассматриваемой системы НК можно сделать вывод, что область концентраций, в которой происходит изменение магнитной микроструктуры, которое приводит к магнитному перколяционному переходу(x_{FM}), находится в пределах х \approx 32,9-39.9 ат.%, что коррелирует со значением, полученным из исследований магнитных свойств.

Стоит отметить, что для образца из области магнитной перколяции с x=34,3 ат.% наблюдается аномальное поведение полевой зависимости ЭЭК. Такое поведение характерно для НК, в которых устанавливается суперферромагнитное[11], [67], либо магнитно-неоднородное[75] состояние, описанное в Главе 1. Более подробно подобное поведение зависимостей ЭЭК будет рассмотрено далее, так как оно наиболее ярко проявлялось для образцов, подвергнутых отжигу.

С ростом х, начиная с образца с х=46,9 ат.% и выше, вид зависимости трансформируется и становится характерным для магнитожестких образцов, что можно заметить по увеличению полей насыщения на графиках.

Далее на рис. 3.8 и рис. 3.9 приведены полевые зависимости ЭЭК для образцов, подвергнутых термомагнитному отжигу(при температуре 400⁰С в течение 30 минут в магнитном поле величиной в 2500Э). Также, как и в случае исходных образцов, для репрезентативности результатов представлены графики для нормированных полевых зависимостей ЭЭК для данной системы, но нормировка производилась не на значение ЭЭК в максимальном поле, а на максимальное значение ЭЭК - ЭЭК(H)/ЭЭК_{тах}.



Рисунок 3.8. Полевые зависимости ЭЭК(а) и полевые зависимости ЭЭК, нормированные на максимальное значение ЭЭК(б) для отожженных образцов системы 969 при х≤40,6%.



Рисунок 3.9. Полевые зависимости ЭЭК(а) и полевые зависимости ЭЭК, нормированные на максимальное значение ЭЭК(б) для отожженных образцов системы 969 при х≥39,2%.

Из представленных кривых для полевых зависимостей ЭЭК следует, что отжиг гораздо сильнее влияет на МО отклик НК, чем на их магнитные свойства. После термомагнитной обработки расширяется область концентраций, в которой наблюдается аномальное поведение полевых зависимостей ЭЭК, связанное со сложным формированием МО отклика в области магнитной перколяции.

3.2.3. Суперферромагнетизм и магнитно-неоднородные состояния в НК системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969

Из полевых зависимостей ЭЭК системы 969 следует, что в области суперпарамагнитного поведения зависимостей ЭЭК(Н) кривые для отожженных образцов идентичны с кривыми для исходных, однако для образцов с концентрациями из области перколяции наблюдается рост величины ЭЭК(Н) до максимальных значений в малых полях(порядка 50Э), всем следует уменьшение МО отклика на НО затем протяжении кривой(вплоть до H=3кЭ). И лишь с достижением концентрации x≥46,2 ат.% зависимости двух типов образцов вновь демонстрируют сходство, хотя и с некоторыми особенностями.

Исходя из вышесказанного, можно утверждать, что в НК наблюдается аномалия поведения полевых зависимостей ЭЭК, которая проявляется в нелинейной зависимости эффекта от намагниченности, в отличие от однородных ферромагнетиков, для которых ЭЭК пропорционален намагниченности[85], а значит, полевые зависимости ЭЭК идентичны зависимостям M(H).

Подобное поведение можно связать с одновременным присутствием в этой области концентраций как минимум двух фракций с различной полевой зависимостью намагниченности - как крупных магнитных гранул и кластеров(SFM) с магнитомягким поведением, так и небольших магнитных гранул, представляющих из себя однодоменные частицы(SPM), для которых характерно суперпарамагнитное поведение, что говорит о наличии магнитно неоднородного смешанного состояния (SFM)+(SPM) в описываемых образцах. Подобное упорядочение наблюдалось ранее в НК (CoFeB)_x-(Al-

О)_{100-х} и (CoFeB)_x(LiNbO₃)_{100-х}, исследованных в работах [75] и [117] соответственно.

ΗК 969 Таким образом, для системы утверждение 0 пропорциональности ЭЭК по отношению к намагниченности в описываемой области концентраций неправомерно. В этом случае классическое выражение, рассматриваемое в Главе 2, определяющее величину эффекта Keppa[85]

$$\delta = a(\omega, \varphi, \varepsilon_{xx}) \operatorname{Re} \gamma(\omega, M) + b(\omega, \varphi, \varepsilon_{xx}) \operatorname{Im} \gamma(\omega, M)$$
(3.1)

будет иметь вид

$$\delta(\omega, H) = \delta_1(\omega) \frac{M_1(H)}{M_1(H_{1s})} + \delta_2(\omega) \frac{M_2(H)}{M_2(H_{2s})}$$
(3.2)

Здесь индекс 1 относится к первой фракции, а индекс 2 ко второй, H_s поле насыщения. Очевидно, что в этом случае ЭЭК не пропорционален суммарной намагниченности нанокомпозита. Особенно ярко это будет выражено при длинах волн, для которых знаки ЭЭК δ_1 и δ_2 этих фракций противоположны. Именно такое поведение МО отклика наблюдалось для ряда образцов системы 969 при некоторых значениях энергии фотонов падающего света.

Перед рассмотрением полевых зависимостей ЭЭК для различных длин волн стоит указать, что при получении полевых зависимостей ЭЭК, приведенных ранее, для максимальной точности измерений использовался режим работы селективного усилителя, при котором сигнал считывался в полярных координатах без учета знака.

Следует также отметить, что в перколяционной области концентраций вид полевых зависимостей ЭЭК значительным образом зависит от длины

волны падающего на образец света, что связано с различным МО откликом для гранул разного размера в зависимости от энергии фотонов.

На рис. 3.10 приведены спектральные(а) и полевые(б) зависимости ЭЭК для одного из отожженных образцов из области перколяции с x=39,2 ат.%.

При этом полевые зависимости измерялись для различных энергий фотонов(1,57 эВ, 1,97 эВ и 3,17 эВ) и были получены при считывании сигнала уже в декартовых координатах, таким образом, позволяя наблюдать изменение знака МО отклика при намагничивании.

Спектральные зависимости ЭЭК были измерены как в малом поле(50Э), в котором перемагничиваются лишь крупные гранулы и кластеры, так и в максимальное поле(3000Э), в котором перемагничиваются все гранулы. Также на рисунке приведен спектр, представляющий собой разность МО отклика образца при намагничивании в большом и малом полях.



Рисунок 3.10. Спектральные(а) и полевые(б) зависимости ЭЭК для отожженного образца системы CoFeZr(Al-O)-[Ar] с концентрацией магнитной фазы x=39,2 ат.%.

Из полевых зависимостей (Рис. 3.106) видно, что крупные гранулы и кластеры (SFM), которые намагничиваются в сравнительно небольших полях (порядка 50-100Э), вносят положительный вклад в МО отклик, в то время как небольшие гранулы (SPM) начинают вносить свой вклад лишь с увеличением напряженности прилагаемого намагничивающего поля, причем их вклад в МО отклик имеет отрицательный знак в ближней ИК области.

При рассмотрении спектров(Рис. 3.10а) важно отметить, что спектр образца, измеренный в малом поле, подобен спектру для металлического ферромагнитного CoFeZr[80] и имеет положительный знак в области энергий E>1,5 эВ, а разность спектров, соответствующая вкладу от малых гранул, подобна спектру ЭЭК для НК с меньшей концентрацией х и имеет отрицательный знак в области энергий от 1 до 3 эВ.

Положение нулевой точки на спектральной зависимости ЭЭК в поле 3кЭ определяется конкуренцией вкладов от больших и малых гранул, которая и приводит к аномальной полевой зависимости ЭЭК для образцов с концентрациями из области перколяции.

Исследования полевых зависимостей ЭЭК в сочетании со спектральными позволяют определить критические концентрации образования различных магнитных состояний, а также наличие различных магнитных фаз.

3.2.4. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar] – 969

Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов приведены на рисунках 3.11 и 3.12. Вид спектров существенным образом зависит от концентрации магнитной фазы. Полученные зависимости отличаются от спектра чистого аморфного сплава CoFeZr, так же представленного на рисунке 3.12.



Рисунок 3.11. Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 969 при х≤44,1%.



Рисунок 3.12. Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 969 при х≥39,9%.

В отличие от предыдущих исследований НК подобного состава, таких как CoFeZr(SiO₂) и CoFeB(SiO₂)[13], для образцов, рассматриваемых в данной работе, не наблюдается резкого увеличения эффекта в ближней ИК области при малых концентрациях магнитной фазы. С ростом концентрации эффект перемещается в область положительных значений, причем положение нулевых точек смещается в сторону меньших энергий, что объясняется ростом вклада от больших гранул.

После порога магнитной перколяции, с увеличением концентрации до x=46,9 ат.% и более высоких значений, вид спектров начинает меняться. В области энергий E>2 эВ они принимают вид, характерный не для аморфного сплава CoFeZr, а для кристаллических образцов, например для поликристаллического Co и Fe[118]. В ИК-диапазоне для энергий фотонов около 0,76 эВ формируется отрицательный пик MO отклика.

Подобные изменения, возможно, объясняются началом кристаллизации магнитных гранул CoFeZr в области высоких концентраций х.

Рентгенодифрактометрические исследования(Рис. 3.3) однозначно указывают на появление кристаллических рефлексов при х≥50 ат.%., которые соответствуют формированию нанокристаллов с ОЦК симметрией. Наблюдаемые отражения соответствуют кристаллической структуре с рефлексами от поликристаллического Fe, хотя и с другими интенсивностями.

Возможно, подобное поведение является следствием роста столбчатой структуры, описываемой в [111], наличие которой может способствовать формированию нанокристаллов, так как она представляет собой ферромагнитную гранулу, которая может раньше других гранул достигнуть критического размера для начала образования кристаллической структуры.

На рисунке 3.13 приведены концентрационные зависимости ЭЭК для исходных нанокомпозитов (Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x} для нескольких длин волн.



Рисунок 3.13. Концентрационные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 969.

В отличие от результатов, полученных ранее в работах [13], [19], [53], [80], мы не видим резкого усиления эффекта в области магнитной перколяции, а наблюдаем только изгибы на кривых концентрационной зависимости ЭЭК. Такое поведение, вероятно, связано с разной магнитной микроструктурой и морфологией НК, рассматриваемых в указанных исследованиях и в настоящей работе.

Далее на рис. 3.14 приведены спектральные зависимости ЭЭК для образцов, подвергнутых отжигу.



Рисунок 3.14. Спектральные зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 969.

Из полученных кривых видно, что в результате отжига существенным образом изменились как величина магнитооптического отклика, так и форма спектров. Данные изменения оказались различными для области малых и больших концентраций.

При этом следует напомнить, что магнитные свойства образцов в исследованной области концентраций после отжига оставались практически неизменными.

На рисунке 3.15 проведено сравнение полевых и спектральных зависимостей ЭЭК для отожженных и исходных образцов для нескольких характерных концентраций магнитной компоненты.




Рисунок 3.15. Сравнение спектральных(б, г, е, з) и нормированных на максимальное значение эффекта полевых(а, в, д, ж) зависимостей ЭЭК, полученных для энергии фотонов 1.97 эВ, для исходных и отожженных образцов системы 969 для различных концентраций.

Из представленных графиков видно, что для образцов с малыми концентрациями в результате отжига наблюдается значительное усиление(в 3-5 раз) МО отклика в отрицательной области спектров при энергиях около 1,5 эВ.

Описанные изменения связаны с изменением морфологии НК, т.е. с изменением размера и формы гранул. Отжиг способствует ускорению диффузии частиц и, таким образом, приводит к увеличению размера гранул по сравнению с исходными образцами сопоставимой концентрации, что подтверждается экспериментальными исследованиями образцов методами ПЭМ(Рис. 3.16)[74], которые были проведены в красноярском научном центре сибирского отделения российской академии наук. В работе [74] что средний размер отожженных гранул больше показано, чем неотожженных.



Рисунок 3.16. Распределение гранул по размерам в нанокомпозитах системы 969 для двух исходных образцов с x=28,7 ат.% и 39,9 ат.%, а также двух отожженных образцов с x=28 ат.% и 39,2 ат.%[74].

Одной из возможных причин изменения размера гранул может быть наличие в матрице нестехиометрического соединения CoFeZr(Al-O) до 10²² см⁻³ ионов Co, Fe либо CoFe по аналогии с нестехиометрическим соединением CoFe-B-Al-O, исследованным в работе[66]. Описанные ионы в результате отжига, по-видимому, могут присоединяться к гранулам, увеличивая их размер и изменяя распределение гранул по размерам. Эти изменения морфологии и магнитной микроструктуры HK, в свою очередь, обусловливают изменение MO отклика для отожженных образцов.

Изменение морфологии НК в результате отжига также подтверждается эффектов MO исследованием влияния размерных на свойства были композитов[119], В котором смоделированы спектры ЭЭК в приближении симметризованного Максвелла-Гарнетта(SMG) для изучаемых НК в зависимости от размеров гранул. На рисунке 3.17 представлены результаты такого моделирования для одного из образцов с концентрацией х из доперколяционной области.



Рисунок 3.17. Смоделированные спектральные зависимости ЭЭК для исходного НК из системы 969 с х=18,5% с учетом размерных эффектов для гранул размером 1нм(1), 1.2нм(2), 2нм(3) и экспериментально измеренная кривая(4).

Анализ смоделированных спектров ЭЭК показал, что при увеличении размера гранул от 1нм до 2нм, величина МО отклика растет и в области энергий фотонов около 1,5 эВ появляется максимум МО отклика. Подобное поведение МО свойств наблюдалось в настоящей работе именно для отожженных образцов.

Также при теоретическом моделировании спектров в приближении SMG при учете квазиклассических размерных эффектов и распределения гранул по размерам, в работах [100], [120] и [121] были получены результаты(Рис. 3.18), которые хорошо согласуются с экспериментальными данными для НК системы 969.



Рисунок 3.18. Спектры ЭЭК нанокомпозитов системы 969, полученные экспериментально(черные линии с треугольниками) и смоделированные с помощью метода SMG(красные сплошные линии) для различных концентраций магнитной компоненты(а-18,5 ат.%, б-28,7 ат.%, в-62,1 ат.%).

Наибольшие различия в полевых и спектральных зависимостях ЭЭК для исходных и отожженных образцов наблюдались в области перколяции, в которой проявляется аномальное поведение МО свойств НК, что связано с различным вкладом частиц разного размера в МО отклик.

Для образцов же с концентрациями выше порога перколяции наблюдаются как положительные, так и отрицательные максимумы эффекта в широком диапазоне энергий фотонов. Подобное поведение МО свойств, возможно связано с интерференцией падающего на образцы света, которая обусловлена окислением гранул в результате отжига, который приводит как к увеличению размера гранул, и, таким образом к увеличению площади контакта с кислородом, так и выступает в качестве температурного катализатора самой реакции окисления.

В завершение рассмотрения результатов исследования системы 969 обсудим подробнее причины разного влияния отжига на магнитные и МО свойства исследуемых НК.

Такие различия обусловлены разным влиянием конфигурации магнитной микроструктуры на МО отклик и на намагниченность образца. При намагничивании образца намагниченность определяется векторной

суммой магнитных моментов во всем его объеме. Поэтому при достижении корреляции магнитных моментов во всем объеме образца с направлением поля(при намагничивании в максимальном поле установки - 3кЭ либо 16кЭ), суммарный магнитный момент всего объема образца, а значит и его намагниченность, не зависят существенным образом от морфологии НК. В то время как и величина, и знак МО отклика НК критически зависят от формы и размера гранул, которые в соответствии с описанными выше механизмами могут значительно изменяться в результате отжига.

§ 3.3. Результаты исследования магнитных и MO свойств системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N₂] – 970

В данном параграфе рассмотрены результаты исследования магнитных и магнитооптических свойств образцов системы 970, которые были напылены в атмосфере Ar с добавлением N₂.

3.3.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N₂] – 970

Результаты измерения магнитных свойств для ряда исходных образцов с различными концентрациями магнитной фазы x, at.% представлены в таблице 3.2.

В таблице приведены графики зависимости относительного магнитного момента от магнитного поля, которое было приложено в плоскости образца. Величина магнитного момента была приведена к объему образцов.

Из полученных данных видно, что коэрцитивная сила появляется при х порядка 62,6%, что существенно превышает концентрацию, при которой H_c появляется в системе 969, находившуюся в окрестности х=39,9%.Следует так же подчеркнуть, что изменение вида кривых с ростом х коррелирует с результатами, полученными в работе [111].

x=42 at.% x=37,2 at.% 300 The second s 300 200 Memu/cm³ Memu/cm³ 200 100 100 0 0 -100 -100 -200 -200 -300 -300 -15000 -10000 -5000 5000 10000 15000 -15000 -10000 -5000 5000 10000 15000 0 0 H, Oe H, Oe x=51,5 at.% x=54,5 at.% 400 ****** ****** 400 Memu/cm³ Memu/cm³ 200 200 0 0 -200 -200 -400 -400 -15000 -10000 -5000 ò 5000 10000 15000 -15000 -10000 -5000 ò 5000 10000 15000 H, Oe H, Oe x=62,6 at.% x=66,1 at.% 600 Hc Hc 400 Memu/cm³ 400 Memu/cm³ 200 200 3 Ó -3 10 -10 0 0 0 -200 -200 -400 -400 -600 -1000 1000 -2000 ò 2000 3000 -3000 -1000 -2000 1000 2000 -3000 Ó 3000 H, Oe H, Oe

Таблица 3.2. Зависимости относительного магнитного момента образцов системы 970 от магнитного поля.

3.3.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N₂] – 970

Полевые и нормированные на значение ЭЭК в максимальном поле зависимости для исходных и отожженных нанокомпозитов, полученных в атмосфере Ar с добавлением N₂ при различных энергиях фотонов представлены на рисунках 3.19 и 3.20. Следует отметить, что приведенные кривые получены в режиме считывания сигнала в декартовых координатах, в котором учитывается знак ЭЭК.



Рисунок 3.19. Полевые(а, в) и нормированные на значение ЭЭК в максимальном поле(б, г) зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 970 для энергий фотонов 1,97 эВ и 2,68 эВ.

Из полученных графиков видно, что полевые зависимости ЭЭК меняются при добавлении N_2 в атмосферу напыления. МО отклик для данной системы находился ниже чувствительности установки для образцов с x \leq 30 ат. %, в то время как для системы 969 эффект удавалось зарегистрировать уже при х около 18%.



Рисунок 3.20. Полевые(а, в) и нормированные на значение ЭЭК в максимальном поле(б, г) зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 970 для энергий фотонов 1,97 эВ и 2,68 эВ.

Так же следует подчеркнуть, что концентрация, при которой начинается изменение вида кривых от линейной зависимости к нелинейной

смещается в область бо́льших концентраций по сравнению с образцами системы 969, полученной в атмосфере Ar,и теперь составляет порядка x=45ат.%. То же самое можно заключить и в отношении области концентраций, в которой проявляется аномальное поведение полевых зависимостей ЭЭК, которая так же смещается как для исходных, так и для отожженных образцов и находится в окрестности 45 ат.% $\leq x \leq 58$ ат.%.

Стоит так же отметить, что кривая для отожженного образца с максимальной концентрацией из измеренных(х=65,6 ат.%) для энергии фотонов 1,97 эВ имеет вид, характерный для магнитожестких образцов, который так же наблюдался для ряда образцов системы 969 в области высоких концентраций.

3.3.3. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar+N₂] – 970

Спектральные зависимости для исходных и отожженных НК системы 970 представлены на рисунках 3.21, 3.22 и 3.23. Из полученных данных видно, что при добавлении N_2 в атмосферу напыления изменяются вид и величина спектров, в частности происходит уменьшение МО отклика при энергиях фотонов свыше 1,8 эВ.

Стоит обратить внимание на особенность, проявляющуюся в спектрах системы 970. Если спектры композитов системы 969 с ростом концентрации смещались в область положительных значений ЭЭК, то в данной системе положение нулевой точки начинает смещаться в область меньших энергий аналогичным образом, однако вместо перехода в положительную область образуется отрицательный максимум в области энергий 1 эВ.



Рисунок 3.21. Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 970 при х≤51,5%.



Рисунок 3.22. Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 970 при х≥51,5%.



Рисунок 3.23. Спектральные зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 970.

При этом влияние отжига на спектральные зависимости ЭЭК образцов приводит к аналогичным изменениям по сравнению с системой 969 с учетом смещения всех процессов в область бо́льших концентраций. Чтобы более наглядно пронаблюдать, как отжиг повлиял на МО свойства НК, на рисунке 3.24 приведено сравнение полевых и спектральных зависимостей ЭЭК для отожженных и исходных образцов для нескольких характерных концентраций магнитной компоненты.















Рисунок 3.24. Сравнение спектральных(б, г, е, з) и нормированных на значение эффекта в максимальном поле полевых(а, в, д, ж) зависимостей ЭЭК, полученных для энергии фотонов 1,97 эВ, для исходных и отожженных образцов системы 970 для различных концентраций.

Как и в случае системы 969, для данных НК после отжига наблюдается увеличение ЭЭК в области малых концентраций для энергий около 1,5 эВ, а с ростом концентрации так же появляются максимумы МО отклика, обусловленные интерференцией света, падающего на образцы. Полевые зависимости также претерпевают похожие изменения. В области малых концентраций они идентичны, затем с ростом х в области аномального поведения отжиг существенно влияет на характер полевых зависимостей, а после порога магнитной перколяции в области бо́льших концентраций, когда образцы представляют собой единый ферромагнитный кластер, полевые зависимости ЭЭК вновь становятся похожими.

В заключение рассмотрения системы 970 стоит отметить, что описанные выше изменения в поведении МО и магнитных свойств НК с добавлением азота возможно связать с появлением нитридных оболочек, которые образуются при соединении азота с элементами аморфного сплава Со, Fe и Zr вокруг гранул CoFeZr. Вклад таких соединений в формирование MO отклика увеличивается с ростом х. Вероятно, эти оболочки создают

дополнительный барьер между гранулами, и в области больших концентраций формируется НК более сложного состава с измененной микроструктурой. Подобные изменения могут влиять на целый ряд свойств.

Смещение порога магнитной перколяции и области аномального поведения в область бо́льших концентраций может быть вызвано дополнительным барьером между гранулами, который препятствует формированию ферромагнитного порядка.

Отсутствие настолько ярко выраженного аномального поведения, которое наблюдалось для системы 969 вероятно связано с тем, что барьеры не позволяют формироваться достаточно крупным гранулам, которые вносили бы существенный положительный вклад в МО отклик.

Похожим образом барьеры между гранулами могли повлиять на появление отрицательного максимума в энергии 1 эВ. Если в системе 969 с ростом концентрации появлялись крупные гранулы, способствовавшие смещению спектров в область положительных значений, то для НК из системы 970 рост гранул, вероятно, был ограничен нитридными оболочками, и, таким образом, рост концентрации в этой области приводил к увеличению количества малых гранул, которые формировали отрицательный вклад в МО отклик.

§ 3.4. Результаты исследования магнитных и МО свойств системы многослойных структур CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N₂] – 971

В данном параграфе рассмотрены результаты исследования магнитных и магнитооптических(МО) свойств системы образцов 971, которые были изготовлены в виде многослойных структур CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N₂], полученных послойным напылением в атмосферах Ar и Ar+N₂.

3.4.1. Магнитные свойства системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N₂] – 971

Результаты измерений магнитных свойств для ряда исходных и отожженных образцов с различными концентрациями магнитной фазы х, ат.% представлены в таблице 3.3.

В таблице приведены графики зависимости относительного магнитного момента от магнитного поля, которое было приложено в плоскости образца. Величина магнитного момента была приведена к объему образцов.

Из полученных данных видно, что для системы 971 в области высоких концентраций х, ат.%, кривые, в отличие от системы 969, становятся характерными для магнитомягких образцов и при х>50 ат.% характеризуются полями насыщения порядка 400 Э. И только последний образец с х=65,2 ат.% демонстрирует поведение, подобное образцам системы 969 из области высоких концентраций(Таблица 3.1).

Таблица 3.3. Зависимости относительного магнитного момента исходных и отожженных образцов системы 971 от магнитного поля.





При этом появление коэрцитивной силы, а значит и порог магнитной перколяции смещаются в область более высоких концентраций по сравнению с системой 969, но меньших по сравнению с системой 970.

Полученные результаты коррелируют с исследованиями, проведенными в [111] и подтверждают возможность прерывания столбчатой структуры при изготовлении НК методом послойного напыления. Далее рассмотрим, каким образом это повлияло на МО свойства образцов.

3.4.2. Полевые зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N₂] – 971

Полевые и нормированные на максимальное значение эффекта зависимости ЭЭК для исходных и отожженных нанокомпозитов системы 971 представлены на рисунках 3.25, 3.26, 3.27 и 3.28. Измерения проводились для фиксированной энергии фотонов E=1,97 эB.



Рисунок 3.25. Полевые зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 971.



Рисунок 3.26. Нормированные на максимальное значение эффекта зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 971.



Рисунок 3.27. Полевые зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 971.



Рисунок 3.28. Нормированные на максимальное значение эффекта зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 971.

Из приведенных графиков видно, что полевые зависимости ЭЭК для системы 971 в области концентраций до порога перколяции сопоставимы с системой 969(Рис. 3.6, 3.8). Начало трансформации кривых от линейного вида к ферромагнитному происходит в той же области концентраций, что и для системы 969.

Однако полевые зависимости ЭЭК из области высоких концентраций, в отличие от системы 969, становятся характерными для магнитомягких материалов, и только исходный образец с наибольшей из измеренных концентраций(65 ат.%) оказывается более магнитожестким, чем образец с предыдущей измеренной концентрацией.

Величина МО отклика в исследованной области энергий фотонов(1,97 эВ) была сопоставима со значениями для образцов системы 969. Аномальное поведение полевых зависимостей ЭЭК для системы 971 наблюдалось в сопоставимой области концентраций, но было менее выраженным по сравнению с системой 969.

3.4.3. Спектральные зависимости экваториального эффекта Керра системы CoFeZr-(Al-O)-[Ar/Ar+N₂] – 971

Спектральные зависимости для исходных и отожженных НК системы 971 представлены на рисунках 3.29 и 3.30.

Из графиков следует, что спектры, полученные методом послойного напыления подобны зависимостям, полученным для системы 969. Это говорит о том, что основной вклад в МО отклик системы 971 вносят бо́льшие по толщине слои, полученные именно в атмосфере чистого Ar.



Рисунок 3.29. Спектральные зависимости ЭЭК для исходных образцов системы 971.



Рисунок 3.30. Спектральные зависимости ЭЭК для отожженных образцов системы 971.

При этом между спектрами многослойной системы и спектрами системы 969 есть ряд существенных отличий.

В случае системы 971 не наблюдается отрицательного максимума МО отклика в ближней инфракрасной области при энергии фотонов ≈0,75 эВ, который присутствовал на спектрах системы 969 в области больших концентраций х. Лишь спектр исходного образца с самой высокой измеренной концентрацией(65 ат.%)демонстрирует изменения в ИК области, которые при дальнейшем увеличении концентрации, по-видимому, могли бы сформировать отрицательный максимум подобно максимуму в спектрах системы 969.

Также следует отметить, что вид кривых в области высоких концентраций в видимой области спектра в большей степени соответствует спектру аморфного сплава CoFeZr в отличие от системы 969, спектры

которой стремились к виду зависимостей, характерных для кристаллических образцов. Исключение составляют два исходных образца с наибольшими измеренными концентрациями(60,1 и 65 ат.%).

Важно подчеркнуть, что в системе 971 исчезает характерное влияние отжига на МО отклик в области малых концентраций до порога перколяции, наблюдаемое для систем 969 и 970, что продемонстрировано на рисунке 3.31, на котором приведено непосредственное сравнение полевых и спектральных зависимостей ЭЭК для некоторых исходных и отожженных образцов. При этом появление локальных максимумов, связанных с интерференцией падающего на образцы света в результате окисления НК в области больших концентраций, сохраняется.









Рисунок 3.31. Сравнение спектральных(б, г, е, з) и нормированных на максимальное значение эффекта полевых(а, в, д, ж) зависимостей ЭЭК, полученных для энергии 1,97 эВ, для исходных и отожженных образцов системы 971 для различных концентраций.

Очевидно, что метод послойного напыления влияет как на магнитные, так и на МО свойства мультислойных образцов. Предполагаемое прерывание роста столбчатой структуры приводит к уменьшению перпендикулярной магнитной анизотропии, что влияет на характер намагничивания НК и вид полевых и спектральных зависимостей ЭЭК. При этом прослойки, полученные в атмосфере чистого Ar, позволяют получить МО отклик, сопоставимый по величине с наблюдаемым для объемных НК системы 969. Однако следует отметить, что в системе 971 образцы в области высоких концентраций магнитной компоненты начинают демонстрировать поведение, характерное для объемных нанокомпозитов. Такое поведение, возможно, говорит о том, что, несмотря на предполагаемое прерывание роста столбчатой структуры между слоями, при достижении некой критической концентрации и размера магнитных гранул, нанокристаллы сплава CoFeZr, подобные наблюдаемым в системе 969, начинают формироваться уже в рамках одной прослойки системы 971.

Также из полученных данных следует, что описанный отрицательный максимум МО отклика в системе 969 зависит от формирования столбчатой структуры, так как ни в системе 970, ни в системе 971 подобных особенностей спектров ТКЕ не наблюдалось.

Таким образом, описанные выше изменения МО и магнитных свойств при изготовлении НК методом послойного напыления связаны с изменением магнитной микроструктуры и морфологии образцов, которое в частности вызвано меньшим размером гранул при послойном напылении и прерыванием роста столбчатой структуры.

§ 3.5. Заключение к Главе 3

1. Проведены исследования магнитооптических свойств нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O), полученных методом ионно-лучевого напыления в атмосфере Ar, Ar с добавлением N₂, а так же многослойных структур, полученных, послойным напылением HK в атмосфере Ar и Ar+N₂. Измерения магнитооптических свойств проведены в диапазоне энергий фотонов 0,5–4,0 эВ в полях до 3 кЭ для HK в широкой области концентраций магнитной компоненты для исходных образцов и образцов, подвергнутых термомагнитному отжигу.

2. Проведены измерения магнитных свойств НК в полях намагничивания до 16 кЭ. Получены кривые намагничивания и значения коэрцитивной силы, выявлены концентрации, при которых происходит магнитная перколяция для всех систем исследованных нанокомпозитов.

3. свойств Исследования MO CoFeZr-(Al-O), нанокомпозитов полученных в атмосфере Ar, показывают, что с увеличением содержания металла ансамбль слабо взаимодействующих суперпарамагнитных частиц переходит В двухфазное магнитное состояние, характеризующееся присутствием как отдельных SPM частиц, так и отдельных областей с ферромагнитным упорядочением(SFM), а затем формируется дальний ФМ порядок во всем образце. Дальний ФМ порядок возникает при концентрациях меньших, чем перколяционный порог проводимости.

В смешанном (SPM+SFM) состоянии наблюдаются аномальные полевые зависимости ЭЭК, и нелинейность МО отклика по намагниченности.

4. Обнаружено нетипичное поведение полевых зависимостей ЭЭК в области высоких концентраций магнитной компоненты выше порога перколяции, характерное для магнитожестких образцов и связанное с ростом перпендикулярной магнитной анизотропии в результате образования столбчатой структуры.

5. Установлено, что отжиг значительно сильнее влияет на МО свойства НК, чем на магнитные. Для отожженных образцов наблюдалось расширение области аномального поведения полевых зависимостей ЭЭК и рост величины МО отклика в области х<х_{пер}. Полученные факты были объяснены изменением размера гранул и морфологии НК в результате отжига.

6. Поведение экспериментальных спектров ЭЭК для НК, полученных в атмосфере Ar, хорошо коррелировало с поведением спектров,

смоделированных в приближении симметризованного Максвелла-Гарнета с учетом квазиклассического размерного эффекта и распределения гранул по размерам.

7. Исследования системы, полученной с добавлением N_2 в атмосферу напыления, показали, что порог магнитной перколяции смещается в область более высоких концентраций магнитной фазы по сравнению с системой, полученной в атмосфере чистого Ar. Также изменяется вид спектров и величина MO отклика. Такое поведение свидетельствует о появлении нитридных оболочек вокруг гранул CoFeZr. Влияние таких соединений на MO отклик нанокомпозитов растет с увеличением концентрации магнитной компоненты, и в области высоких концентраций система, изготовленная в атмосфере с добавлением N_2 , представляет собой нанокомпозиты более сложного состава с измененной магнитной микроструктурой.

8. Влияние термомагнитного отжига на МО свойства данной системы было аналогичным с системой, полученной в чистом Ar, и приводило к подобным особенностям МО отклика, но при других концентрациях.

9. Исследование многослойных наногетерогенных структур, полученных методом послойного напыления НК в атмосфере Ar и Ar+N₂, показало, что вид спектров и величина ЭЭК изменяются при изготовлении нанокомпозитов методом послойного напыления, при этом решающий вклад в формирование МО отклика вносят прослойки, полученные в атмосфере чистого Ar.

10. Обнаружено, что НК данной системы проявляют черты, характерные для магнитомягких материалов в области концентраций выше порога магнитной перколяции. Это свидетельствует об уменьшении перпендикулярной магнитной анизотропии для данных образцов, что может

быть обусловлено прерыванием роста столбчатой структуры при послойном напылении НК.

11. Спектры ЭЭК многослойной системы из области высоких концентраций магнитной компоненты, в отличие от системы, полученной в виде объемных НК в атмосфере Ar, имели вид, характерный для аморфных материалов.

12. Показано, что МО-спектроскопия демонстрирует более высокую чувствительность к изменениям морфологии нанокомпозитов, чем методы магнитометрии,что с помощью МО методов можно получить уникальную информацию о магнитной микроструктуре и морфологии нанокомпозитных систем и их эволюции в результате различных методов изготовления и обработки, а также о процессах самоорганизации в нанокомпозитах.

Глава 4 Магнитооптические свойства нанокомпозитов (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x}, (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(C)_{100-x} и Co(C)

В четвертой главе рассмотрены результаты исследования магнитооптических свойств систем нанокомпозитов (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x} -1429, (Со₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(С)_{100-х} - 1436 и Со(С) - 1148(Глава 2). Исследовано смешивания образования влияние возможности частичного И метастабильных фаз в НК с углеродной матрицей на их МО свойства, проведено сравнение с результатами исследования МО свойств системы с диэлектрической матрицей, изготовленной с идентичными технологическими параметрами. Перед изложением результатов о МО свойствах приведены результаты исследований структурных и транспортных свойств этих же образцов.

§ 4.1. Структурные и транспортные свойства систем нанокомпозитов (Со40Fe40B20)x(SiO2)100-x – 1429, (Со40Fe40B20)xС100-x – 1436 и СохС100-х – 1148

4.1.1. Структурные свойства нанокомпозитов $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$, $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_xC_{100-x}$ и Co_xC_{100-x}

Элементный состав получаемых тонких пленок для систем 1429, 1436 и 1148 был исследован в воронежском ВГТУ[84] с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Было установлено, что все исследуемые образцы являются композитами и содержат как минимум две фазы. При этом системы с углеродной матрицей Со-С и СоFeB-С представляли собой трехфазные гетерогенные структуры. Кроме того, количество и состав углеродосодержащих фаз зависел не только от концентрации углерода, но и от элементного состава гранул.

На микрофотографиях ПЭМ для НК систем Со-С и СоFeB-С(Рис. 4.1) участки со светлым контрастом соответствуют концентрации полупроводниковой фазы(углерода), а темные области соответствуют концентрации металлической фазы. По оценкам, сделанным в работе [84], размер гранул ферромагнитной фазы в системе Со-С увеличивался от 2,5 до 6 нм с ростом концентрации кобальта.



C040,6C59,4



C056,4C43,6



 $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_{37,4}C_{62,6}$



 $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_{58}C_{42}$

Рисунок 4.1. Микрофотографии ПЭМ и электронная дифракция композитов Co-C и CoFeB-C.

Важно отметить, что фазы, для которых была характерна малая поглощающая способность электронов, т.е. в состав которых входит углерод, отличались по составу для нанокомпозитов Со-С и CoFeB-C.

При этом в образцах CoFeB-C были обнаружены два различных вида неоднородных областей с размерами 1 нм и 4-5 нм, которые также отличались по поглощающей способности электронов. Это указывает на возможность образования при формировании НК дополнительной третьей фазы помимо фазы аморфного ферромагнитного сплава CoFeB и углеродной фазы.

Для более подробного объяснения процессов формирования тонких пленок в работе [84] также была предложена модель гомогенного зародышеобразования гетерофазной системы. С помощью данной модели было показано, что системы металл-углерод могут состоять из трех различных фаз. Были выявлены существенные различия в свойствах структур металл-углерод в зависимости от состава металлической фазы.

Подобные структурные различия, выявленные для систем нанокомпозитов CoFeB-C и Co-C должны оказывать влияние и на их магнитооптические свойства. Это влияние было исследовано в настоящей работе проанализировано И будет В рамках упомянутой модели формирования НК металл-углерод при обсуждении МО свойств данных образцов.

4.1.2. Транспортные свойства нанокомпозитов $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(SiO_2)_{100-x}$, $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x}$ и Co_xC_{100-x}

Транспортные свойства описываемых НК были исследованы в работах [84] и [122]. По концентрационным зависимостям удельного электрического сопротивления нанокомпозитов была определена концентрация перколяционного перехода для исследуемых систем. Для системы 1429 она составила 43 ат.% металлической фазы.

Исследования транспортных свойств систем 1436 и 1148 представлены на рисунках 4.2 и 4.3 соответственно.



Рисунок 4.2. Концентрационные зависимости удельного электрического сопротивления композита $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_xC_{100-x}$ в исходном состоянии (кривая 1), после отжига при температуре 300⁰C в течение 30 минут(кривая 2), после отжига при температуре 350⁰C в течение 30 минут(кривая 3).



Рисунок 4.3. Концентрационные зависимости удельного электрического сопротивления композита Co_xC_{100-x} в исходном состоянии(кривая 1) и после отжига при температуре 200⁰С в течение 30 минут(кривая 2).

Для обеих систем с углеродной матрицей порог перколяции был обнаружен при концентрации 62 ат.% металлической фазы.

§ 4.2. Результаты исследования магнитооптических свойств системы (Со40Fe40B20)x(SiO2)100-х – 1429

Как было описано в Главе 2, системы НК с углеродной матрицей, изучаемые в данной работе, были получены методом послойного напыления на вращающуюся подложку. При этом как образцы с идентичным составом гранул, исследуемые на предмет МО свойств ранее[19], так и системы, изученные в данной работе(969, 970), напылялись в виде объемного НК на неподвижную подложку.

Исходя из этого, для более корректного сравнения, перед изучением МО свойств систем с углеродной матрицей были проведены измерения для системы 1429 с диэлектрической матрицей и идентичным составом гранул, которая напылялась послойно на вращающуюся подложку.

Спектральные зависимости ЭЭК нанокомпозитов системы 1429 представлены на рисунке 4.4. Также для сравнения приведен спектр ЭЭК для аморфного сплава Co₄₀Fe₄₀B₂₀.

Вид и форма спектров для нанокомпозитов и для чистого сплава $Co_{40}Fe_{40}B_{20}$ сильно различаются. Образцы системы 1429 с ростом концентрации демонстрируют сильный отрицательный отклик, достигающий наибольших значений ЭЭК≈9*10⁻³ в области энергий фотонов 1-1,4 эВ. При этом МО отклик сплава $Co_{40}Fe_{40}B_{20}$ принимает положительные значения и уменьшается до нуля в ближней инфракрасной области. Важно отметить, что концентрация металлической компоненты для нанокомпозитов с наибольшим МО откликом в 2-2,5 раза меньше, чем в сплаве $Co_{40}Fe_{40}B_{20}$.



Рисунок 4.4. Спектральные зависимости ЭЭК для образцов системы (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x} и аморфного сплава Co₄₀Fe₄₀B₂₀.

Форма и вид полученных спектров и тенденции их трансформации коррелируют с результатами из работы [19], полученными для образцов идентичного состава, напыленных на неподвижную подложку.

На рисунке 4.5 приведены полевые зависимости ЭЭК, полученные при энергии фотонов E = 1,97 эВ. Поведение полевых зависимостей ЭЭК отражает динамику изменения магнитной микроструктуры исследуемых нанокомпозитов, подобно системам, рассмотренным в Главе 3. С ростом концентрации гранул и уменьшением диэлектрической прослойки в области магнитной перколяции происходит трансформация от SPM состояния к единому ферромагнитному кластеру.



Рисунок 4.5. Полевые зависимости ЭЭК для образцов системы (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x}.

Порог магнитной перколяции х_{FM} для этой системы образцов лежит в области концентраций 35-40,7 ат.%, что несколько ниже, чем получено в [19] для подобной системы, напыленной на неподвижную подложку. Такое различие можно объяснить тем, что для объемного и послойного методов напыления размеры гранул при сопоставимых значениях концентраций металлической фазы могут различаться(Рис. 1.5), что обусловливается технологическими параметрами напыления.

При этом из измерений транспортных свойств известно, что концентрация порога электрической перколяции для данной системы образцов составила 43 ат.% металлической фазы.

Результаты исследования спектральных и полевых зависимостей ЭЭК для системы 1429 коррелируют с исследованиями подобных систем, проведенными ранее и описанными в Главе 1.

§ 4.3. Результаты исследования магнитооптических свойств системы (Со₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(С)_{100-x} – 1436

Спектральные зависимости ЭЭК образцов системы 1436[123] приведены на рисунке 4.6. Также для сравнения представлен спектр чистого сплава Co₄₀Fe₄₀B₂₀.



Рисунок 4.6. Спектральные зависимости ЭЭК для образцов системы (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(C)_{100-x} и аморфного сплава Co₄₀Fe₄₀B₂₀.

Вид и форма спектров, а так же характер их изменения значительно отличаются от кривых, полученных для системы 1429, при этом по виду они уже идентичны соответствующей зависимости спектра ЭЭК для сплава Co₄₀Fe₄₀B₂₀.

Для данной системы в области спектра с максимальным МО откликом, был обнаружен ЭЭК, который в отличие от системы 1429 был уже приблизительно в 1,5 раза меньше, чем ЭЭК для чистого сплава. Пожалуй, главной особенностью системы металл-углерод является практически полное отсутствие отрицательных значений ЭЭК во всей области исследованных концентраций, в отличие от подобных систем с диэлектрической матрицей, изученных как в предыдущих исследованиях[19], так и в настоящей работе, для которых наблюдался характереный пик отрицательного МО отклика в области магнитной перколяции.

Полевые зависимостей ЭЭК для системы с углеродом приведены на рисунке 4.7.



Рисунок 4.7. Полевые зависимости ЭЭК для образцов системы $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x}$.

Полевые зависимости ЭЭК для системы CoFeB-C принципиально отличаются от полученных для системы с диэлектрической матрицей CoFeB-SiO₂. Уже с наименьших исследованных концентраций магнитной компоненты(17,3 ат.%) НК с углеродной матрицей проявляют нелинейную зависимость ЭЭК от поля. Таким образом, для всех образцов из
исследованной области концентраций наблюдается поведение, характерное для ферромагнетиков, в отличие от НК CoFeB-SiO₂ и систем, описанных в Главе 3, для которых была характерна область SPM поведения при низких концентрациях металлической компоненты.

При этом из исследования транспортных свойств данной системы известно, что порог электрической перколяции наблюдался при концентрации ферромагнитной фазы 62 ат.%. Таким образом, пороги магнитной и транспортной перколяции для данной системы сильно различаются.

§ 4.4. Результаты исследования магнитооптических свойств системы (Co)_x(C)_{100-x} – 1148

На рисунке 4.8 приведены результаты исследования спектральных зависимостей ЭЭК для системы 1148[123], образцы которой были подвергнуты отжигу при температуре 300^oC, а также спектр ЭЭК для поликристаллического Co, приведенный в работе[124]. Как и в случае системы 1436, полученные кривые существенным образом отличаются от зависимостей системы 1429 с диэлектрической матрицей.



Рисунок 4.8. Спектральные зависимости ЭЭК для образцов системы (Co)_x(C)_{100-x} и поликристаллического Co.

Важно отметить, что МО отклик для данной системы был обнаружен лишь при концентрации ферромагнитной фазы х≥53,5 ат.%. Для образцов до этой концентрации значение ЭЭК оказалось ниже чувствительности установки(2*10⁻⁵).

Для образцов с концентрациями 54,5%, и 55,4% вид и форма спектров ЭЭК демонстрируют особенности, которые ранее наблюдались при исследованиях аморфных сплавов на основе Co[18]. С ростом концентрации происходит трансформация вида спектров, и они приобретают сходства с зависимостями МО отклика для поликристаллического Co(образцы с концентрацией 64,2, 66,6 и 68,8 ат.%).

Эволюция спектров системы 1148 с изменением концентрации указывает на переход от аморфных гранул Со-С к поликристаллическим гранулам

кобальта в углеродной матрице, что хорошо согласуется со структурными исследованиями(Рис. 4.2).

Полевые зависимости ЭЭК для данной системы представлены на рисунках 4.9 и 4.10.

Из приведенных кривых следует, что для всех образцов системы 1148 были получены полевые ЭЭК, зависимости характерные ДЛЯ ферромагнетиков. Интересно, зависимости образцов ЧТО полевые С минимальными из исследованных значениями ферромагнитной фазы демонстрировали наименее магнитожесткое поведение. Это можно объяснить тем, что НК системы Со-С из области низких концентраций металлической компоненты демонстрируют особенности, характерные для аморфных сплавов, в том числе намагничивание с низким полем выхода кривой в насыщение, в то время как образцы из области высоких концентраций металлической фазы в большей степени проявляют свойства, характерные для поликристаллического Со. Подобный вид зависимостей можно было наблюдать также для систем НК CoFeZr-(Al-O) в Главе 3.



Рисунок 4.9. Полевые зависимости ЭЭК для образцов системы (Co)_x(C)_{100-x}.



Рисунок 4.10. Нормированные на значение эффекта в максимальном поле зависимости ЭЭК образцов системы (Co)_x(C)_{100-x}.

Порог электрической перколяции для системы 1148, так же как и для системы 1436, был обнаружен при концентрации 62 ат.% ферромагнитной фазы. При этом для обеих систем не наблюдалось полевых зависимостей ЭЭК с суперпарамагнитным поведением — все образцы демонстрировали ферромагнитные свойства. Это свидетельствует о том, что порог магнитной перколяции в данном случае так же находится ниже области исследованных концентраций.

§ 4.5. Обсуждение результатов Главы 4

Из полученных данных видно, что спектральные и полевые зависимости ЭЭК для систем CoFeB-C и Co-C с углеродной матрицей

существенным образом отличаются от зависимостей для системы CoFeB-SiO₂ с диэлектрической матрицей.

Так же был выявлен ряд особенностей и при сравнении между собой систем с углеродной матрицей. В системе CoFeB-C образцы с концентрацией ферромагнитной фазы начиная с 17,3 ат.% обнаруживают магнитооптический отклик и начинают проявлять ферромагнитные свойства уже в области малых концентраций. При этом в системе Co-C измерить ЭЭК удалось только при концентрации ферромагнитной фазы х≥54,5 ат.%.

Также важно отметить, что исследования транспортных свойств обеих систем установили порог электрической перколяции при концентрации 62 ат.%, что существенно отличается от порога магнитной перколяции, определяемого из зависимостей ЭЭК.

Для понимания причин таких различий в свойствах изученных систем нанокомпозитов, проанализируем особенности их роста на основе модели формирования тонких пленок, следуя работе [84].

Данная модель была разработана для объяснения структурных свойств систем с углеродной матрицей, в которых существует возможность частичного смешивания компонентов получаемого нанокомпозита. Поэтому, процесс зародышеобразования пленки на подложке может быть не гетерогенным, как в случае систем металл-диэлектрик, а гомогенным, т.е. получаемая структура будет формироваться сразу из всех типов атомов, осаждаемых на подложку(Рис. 4.11).



Рисунок 4.11. Формирование гомогенных зародышей при осаждении пленки Со-С из паровой фазы методом ионно-лучевого распыления.

Важно отметить, что в ходе напыления НК температура зародышей пленки оказывается значительно выше температуры подложки. При этом с увеличением температуры увеличивается и коэффициент растворения углерода в получаемом НК. Кроме того, с ростом концентрации углерода, формирующаяся структура будет приобретать свойства, характерные для аморфных соединений, что в свою очередь дополнительно повысит вероятность растворения С в элементах других фаз нанокомпозита.

В ходе дальнейшего осаждения атомов формируется углеродная фаза, наиболее вероятным местом образования которой является тройная граница зародыш - подложка - свободное пространство(Рис. 4.12).



Рис. 4.12. Перераспределение углерода в зародыше Со-С в процессе его остывания на подложке при росте пленки.

Затем в результате соединения зародышей пленки происходит дальнейший рост углеродной фазы с формированием вертикальных областей(Рис. 4.13).



Рис. 4.13. Перераспределение углерода в пленке Со-С с образованием вертикальной структуры.

В ходе диффузионного процесса происходит дальнейшее перераспределение углерода, на которое влияет также И градиент С температуры. В результате происходит накопление атомов В приповерхностном слое формирующегося соединения, которое, при достижении некоторой критической концентрации приведет к образованию фазы на основе углерода.

Следует обратить внимание на то, что описанный процесс диффузии углерода подразумевает существенную неравновесность состава структуры металл-углерод в грануле, что допускает процессы формирования соединений металлов с углеродом по границам раздела. В частности, метастабильных при комнатной температуре соединений металл-углерод, таких как Co₃C, Co₂C, которые могут формировать новые фазы HK(Puc. 4.14).



Рисунок 4.14. Перераспределение углерода в пленке Со-С в процессе формирования гетерофазной структуры металл-углерод на основе метастабильных аморфных гранул Со-С.

Далее рассмотрим модель формирования пленки CoFeB-C, представленную в работе [84]. Теперь в сплаве присутствует новый элемент – бор, который с одной стороны может образовывать соединения с углеродом,

а с другой способен диффундировать на большие расстояния в процессе формирования пленки. Диффузионные константы для бора и углерода различаются незначительно. По этой причине в межгранульных прослойках может находиться существенное количество бора(Рис. 4.15, 4.16, 4.17), а в прослойках между кристаллитами металла соединений B₄C(Рис. 4.18, 4.19). В зависимости от соотношения концентраций углерода и бора, количество соединения B₄C может изменяться в широких пределах(Рис. 4.18, 4.19).



Рис. 4.15. Формирование гомогенных зародышей при осаждении пленки Со-Fe-B-C.

Т = Тпод = 400K

Рис. 4.16. Перераспределение углерода в зародышах в процессе его остывания на подложке при формировании пленки Со-Fe-B-C.



Рис. 4.17. Перераспределение углерода в пленке Со-Fe-В-С при объединении зародышей на подложке.



Рис. 4.18. Перераспределение углерода в пленке Со-Fe-B-C во время формирования гетерофазной структуры металлический сплав-углерод на основе метастабильных аморфных гранул металл-углерод при высоком содержании углерода.



Рис. 4.19. Перераспределение углерода в пленке Со-Fe-B-C во время формирования гетерофазной структуры металлический сплав-углерод на основе метастабильных аморфных гранул металл-углерод при низком содержании углерода.

Вышеописанные данные о формировании пленок металл-углерод позволяют объяснить и наблюдаемые в работе особенности МО свойств изучаемых нанокомпозитов.

Согласно приведенной модели, все образцы систем Co-C и CoFeB-C, исследованные в данной работе, состоят как минимум из трех фаз. Для нанокомпозитов Co-C третья фаза формируется в виде соединений Co₂C и Co₃C. Это приводит к тому, что часть кобальта, которая могла бы формировать ферромагнитные гранулы, взаимодействует с углеродом, и, таким образом дальний магнитный порядок в системе будет появляться при более высоких концентрациях металлической компоненты.

Этими же особенностями формирования структуры объясняется отсутствие МО отклика, достаточного по величине для чувствительности измерительной установки, вплоть до области концентраций выше 54 ат.%.

Для системы CoFeB-C дополнительная фаза формируется в виде соединений B_4C в результате взаимодействия ионов бора с углеродом. Подобное соединение стабильно при комнатной температуре и энтальпия его образования(-13,5) значительно меньше, чем для метастабильных $Co_3C(2,86)$, $Co_2C(3)$ и Fe₃C(6). Исходя из этого, та часть углерода, которая в отсутствие бора взаимодействовала бы с металлической фазой подобно системе Co-C, в данном случае будет формировать соединения с бором. Это приведет к тому, что при сопоставимых концентрациях металлической фазы в системе CoFeB-C будет больше свободных элементов для формирования крупных ферромагнитных гранул по сравнению с системой Co-C.

Следовательно, в НК СоFeB-С появление МО отклика и формирование дальнего магнитного порядка будет происходить при значительно меньших концентрациях металлической компоненты, чем в НК Со-С, что и наблюдалось экспериментально при исследовании МО свойств[123].

Полученные результаты хорошо коррелируют также и со структурными исследованиями систем CoFeB-C и Co-C(рис. 4.1)[84]. Как было указано выше, при равных значениях концентрации металлической

компоненты структура образцов этих систем различается. Размер областей, соответствующих металлической компоненте, для системы CoFeB-C значительно превышает размер данных областей для системы Co-C.

Стоит обратить внимание на результаты транспортных исследований изучаемых систем. Как было указано выше, порог электрической перколяции для обеих систем с углеродной матрицей был обнаружен при концентрации x=62 ат.%. При этом магнитная перколяция наступала при значительно меньших концентрациях для обеих систем. Такого коллосального различия между критическими концентрациями x_{per} и x_{FM} не наблюдалось ни для HK с диэлектрическими матрицами, рассмотренными в настоящей работе(системы 969, 970, 971, 1429), ни для HK, изученных ранее в многочисленных исследованиях, приведенных выше, например работы [19], [31], [65], [80]. Для всех указанных исследований были характерны приблизительно равные концентрации порогов перколяции из магнитных и транспортных измерений систем образцов, которые могли отличаться в среднем на 1-5 ат.%

Такое необычное поведение транспортных и магнитных свойств в системах с углеродными матрицами также можно объяснить особенностями формирования структур металл-углерод. Как было указано выше при описании модели роста пленок, во время диффузионных процессов перераспределения углерода при формировании наноструктур он образует оболочки вокруг ферромагнитных гранул в виде соединений с Со в случае системы 1148, либо в виде соединений В₄С в случае системы 1436, таким образом, препятствуя формированию проводящей сети из гранул. И лишь в области высоких концентраций ферромагнитной фазы в нанокомпозитах происходит формирование единого проводящего кластера. При этом достижение магнитной перколяции в данном случае, по-видимому, связано с образованием больших ФМ гранул.

Описание процессов в рамках модели гомогенного зародышеобразования подтверждается также и результатами исследования спектров ферромагнитного резонанса(ФМР) для нанокомпозитов с

углеродной матрицей. Как показано в нашей работе [125], для системы 1429 во всем диапазоне концентраций наблюдается только одна магнитная мода, в то время как для системы 1436 наблюдался многомодовый спектр.

При рассмотрении результатов МО исследований и спектров ФМР для систем с диэлектрическими и углеродными матрицами было установлено, что при формировании нанокомпозитов $(CoFeB)_x(C)_{100-x}$ в результате плазмохимических процессов возможно образование дополнительных соединений металлов с углеродом, таких как Co₃C, Co₂C, Fe₃C, которые могут влиять на МО отклик образцов.

Таким образом, В результате проведенных магнитооптических измерений и последующего анализа с учетом результатов ряда совместных исследований, были выявлены особенности магнитооптических свойств для ферромагнитный металл(сплав)-углерод, а систем исследовано также влияние состава ферромагнитной фазы(гранул) на MO свойства нанокомпозитов CoFeB-C и Co-C.

§ 4.6. Заключение к Главе 4

1. Проведены исследования магнитооптических свойств нанокомпозитных структур (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x}, (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(C)_{100-x} и Co_xC_{100-x} в широкой области изменения концентраций магнитной фазы.

2. Обнаружено, что вид магнитооптических спектров системы (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(C)_{100-x}в исследованной области концентраций слабо зависит от концентрации x, ферромагнитный порядок появляется при х≥17,4%.

3. Установлено, что в отличие от композитов металл-диэлектрик, в композитах металл-углерод значения концентраций порога перколяции, определенные по появлению ферромагнитного порядка в композите не коррелируют со значениями, определенными из транспортных измерений.

4. Установлено, что эволюция спектров ЭЭК для системы Co_xC_{100-x} с изменением концентрации металлических гранул свидетельствует о переходе от аморфных гранул к кристаллическим гранулам Со в матрице углерода.

5. MO Особенности свойств В поведении систем Со_хС_{100-х}и $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x}$ объяснены помощью модели формирования с нанокомпозитов с учетом возможности химических реакций углерода с металлами и бором.

6. Возможность частичного смешивания и образования метастабильных фаз в нанокомпозитах CoFeB-C и Co-C при формировании НК приводит к существенным отличиям магнитооптических свойств этих НК от МО свойств систем с диэлектрическими матрицами.

Основные результаты

1. Проведены исследования магнитооптических и магнитных свойств нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O), полученных методом ионно-лучевого напыления в атмосфере Ar, Ar с добавлением N₂, а так же многослойных структур, полученных послойным напылением НК в атмосфере Ar и Ar+N₂.

2. Исследования MO свойств нанокомпозитов CoFeZr-(Al-O), полученных в атмосфере Ar, показывают, что с увеличением содержания металла ансамбль слабо взаимодействующих суперпарамагнитных частиц двухфазное магнитное состояние, переходит В характеризующееся присутствием как отдельных SPM частиц, так и отдельных областей с ферромагнитным упорядочением(SFM), а затем формируется дальний ФМ порядок во всем образце. Дальний ФМ порядок возникает при концентрациях меньших, чем перколяционный порог проводимости.

В смешанном (SPM+SFM) состоянии наблюдаются аномальные полевые зависимости ЭЭК, и нелинейность МО отклика по намагниченности.

3. Установлено, что отжиг значительно сильнее влияет на МО свойства НК, чем на магнитные. Для отожженных образцов наблюдалось расширение области аномального поведения полевых зависимостей ЭЭК и рост величины МО отклика в области х<х_{пер}. Полученные факты были объяснены изменением размера гранул и морфологии НК в результате отжига.

4. Поведение экспериментальных спектров ЭЭК для НК, полученных в атмосфере Ar, хорошо коррелировало с поведением спектров, смоделированных в приближении симметризованного Максвелла-Гарнета с учетом квазиклассического размерного эффекта и распределения гранул по размерам.

5. Исследования системы, полученной с добавлением N_2 в атмосферу напыления, показали, что порог магнитной перколяции смещается в область более высоких концентраций магнитной фазы по сравнению с системой, полученной в атмосфере чистого Ar. Также изменяется вид спектров и величина MO отклика. Такое поведение свидетельствует о появлении нитридных оболочек вокруг гранул CoFeZr.

6. Обнаружено, что многослойные НК, полученные напылением слоев в атмосферах Ar и Ar+N₂проявляют черты, характерные для магнитомягких материалов в области концентраций выше порога магнитной перколяции. Это об уменьшении перпендикулярной свидетельствует магнитной обусловлено образцов, что быть анизотропии для данных может прерыванием роста столбчатой структуры при послойном напылении НК.

7. Спектры ЭЭК системы многослойных НК из области высоких концентраций магнитной компоненты, в отличие от системы, полученной в виде объемных НК в атмосфере Ar, имели вид, характерный для аморфных материалов.

8. Проведены исследования магнитооптических свойств нанокомпозитных структур (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x}, (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(C)_{100-x} и Co_xC_{100-x} в широкой области изменения концентраций магнитной фазы.

9. Обнаружено, что вид магнитооптических спектров системы $(Co_{40}Fe_{40}B_{20})_x(C)_{100-x}$ в исследованной области концентраций слабо зависит от концентрации x, ферромагнитный порядок появляется при x \geq 17,4%.

10. Установлено, что в отличие от композитов металл-диэлектрик, в композитах металл-углерод значения концентраций порога перколяции,

определенные по появлению ферромагнитного порядка в композите не коррелируют со значениями, определенными из транспортных измерений.

11. Возможность частичного смешивания образования И метастабильных фаз углерода с ФМ металлами и бором в нанокомпозитах СоFeB-С и Со-С при формировании НК приводит к существенным отличиям ΗК магнитооптических свойств этих от MO свойств систем С диэлектрическими матрицами.

12. Показано, что МО-спектроскопия демонстрирует более высокую чувствительность к изменениям морфологии нанокомпозитов, чем методы магнитометрии, что с помощью МО методов можно получить уникальную информацию о магнитной микроструктуре и морфологии нанокомпозитных систем и их эволюции в результате различных методов изготовления и обработки, а также о процессах самоорганизации в нанокомпозитах.

Список сокращений и условных обозначений

- *еV*, *эВ* –электрон-вольт
- *Ое*, *kOe* эрстед, килоэрстед
- TKE –экваториальный эффект Керра(transversal Kerr effect)
- ЭЭК экваториальный эффект Керра
- ИК инфракрасная(область спектра)
- НК нанокомпозиты
- ГМС гигантское магнитосопротивление
- МЭС метод эффективной среды
- МГ (приближение)Максвелла-Гарнетта
- ПБ приближение Бруггемана
- СОВ спин-орбитальное взаимодействие
- СМГ (приближение) симметризованного Максвелла-Гарнетта
- XRD рентгеновская дифракция (X-ray diffraction)
- ПЭМ просвечивающая электронная микроскопия
- АЦП аналого-цифровой преобразователь
- ГЦК гранецентрированная кубическая решётка
- ОЦК объёмноцентрированная кубическая решетка
- МЭК меридиональный эффект Керра
- ПЭК полярный эффект Керра
- ФЭУ фотоэлектронный умножитель
- ФМР ферромагнитный резонанс
- $\Phi M \varphi$ ерромагнитный
- SPM суперпарамагнитное состояние
- SFM суперферромагнитное состояние
- SSG состояние спинового стекла(superspin glass)

Список печатных работ по теме диссертации

Статьи в журналах

1. Vyzulin Sergey, Gan'shina Elena, **Garshin Vladimir**, Perova Natalia, Syr'ev Nikolaj. Magneto-optical and magnetic resonance properties of nano-scaled granular films $(CoFeB)_x(SiO_2)_{100-x}$ and $(CoFeB)_xC_{100-x}$ //European Physical Journal: Web of Conferences. – 2018. – Vol. 185. – P. 04002(1-4).

 Gan'shina E., Garshin V., Perova N., Zykov G., Aleshnikov A., Kalinin Yu, Sitnikov A. Magneto-Optical Properties of Nanocomposites Ferromagnetic-Carbon //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – Vol. 470. – P. 135-138.

3. Yurasov A., Yashin M., Ganshina E., Granovsky A., **Garshin V.,** Semenova D., Mirzokulov Kh. Simulation of magneto-optical properties of nanocomposites $(CoFeZr)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ //Journal of Physics: Conference Series. -2019. – Vol. 1389. 4. Yashin M.M., Yurasov A.N., Ganshina E.A., Garshin V.V., Semenova D.V., Mirzokulov Kh. B., Danilov G.E. Simulation of the spectra of the transverse kerr effect of magnetic nanocomposites CoFeZr–Al₂O₃ //Herald of the Bauman Moscow State Technical University, Series Natural Sciences. – 2019. – Vol. 86. –No 5. – P. 63-72.

Юрасов А. Н., Яшин М. М., Ганьшина Е. А., Гладышев И. В., Гаршин
 В. В., Каназакова Е. С. Влияние распределения частиц по размерам на оптические и магнитооптические свойства нанокомпозитов (CoFeZr)_x(Al₂O₃)_{1-x} //Известия российской академии наук. Серия физическая. – 2022. – Т. 86. – №. 5. – С. 716-720.

Yurasov A.N., Yashin M.M., Ganshina E.A., Gladyshev I.V., **Garshin V.V.**, Kanazakova E.S. Effect of Particle Size Distribution on the Optical and Magneto-Optical Properties of Nanocomposites $(CoFeZr)_x(Al_2O_3)_{1-x}$ //**Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics.** – 2022. – Vol. 86. – No. 5. – P. 601-605. 6. Gan'shina Elena A., Granovsky Alexandr B., **Garshin Vladimir V.**, Pripechenkov Ilya M., Sitnikov Alexandr V., Volochaev Mikhail N., Ryl'kov Vladimir V., Nikolaev Sergey N. Magneto-Optical Spectroscopy of Nanocomposites $(CoFeZr)_x(Al_2O_3)_{100-x}$ //**Spin.** – World Scientific Publishing Company, 2023. – P. 2340006.

7. Ганьшина Е.А., **Гаршин В.В.**, Перова Н.Н., Припеченков И.М., Юрасов А.Н., Яшин М.М., Рыльков В.В., Грановский А.Б. Магнитооптическая Керрспектроскопия нанокомпозитов //ЖЭТФ. – 2023. – Т. 164. – №. 4. – С. 662-672.

Gan'shina E. A., Garshin V. V., Perova N. N., Pripechenkov I. M., Yurasov A. N., Yashin M. M., Rylkov V. V., Granovskii A. B. Magnetooptical Kerr Spectroscopy of Nanocomposites //Journal of Experimental and Theoretical Physics. -2023. – Vol. 137. – No. 4. – P. 572-581.

Simdyanova M. A., Yurasov A. N., Yashin M. M., Gan'shina E. A., Gladyshev I. V., Garshin V. V., Pripechenkov I. M., Granovsky A. B., Vlasov A. Yu. Effect of granule sizes on magneto-optical spectra of nanocomposites //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2024. – Vol. 595. – P. 171550.

Тезисы докладов конференций

- Magneto-optical properties of nanocomposities feromagnetic-carbon / Elena Gan'shina, Perova N.N., Garshin V.V., Zykov G., Aleshnikov A., Kalinin Yu, Sitnikov A. //Book of abstracts IBCM 2017. – Russia, Kaliningrad, 2017.
- Magneto-optical and magnetic resonance properties of nano-scaled granular films (CoFeB)_x(SiO₂)_{100-x} and (CoFeB)_xC_{100-x} / Vyzulin S.A., Gan'shina E.A., Garshin V.V., Perova N.N., Syr'ev N.E. //Book of abstracts MISM 2017. – Russia, Moscow, 2017. –P. 1067(1-4).
- 3. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТОВ (Со₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x} ВБЛИЗИ ПОРОГА ПЕРКОЛЯЦИИ / Блинов М., Фадеев Е., Тарасова О., Гаршин В., Ганьшина Е., Прудникова М., Прудников В., Lahderanta E., Грановский А., Рыльков В. //Сборник трудов XXIII Международной конференции НОВОЕ В МАГНЕТИЗМЕ И МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛАХ. – Россия, Москва, 2018. –С. 684-685.
- 4. MAGNETO-OPTICAL SPECTROSCOPY OF MAGNETIC MICROSTRUCTURE IN (CoFeZr)_x-(Al-O)_{100-x} NANOCOMPOSITES / Gan'shina E.A., Granovsky A.B., Barushev A.V., Garshin V.V., Danilov G.E., Kulikova D.P., Volochaev M.N., Pripechenkov I.M., Sitnikov A.S. //Abstracts of VII Euro-Asian Symposium "Trends in Magnetism" (EASTMAG-2019). Yekaterinburg, Russia, 2019.
- Simulation of optical and magneto-optical properties of nanocomposites (CoFeZr)_x(Al₂O₃)_{1-x} / Yurasov A., Yashin M., Gan'shina E., Granovsky A., Garshin V., Semenova D., Myrzakulov H. //Abstracts of VII Euro-Asian Symposium "Trends in Magnetism" (EASTMAG-2019). Yekaterinburg, Russia, 2019.
- Магнитные и магнитооптические свойства наногранулированных композитов CoFeZr(Al₂O₃) / Гаршин В.В. //Конференция "Ломоносов – 2020". – Россия, Москва, 2020.

Список использованной литературы

- [1] Корнеева В. Р. Нанокомпозиты будущее машиностроения //Техника.
 Технологии. Инженерия. 2016. №1. С. 37-40.
- [2] Mitani S., Fujimori H., Takanashi K., Yakusiji K., Ha J.G., Takanashi S., Maekawa S., Ohnuma S., Kobayashi N., Masumoto T., Ohnuma M., Hono K. Tunnel-MR and spin electronics in metal-nonmetal granular systems //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – T. 198. – C. 179-184.
- [3] Slonczewski J.C. Conductance and exchange coupling of two ferromagnets separated by tunneling barrier //Physical Review B. 1989. T. 39. №. 10. С. 6995.
- [4] Ganshina E., Granovsky A., Dieny B., Kumaritova R., Yurasov A. Magnetooptical spectra of discontinuous multilayers Co/SiO2 with tunnel magnetoresistance //Physica B: Condensed Matter. – 2001. – T. 299. – №. 3-4. – C. 260-264.
- [5] И.В. Быков, Е.А. Ганьшина, А.Б. Грановский, В.С. Гущин, Магниторефрактивный эффект в гранулированных пленках с туннельным магнитосопротивлением. //Физика твердого тела. – 2000. – Т. 42. – №. 3. – С. 487-491.
- [6] Tondra M., Wang D., Daughton J. M. Magnetoresistive characteristics of Schottky-tunnel hot electron spin transistor //1999 IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG). – IEEE, 1999. – C. FC04-FC04.
- [7] Н.П. Васильева, А.Б. Грановский, С.И. Касаткин, А.М. Муравьев. Запоминающие элементы на основе МР тонкопленочных многослойных структур //Зарубежная электронная техника. – 1995. – №. 1. – С. 32-60.
- [8] Martyshov M.N., Emelyanov A.V., Demin V.A., Nikiruy K.E., Minnekhanov A.A., Nikolaev S.N., Taldenkov A.N., Ovcharov A.V., Presnyakov M. Yu., Sitnikov A.V., Vasiliev A.L., Forsh P.A., Granovsky A.B., Kashkarov P.K., Kovalchuk M.V., Rylkov V.V. Multifilamentary Character of Anticorrelated

Capacitive and Resistive Switching in Memristive Structures Based on $(Co-Fe-B)_x(LiNbO_3)_{100-x}$ Nanocomposite //Physical Review Applied. – 2020. – T. 14. – No. 3. – C. 034016.

- [9] Gao C.H., Yang Y.X., Xiong Y.Q., Chen P. Low critical current density for spin-transfer torque in Fe–MgO granular film at room temperature //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2013. – T. 47. – №. 4. – C. 045003.
- [10] Ohnuma S., Fujimori H., Mitani S., Masumoto T. High-frequency magnetic properties in metal–nonmetal granular films //Journal of Applied Physics. 1996.
 T. 79. №. 8. C. 5130-5135.
- Bedanta S., Kleemann W. Supermagnetism //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2008. – Vol. 42. – P. 013001(1-29).
- [12] Гриднев С. А., Калинин Ю. Е., Ситников А. В., Стогней О. В. Нелинейные явления в нано- и микрогетерогенных системах. 2012.
- [13] Гаршин В.В. Магнитооптические свойства нанокомпозитов ферромагнитный металл-углерод: магистерская диссертация. Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, 2017.
- [14] Gan'shina E., Kochneva M., Vashuk M., Vinogradov A., Granovsky A., Guschin V., Scherbak P., Kim Ch.-O., Kim Ch. G. Magneto-optical properties of magnetic nanocomposites //The Physics of Metals and Metallography. – 2006. – T. 102. – C. S32-S35.
- [15] Gan'shina E., Granovsky A., Gushin V., Kuzmichev M., Podrugin P., Kravetz A., Shipil E. Optical and magneto-optical spectra of magnetic granular alloys //Physica A: Statistical Mechanics and its Applications. – 1997. – T. 241. – №. 1-2. – C. 45-51.
- [16] Zvezdin A K, Kotov V A. Modern magnetooptics and magnetooptical materials. – CRC Press, 1997.
- [17] Kravets V. G., Petford-Long A. K., Kravets A. F. Optical and magnetooptical properties of $(CoFe)_x(HfO_21)_{1-x}$ magnetic granular films //Journal of Applied Physics. – 2000. – T. 87. – No. 4. – C. 1762-1768.

- [18] Gan'shina E.A., Perov N.S., Kochneva M.Yu., Sheverdyaeva P.M., Kim C.G., Kim C.O. Magnetostatic and magneto-optical properties of Co-based amorphous ribbons //Journal of magnetism and magnetic materials. 2002. T. 239. №. 1-3. C. 484-486.
- [19] Ганьшина Е. А., Вашук М. В., Виноградов А. Н., Грановский А. Б., Гущин В. С., Щербак П. Н., Калинин Ю. Е., Ситников А. В., Ким Ч. О., Чим Ч. Г. Эволюция оптических и магнитооптических свойств в нанокомпозитах аморфный металл-диэлектрик //ЖЭТФ. – 2004. – Т. 125. – №. 5. – С. 1172-1183.
- [20] Buravtsova V.E., Guschin V.S., Kalinin Yu.E., Kirov S.A., Lebedeva E.V., Phonghirun S., Sitnikov A.V., Syr'ev N.E., Trofimenko I.T. Magnetooptical properties and FMR in granular nanocomposites (Co₈₄Nb₁₄Ta₂)_x(SiO₂)_{100-x}. //Open Physics. – 2004. – T. 2. – № 4. – C. 566-578.
- [21] Алферов Ж. И., Асеев А. Л., Гапонов С. В., Копьев П. С., Панов В. И., Полторацкий Э.А., Сибельдин Н.Н., Сурис Р.А.. Наноматериалы и нанотехнологии //Микросистемная техника. – 2003. – Т. 8. – С. 3-13.
- [22] Роко М. К., Уильямс Р. С., Аливисатос П. (ред.). Нанотехнология в ближайшем десятилетии: прогноз направления исследований. – мир, 2002. – С. 287.
- [23] Глик Б., Пастернак Д. Молекулярная биотехнология: принципы и применение. Мир, 2002. Т. 589.
- [24] Gleiter H., Hansen N., Horse-well A., Leffers T., Lilholt H.. Second Risø Internat. Symposium on Metallurgy and Materials Science. – 1981.
- [25] Birringer R, Gleiter H., Klein H.-P., Marquardt P. Nanocrystalline materials an approach to a novel solid structure with gas-like disorder? //Physics Letters A. – 1984. – T. 102. – №. 8. – C. 365-369.
- [26] Gleiter H. Nanocrystalline Materials and Nanometer-Sized Glasses //Europhysics News. – 1989. – T. 20. – №. 9. – C. 130-133.

- [27] Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. II. Механические и физические свойства //Физика металлов и металловедение. – 2000. – Т. 89. – №. 1. – С. 91-112.
- [28] Андриевский Р. А. Наноструктурированные материалы состояние разработок и перспективы //Перспективные материалы. – 2001. – № 6. – С. 5-11.
- [29] Стогней О. В. Электроперенос и магнитные свойства аморфных наногранулированных композитов металл-диэлектрик. 2004.
- [30] Shalaev V. M., Sarychev A. K. Nonlinear optics of random metal-dielectric films //Physical Review B. – 1998. – T. 57. – №. 20. – C. 13265.
- [31] В.Е Буравцова, Е.А. Ганьшина, В.С. Гущин, Ю.Е. Калинин, С. Пхонгхирун, А.В. Ситников, О.В. Стогней, Н.Е. Сырьев. Гигантское магнитосопротивление и магнитооптические свойства гранулированных нанокомпозитов металл-диэлектрик //Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2003. – Т. 67. – №. 7. – С. 918-920.
- [32] T.V. Murzina, T.V. Misuryaev, A.F. Kravets, J. Gudde, D. Schuhmacher, G. Marowsky, A.A. Nikulin, O.A. Aktsipetrov. Nonlinear magneto-optical Kerr effect and plasmon-assisted second-harmonic generation in magnetic nanomaterials exhibiting giant magnetoresistance //Surf. Sci. 2001. T. 482. №. 485. C. 1101.
- [33] Ведяев А. В., Грановский А. Б. Гигантское магнитосопротивление //Природа. – 1995. – Т. 8. – С. 72-79.
- [34] O'Grady K., Laidler H. The limits to magnetic recording—media considerations //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1999. – T. 200. – №. 1-3. – C. 616-633.
- [35] White R. L. The physical boundaries to high-density magnetic recording //Journal of magnetism and magnetic materials. 2000. T. 209. №. 1-3. C. 1-5.

- [36] Tokarski R.W., Marton J. P. Potential optical uses of aggregated metal films
 //Journal of Vacuum Science and Technology. 1975. T. 12. №. 2. C. 643-646.
- [37] Harris L., McGinnies R. T., Siegel B. M. The preparation and optical properties of gold blacks //JOSA. 1948. T. 38. №. 7. C. 582-589.
- [38] Plyer E. K., Ball J. J. Infra-Red Absorption of Deposited Blacks //JOSA. –
 1948. T. 38. №. 11. C. 988-988.
- [39] Harris L., Beasley J. K. The infrared properties of gold smoke deposits //JOSA. – 1952. – T. 42. – No. 2. – C. 134-140.
- [40] Синцов В. Н. Исследование свойств золотой черни //ЖПС. 1966. Т.
 4. №. 6. С. 503.
- [41] Sato H., Ono S., Ando E. Space-charge-perturbed discharge characteristics of poly-n-vinylcarbazole //Journal of Applied Physics. 1974. T. 45. №. 4. C. 1675-1679.
- [42] McKenzie D. R. Selective nature of gold-black deposits //JOSA. 1976. –
 T. 66. №. 3. C. 249-253.
- [43] Strimer P., Gerbaux X., Hadni A., Souel T. Black coatings for infrared and visible, with high electrical resistivity //Infrared Physics. 1981. T. 21. №. 1. C. 37-39.
- [44] Anderson R. E., Crawford J. R. Aluminum black films //Applied Optics. –
 1981. T. 20. №. 12. C. 2041-2042.
- [45] Sichel E. K., Gittleman J. I., Zelez J. Electrochromism in the composite material Au-WO₃ //Applied Physics Letters. – 1977. – T. 31. – №. 2. – C. 109-111.
- [46] Sichel E. K., Gittleman J. I. Transport and optical properties of electrochromic Au-WO₃ cermets //Applied Physics Letters. 1978. T. 33. №.
 7. C. 564-566.
- [47] Луцев Л. В. Спиновые возбуждения в гранулированных структурах с ферромагнитными наночастицами //Физика твердого тела. – 2002. – Т. 44. – №. 1. – С. 97-105.

- [48] Казанцева Н. Е., Пономаренко А. Т., Шевченко В. Г. Свойства и перспективы применения гранулированных ферронаномагнетиков в области СВЧ //Физика и химия обработки материалов. – 2002. – №. 1.
- [49] Beloborodov I S, Lopatin A V, Vinokur V M, Efetov K B. Granular electronic systems //Reviews of Modern Physics. – 2007. – T. 79. – №. 2. – C. 469.
- [50] H. Akinaga, M. Mizuguchi, T. Manado, E. Ganshina, A. Granovsky, I. Rodin, A.Vinogradov, A. Yurasov. Enchanced magnetooptical response of magnetic nanoclusters embedded in semiconductor //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2002. – T. 242. – C. 470-472.
- [51] E. Gan`shina, R. Kumaritova, A. Bogoroditsky, M. Kuzmichov, S. J. Ohnuma. Optical and magneto-optical spectra of insulating granular system Co-Al-O //Journal of the Magnetics Society of Japan. 1999. T. 23. №. 1_2. C. 379-381.
- [52] Виноградов А. Н., Ганьшина Е. А., Гущин В. С., Демидович В. М., Демидович Г. Б., Козлов С. Н., Перов Н. С. Магнитооптические и магнитные свойства нанокомпозитов гранулированный кобальт – пористый кремний //Письма в ЖТФ. – 2001. – Т. 27. – №. 13. – С. 84-89.
- [53] Буравцова В. Е. Исследование гранулированных и многослойных наногетероструктур на основе аморфных ферромагнитных сплавов и полупроводников методами магнитооптической спектроскопии : дис. – Москва : Диссертация на соискание ученой степени кандидата физикоматематических наук: 01.04. 11/Буравцова В.Е., 2011.
- [54] Золотухин И.В., Калинин Ю. Е., Стогней О. В. Новые направления физического материаловедения. 2000.
- [55] Ханикаев А. Б., Грановский А. Б., Клерк Ж. П. Влияние распределения гранул по размерам и притяжения между гранулами на порог перколяции в гранулированных сплавах //Физика твердого тела. – 2002. – Т. 44. – №. 9. – С. 1537-1540.
- [56] Данилин Б.С., Сырчин В. К. Магнетронные распылительные системы //М.: Радио и связь. – 1982. – Т. 72. – С. 3.

- [57] Kolobov A.V., Oyanagi H., Gurevich S. A., Zaraiskaya T. A., Horenko V.
 V., Tanaka K. The Formation of Copper Nanoclusters in SiO₂ Studied by X-Ray Absorption Spectroscopy //J. Surface Analysis. 1997. T. 3. C. 486-490.
- [58] Закгейм Д.А., Рожанский И. В., Смирнова И. П., Гуревич С. А. Температурная зависимость проводимости композитных пленок Cu-SiO2. Эксперимент и численное моделирование //ЖЭТФ. – 2000. – Т. 118. – №. 3. – С. 637.
- [59] Gittleman J. I., Goldstein Y., Bozowski S. Magnetic properties of granular nickel films //Physical Review B. – 1972. – T. 5. – №. 9. – C. 3609.
- [60] Abeles B., Sheng, P., Coutts, M. D., Arie, Y. Structural and electrical properties of granular metal films //Advances in Physics. – 1975. – T. 24. – №. 3. – C. 407-461.
- [61] Gerber A., Milner A., Groisman B., Karpovsky M., Gladkikh A., Sulpice A.
 Magnetoresistance of granular ferromagnets //Physical Review B. 1997. T. 55.
 №. 10. C. 6446.
- [62] Ситников А.В. Электрические и магнитные свойства наногетерогенных систем металл-диэлектрик //Воронеж: ВГТУ. 2010.
- [63] Иевлев В.М. Тонкие пленки неорганических материалов: механизм роста и структура. 2008.
- [64] Меркулов Г.В. Диффузионно-контролируемые механизмы формирования нанокристаллических гетероструктур в двухкомпонентных пленках с ограниченной взаимной растворимостью : дис. Воронежский государственный технический университет, 2003.
- [65] Кочнева М. Ю. Магнитооптические свойства нанокомпозитных материалов на основе 3d металлов (Fe и Co). 2005.
- [66] Rylkov V. V., Nikolaev S. N., Chernoglazov K. Y., Demin V. A., Sitnikov A. V., Presnyakov M. Y., Vasiliev A. L., Perov N. S., Vedeneev A. S., Kalinin Y. E., Tugushev V. V., Granovsky A. B. Tunneling anomalous Hall effect in nanogranular CoFe-B-Al-O films near the metal-insulator transition //Physical Review B. 2017. T. 95. №. 14. C. 144202.

- [67] Bedanta S., Eimüller T., Kleemann W., Rhensius J., Stromberg F., Amaladass E., Cardoso S., Freitas P. P. Overcoming the dipolar disorder in dense CoFe nanoparticle ensembles: Superferromagnetism //Physical Review Letters. – 2007. – Vol. 98. – P. 176601(1-4).
- [68] Mørup S., Madsen M. B., Franck J., Villadsen J., Koch C. J. A new interpretation of Mössbauer spectra of microcrystalline goethite:"Superferromagnetism" or "super-spin-glass" behaviour? //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1983. – T. 40. – №. 1-2. – C. 163-174.
- [69] Rancourt D. G., Daniels J. M. Influence of unequal magnetization direction probabilities on the Mössbauer spectra of superparamagnetic particles //Physical Review B. – 1984. – T. 29. – №. 5. – C. 2410.
- [70] Jönsson P. E., Felton S., Svedlindh P., Nordblad P., Hansen M. F. Fragility of the spin-glass-like collective state to a magnetic field in an interacting Fe-C nanoparticle system //Physical Review B. 2001. T. 64. №. 21. C. 212402.
- [71] Sahoo S, Petracic O., Kleemann W., Stappert S., Dumpich G., Nordblad P., Cardoso S., Freitas P. P. Cooperative versus superparamagnetic behavior of dense magnetic nanoparticles in Co₈₀Fe₂₀/Al₂O₃ multilayers //Applied Physics Letters. – 2003. – T. 82. – №. 23. – C. 4116-4118.
- [72] Scheinfein M. R., Schmidt K. E., Heim K. R., Hembree G. G. Magnetic order in two-dimensional arrays of nanometer-sized superparamagnets //Physical review letters. – 1996. – T. 76. – №. 9. – C. 1541.
- [73] Kretschmer R., Binder K. Ordering and phase transitions in Ising systems with competing short range and dipolar interactions //Zeitschrift für Physik B Condensed Matter. – 1979. – T. 34. – №. 4. – C. 375-392.
- [74] Gan'shina E. A., Granovsky A. B., Garshin V. V., Pripechenkov I. M., Sitnikov A. V., Volochaev M. N., Rylkov V. V., Nikolaev S. N. Magneto-Optical Spectroscopy of Nanocomposites (CoFeZr)_x(Al₂O₃)_{100-x} //Spin. – World Scientific Publishing Company, 2023. – T. 13. – №. 02. – C. 2340006.
- [75] Elena Gan'shina, Alexander Granovsky, Dmitriy Shevyakov, Alexander Sitnikov, Erkki Lahderanta, Vladimir Rylkov. Magneto-Optical Spectroscopy of

(CoFeB)_x-(Al-O)_{100-x} Nanocomposites: Evidence of Superferromagnetism //IEEE Magnetics Letters. – 2020. – Vol. 11. – P. 2500504(1-4).

- [76] Кринчик Г. С., Никитин Л. В., Касаткина О. В. Определение тензора диэлектрической проницаемости ультрадисперсной среды //Поверхность. Физика, химия, механика 1985, Т. 7, С. 140-143.
- [77] Khan H.R., Granovsky A., Brouers F., Ganshina E., Clerc J.P., Kuzmichov M. Magneto-optical spectra of ferromagnetic composites Co_x(CuO)_{1-x} //Journal of magnetism and magnetic materials. 1998. T. 183. №. 1-2. C. 127-131.
- [78] Hui P. M., Stroud D. Theory of Faraday rotation by dilute suspensions of small particles //Applied physics letters. – 1987. – T. 50. – №. 15. – C. 950-952.
- [79] Hui P.M., Stroud D. Complex dielectric response of metal-particle clusters
 //Physical review B. 1986. T. 33. №. 4. C. 2163.
- [80] Вашук М. В. Оптическая и магнитооптическая спектроскопия магнитных нанокомпозитных материалов //Канд. дисс. библиотека физического факультета МГУ. – 2008.
- [81] Фролов Г.И., Жигалов В.С., Жарков С.М., Польский А.И., Киргизов
 В.В. Микроструктура и свойства наногранулированных пленок Co-Sm-O
 //Физика твердого тела. 2003. Т. 45. №. 12. С. 2198.
- [82] Buravtsova V. E., Ganshina E. A., Kirov S. A., Kalinin Y. E., Sitnikov A. V. Magnetooptical Properties of Layer-by-Layer Deposited Ferromagnet—Dielectric Nanocomposites. – 2013.
- [83] Ganshina E. A., Garshin V. V., Pripechenkov I. M., Ivkov S. A., Sitnikov A. V., Domashevskaya E. P. Effect of Phase Transformations of a Metal Component on the Magneto-Optical Properties of Thin-Films Nanocomposites (CoFeZr)_x(MgF₂)_{100-x} //Nanomaterials. 2021. T. 11. №. 7. C. 1666(1-16).
- [84] Алешников А. А. Структура и электрические свойства композитов металл-углерод : дис. Воронеж. гос. техн. ун-т, 2015.
- [85] Кринчик Г. С. Физика магнитных явлений. 1976.

- [86] Horváth G. Polarization patterns in nature. Imaging polarimetry with atmospheric optical and biological applications : дис. Loránd Eötvös University, 2003.
- [87] Hunt R. P. Magneto-optic scattering from thin solid films //Journal of Applied Physics. – 1967. – T. 38. – №. 4. – C. 1652-1671.
- [88] Freiser M. A survey of magnetooptic effects //IEEE Transactions on magnetics. - 1968. - T. 4. - №. 2. - C. 152-161.
- [89] Kerr J. XLIII. On rotation of the plane of polarization by reflection from the pole of a magnet //The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science. – 1877. – T. 3. – №. 19. – C. 321-343.
- [90] Zeeman P. Measurements concerning the influence of a magnetization, perpendicular to the plane of incidence on the light reflected from an iron mirror //Leiden Commun. $-1896. T. 29. N_{\odot}. 3.$
- [91] Ebert H. Magneto-optical effects in transition metal systems //Reports on Progress in Physics. – 1996. – T. 59. – №. 12. – C. 1665.
- [92] Кринчик Г. С., Ганьшина Е. А., Гущин В. С. Ориентационный магнитооптический эффект в монокристаллах никеля и кремнистого железа //ЖЭТФ. – 1971. – Т. 60. – №. 1-3. – С. 209.
- [93] Быков И. В., Ганьшина Е.А., Грановский А.Б., Гущин В.С. Магниторефрактивный эффект в гранулированных пленках с туннельным магнитосопротивлением //Физика твердого тела. – 2000. – Т. 42. – №. 3. – С. 487-491.
- [94] Argyres P. N. Theory of the Faraday and Kerr effects in ferromagnetics //Physical Review. $-1955. - T. 97. - N_{\odot}. 2. - C. 334.$
- [95] Antonov V., Harmon B., Yaresko A. Electronic structure and magnetooptical properties of solids. – Springer Science & Business Media, 2004.
- [96] Ганьшина Е. А. Исследование зонной структуры ферромагнитного никеля магнитооптическим методом: диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: Москва, 1972.

- [97] Ганьшина Е. А., Гаршин В. В., Перова Н. Н, Припеченков И. М., Юрасов А. Н., Яшин М. М., Рыльков В. В., Грановский А. Б. Магнитооптическая керр-спектроскопия нанокомпозитов //ЖЭТФ. – 2023. – Т. 164. – №. 4. – С. 662-672.
- [98] Niklasson G. A., Granqvist C. G. Optical properties and solar selectivity of coevaporated Co-Al₂O₃ composite films //Journal of applied physics. – 1984. – T. 55. – №. 9. – C. 3382-3410.
- [99] Granovsky A., Kuzmichov M., JP C. The symmetrised Maxwell-Garnett approximation for magneto-optical spectra of ferromagnetic composites //Journal of the Magnetics Society of Japan. 1999. T. 23. №. 1_2. C. 382-384.
- [100] Yurasov A., Yashin M., Ganshina E., Granovsky A., Garshin V., Semenova D., Mirzokulov K. Simulation of magneto-optical properties of nanocomposites (CoFeZr)_x(Al₂O₃)_{1-x} //Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing, 2019. T. 1389. №. 1. C. 012113.
- [101] Sheng P. Theory for the dielectric function of granular composite media
 //Physical Review Letters. 1980. T. 45. №. 1. С. 60.
- [102] Pakhomov A. B., Yan X., Zhao B. Giant Hall effect in percolating ferromagnetic granular metal-insulator films //Applied physics letters. – 1995. – T. 67. – №. 23. – C. 3497-3499.
- [103] Granovsky A. B., Vedyayev A. V., Brouers F. Extraordinary Hall effect (EHE) of ferromagnetic composites in the effective medium approximation //Journal of magnetism and magnetic materials. – 1994. – T. 136. – №. 1-2. – C. 229-232.
- [104] Новиков А. И. Исследование магнитооптических свойств Ni-Mn содержащих сплавов Гейслера и разбавленных магнитных полупроводников GaMnAs (Sb) и TiO2: V : дис. – Москва : Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: 01.04.11/Новиков А. И., 2016.

- [105] Экспериментальные методики «Лаборатории магнитных измерений» /
 М. И. Блинов //Отдел оперативной печати физического факультета МГУ. —
 2021. 124 страницы.
- [106] Kalinin Yu.E., Sitnikov A. V., Stognei O. V., Zolotukhin I. V., Neretin P. V. Electrical properties and giant magnetoresistance of the CoFeB–SiO₂ amorphous granular composites //Materials Science and Engineering: A. – 2001. – T. 304. – C. 941-945.
- [107] Золотухин И. В., Калинин Ю. Е., Неретин П. В., Ситников А. В., Стогней О. В. Электрическое сопротивление аморфных нанокомпозитов (CoTaNb)+(SiO2) //Альтернативная энергетика и экология. – 2002. – №. 2. – С. 7-14.
- [108] Рыльков В. В., Емельянов А. В., Николаев С. Н., Никируй К. Э., Ситников А. В., Фадеев Е. А., Демин В. А., Грановский А. Б. Транспортные свойства магнитных наногранулированных композитов с диспергированными В изолирующей //Журнал ионами матрице экспериментальной и теоретической физики. – 2020. – Т. 158. – №. 1. – С. 164-183.
- [109] Martyshov M. N., Emelyanov A.V., Demin V.A., Nikiruy K.E., Minnekhanov A.A., Nikolaev S.N., Taldenkov A.N., Ovcharov A.V., Presnyakov M. Yu., Sitnikov A.V., Vasiliev A.L., Forsh P.A., Granovsky A.B., Kashkarov P.K., Kovalchuk M.V., Rylkov V.V. Multifilamentary Character of Anticorrelated Capacitive and Resistive Switching in Memristive Structures Based on (Co-Fe-B)_x(LiNbO₃)_{100-x} Nanocomposite //Physical Review Applied. 2020. T. 14. №. 3. C. 034016.
- [110] Калинин Ю.Е., Пономаренко А.Т., Ситников А.В., Стогней О.В. Гранулированные нанокомпозиты металл-диэлектрик с аморфной структурой //Физика и химия обработки материалов. – 2001 – № 5 – С. 14-20.
- [111] Алешников А.А., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Федосов А.Г. Магнитные свойства многослойных структур на основе нанокомпозитов

(Co₄₅Fe₄₅Zr₁₀)_x(Al₂O₃)_{100-x} //Перспективные материалы. – 2012. – №5. – С.68-75.

- [112] Ohnuma M., Hono K., Onodera H., Ohnuma S., Fujimori H., Pedersen J. S. Microstructures and magnetic properties of Co–Al–O granular thin films //Journal of Applied Physics. – 2000. – T. 87. – №. 2. – C. 817-823.
- [113] Ohnuma S., Fujimori H., Masumoto T., Xiong X. Y., Ping D. H., Hono K. FeCo–Zr–O nanogranular soft-magnetic thin films with a high magnetic flux density //Applied physics letters. – 2003. – T. 82. – №. 6. – C. 946-948.
- [114] Ситников А.В. Механизмы наведенной магнитной анизотропии в гранулированных нанокомпозитах (Co₄₀Fe₄₀B₂₀)_x(SiO₂)_{100-x} //Альтернативная энергетика и экология. – 2008. – №. 8. – С. 31-37.
- [115] Стогней О.В. Ситников А.В. Анизотропия аморфных наногранулированных композитов CoTaNb-SiOn и CoFeB-SiOn //Физика твердого тела. 2010. Т. 52. №. 12. С. 2356.
- [116] Ситников А.В. Магнитные свойства и особенности формирования структуры наногранулированных композитов металл-диэлектрик //Материаловедение. – 2010. – №. 3. – С. 49-61.
- [117] Gan'shina E. A., Pripechenkov I. M., Perova N. N., Kanazakova E. S., Nikolaev S. N., Sitnikov A. S., Granovskii A.B., Ryl'kov V. V. Magneto-Optical Spectroscopy of Nanocomposites (CoFeB)_x(LiNbO₃)_{100-x} with Concentrations up to the Percolation Threshold: From Superparamagnetism and Superferromagnetism to Ferromagnetism //Physics of Metals and Metallography. – 2023. – T. 124. – №. 2. – C. 126-132.
- [118] Кринчик Г. С., Артемьев В. А. Магнитооптические свойства Ni, Co и Fe в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра //ЖЭТФ. – 1967. – Т. 53. – С. 1901-1912.
- [119] Yashin M.M., Yurasov A.N., Ganshina E.A., Garshin V.V., Semenova D.V., Mirzokulov Kh.B., Danilov G.E. Simulation of the spectra of the transverse Kerr effect of magnetic nanocomposites CoFeZr-Al₂O₃ //Herald of the Bauman Moscow

State Technical University, Series Natural Sciences.–2019. – Vol. 86. –№ 5. – P. 63-72.

- [120] Yurasov A. N., Yashin M. M., Ganshina E. A., Gladyshev I. V., Garshin V. V., Kanazakova E. S. Effect of Particle Size Distribution on the Optical and Magneto-Optical Properties of Nanocomposites (CoFeZr)_x(Al₂O₃)_{1-x} //Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2022. T. 86. №. 5. C. 601-605.
- [121] Simdyanova M. A., Yurasov A. N., Yashin M. M., Gan'shina E. A., Gladyshev I. V., Garshin V. V., Pripechenkov I. M., Granovsky A. B., Vlasov A. Yu. Effect of granule sizes on magneto-optical spectra of nanocomposites //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2024. – Vol. 595. – P. 171550.
- [122] Алешников А.А., Калинин Ю. Е., Ситников А. В., Извеков А. А., Солдатенко С. А. Электрические свойства нанокомпозитов металл-углерод //Вестник Воронежского государственного технического университета. – 2012. – Т. 8. – №. 11. – С. 83-86.
- [123] Gan'shina E., Garshin V., Perova N., Zykov G., Aleshnikov A., Kalinin Y., Sitnikov A. Magneto-optical properties of nanocomposites ferromagnetic-carbon //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2019. – T. 470. – C. 135-138.
- [124] Никитин Л. В., Миронова, Л. С., Летвинцев, В. В., Каткевич, В. Н. Исследование рентгеноаморфных пленок кобальта магнитооптическим методом //Физика металлов и металловедение. – 1991. – №. 2. – С. 92-99.
- [125] Vyzulin S., Gan'shina E., Garshin V., Perova N., Syr'ev N. Magneto-optical and magnetic resonance properties of nano-scaled granular films (CoFeB)_x(SiO₂)_{100-x} and (CoFeB)_xC_{100-x} //EPJ Web of Conferences. – EDP Sciences, 2018. – T. 185. – C. 04002.
БЛАГОДАРНОСТИ

Прежде всего, автор желает выразить глубокую благодарность своему научному руководителю д.ф.-м.н. профессору Елене Александровне Ганьшиной за те силы, знания и время, которые она в него вложила в период обучения автора в магистратуре и аспирантуре физического факультета МГУ, за бесконечное терпение, педагогический профессионализм и умелое руководство при написании данной и других работ.

Автор благодарит Ситникова Александра Викторовича и коллектив кафедры физики твердого тела воронежского ВГТУ за интересные и необычные образцы для исследований и помощь в их аттестации.

Также автор благодарен своему одногруппнику на кафедре магнетизма МГУ Блинову Михаилу за ценные советы и помощь в исследовании магнитных свойств образцов. Автор благодарит аспиранта воронежского ВГУ Ивкова Сергея за содействие в исследовании структурных свойств образцов, Юрасова Алексея Николаевича и его научную группу из МИРЭА за высококвалифицированные теоретические расчеты, а также своих коллег из лаборатории МО спектроскопии кафедры магнетизма Припеченкова Илью и Данилова Георгия за совместную работу над экспериментом и дружескую обстановку в лаборатории. Также автор благодарен аспиранту кафедры магнетизма Юлии Алехиной понимании за помощь В различных теоретических аспектов магнитных явлений.

Особую благодарность автор выражает секретарю диссертационного совета Татьяне Борисовне Шапаевой за доброжелательность, профессионализм и терпение во время оформления работы и сопутствующей документации.

Автор выражает искреннюю признательность всему коллективу кафедры магнетизма МГУ за создание семейной, благоприятной для развития и творчества атмосферы во время обучения в магистратуре и аспирантуре и за содействие в выполнении работы.

145